



普通高等教育“十一五”国家级规划教材

小量

半微量

微量

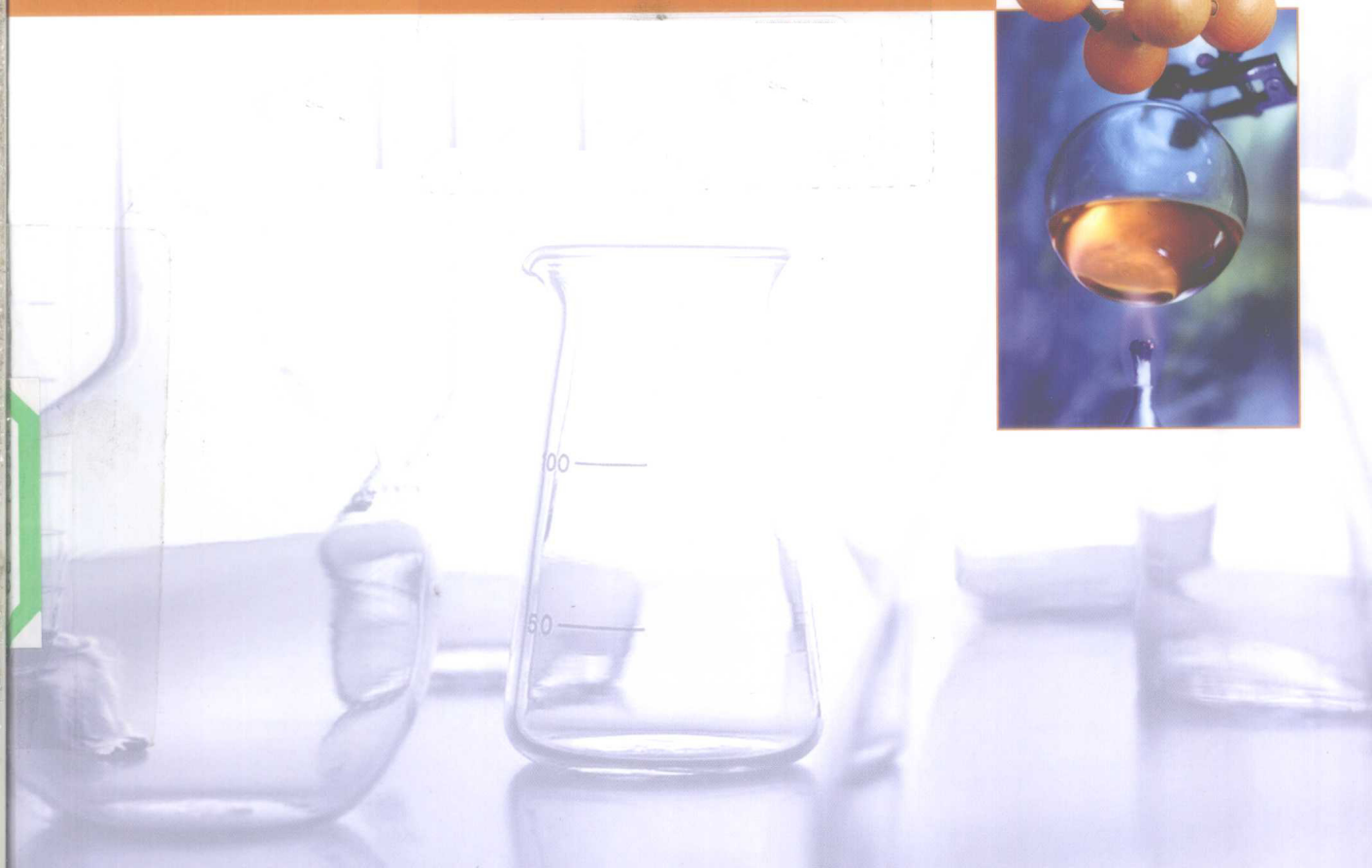
有机化学实验

林 敏 周金梅 阮永红 编著



高等教育出版社

HIGHER EDUCATION PRESS



普通高等教育“十一五”国家级规划教材

小量—半微量—微量 有机化学实验

Xiaoliang—Banweiliang—Weiliang
Youji Huaxue Shiyān

林 敏 周金梅 阮永红 编著



高等教育出版社·北京
HIGHER EDUCATION PRESS BEIJING

内容提要

本书是普通高等教育“十一五”国家级规划教材,吸收了近 20 年的使用经验和教改成果,在厦门大学化学系《小量-半微量-微量 有机化学实验》讲义基础上编写而成。全书共 5 章,含有机化学实验的一般知识;有机化学实验常用仪器和设备;有机化学实验基本操作和技术;有机化合物的分离和提纯;有机化合物合成实验。

本书可供化学、生命科学、环境科学、海洋化学、材料科学、医药、农药、食品科学、农业科学等多学科的基础有机化学实验课使用,也可供相关专业的实验技术人员与管理工作者参阅。

图书在版编目(CIP)数据

小量-半微量-微量有机化学实验/林敏,周金梅,
阮永红编著. —北京:高等教育出版社,2010.8

ISBN 978-7-04-029768-3

I. ①小… II. ①林… ②周… ③阮… III. ①半微量
有机合成-化学实验-高等学校-教材②微量有机合成-
化学实验-高等学校-教材 IV. ①O621.3-33

中国版本图书馆 CIP 数据核字(2010)第 092878 号

策划编辑	殷 英	责任编辑	赵 熙	封面设计	李卫青	责任绘图	尹 莉
版式设计	余 杨	责任校对	胡晓琪	版式印制	尤 静		

出版发行 高等教育出版社
社 址 北京市西城区德外大街 4 号
邮政编码 100120

经 销 蓝色畅想图书发行有限公司
印 刷 北京宏信印刷厂

开 本 787×1092 1/16
印 张 17.75
字 数 430 000

购书热线 010-58581118
咨询电话 400-810-0598
网 址 <http://www.hep.edu.cn>
<http://www.hep.com.cn>
网上订购 <http://www.landaco.com>
<http://www.landaco.com.cn>
畅想教育 <http://www.widedu.com>

版 次 2010 年 8 月第 1 版
印 次 2010 年 8 月第 1 次印刷
定 价 28.00 元

本书如有缺页、倒页、脱页等质量问题,请到所购图书销售部门联系调换。

版权所有 侵权必究

物料号 29768-00

前 言

有机化学实验是一门重要的基础实验课,是化学、化工、材料、生命科学、环境科学、医药及海洋等多种学科学生的必修课程之一。其目的是训练学生熟练掌握有机化学实验的基本技能和基础知识;培养学生正确选择有机化合物的合成、分离、提纯与分析、鉴定的方法,并让学生及时掌握现代有机合成、分离、鉴定的手段;通过有机化学实验,还要培养学生分析问题、解决问题和独立思考、独立工作的能力。此外,通过有机化学实验能加强学生对有机化学基础理论和基本概念的理解,达到理论与实践紧密结合的目的。总之,有机化学实验是培养学生理论联系实际,实事求是、严谨的科学态度和良好的工作习惯的重要环节。

我们于1991年出版了《实用有机化学实验》一书。该书内容大多与理论同步,随着理论的发展,其内容日显陈旧,缺乏层次和深度,缺乏设计性、综合性实验内容,实验手段也比较落后,难以满足培养跨世纪人才的教学需求。因此我们于2003年在原实验书的基础上,对编排体系和实验内容进行了较大的修改和补充,删除了部分毒性大、污染严重的实验,增加了小量、半微量、微量及多步骤实验内容,编写了《小量-半微量-微量 有机化学实验》讲义。经全校各专业学生多年使用及不断修改补充,取得了较好的教学效果。随着有机化学实验技术的不断发展以及现代分析手段在有机化学领域的进一步广泛应用,有机化学实验的教学内容和手段已经发生了较大变化。为了满足当前教学改革的需要,我们以教育部最新颁布的教学大纲及《基础课实验教学示范中心建设标准》为指导,参考近年来国内外出版的同类教材,在原讲义的基础上,重新编写了《小量-半微量-微量 有机化学实验》一书。本书的主要特点如下:

1. 以有机化学实验的基本操作技术、合成实验、综合性系列实验与研究型实验为框架,总体优化整合验证性实验。编排上本着由易到难、循序渐进、实验为主、理论为辅和综合运用原则。编排内容删繁就简,避免了不必要的重复,摆脱了与理论同步的束缚,加强了对于实验操作技能培养的连贯性和重复性。

2. 合成实验部分在编排上除了精选有代表性的、典型的、重要的传统有机化学反应类型外,还增加了多步骤合成实验和研究型实验。增加多步骤合成实验的分量,既可节约经费开支,又能培养学生综合利用的思想,且便于老师评估学生的实验技能。本书编入的研究型实验,将合成实验、结构分析与性能分析相结合,有助于学生深刻理解和灵活运用所学知识,有利于启迪学生的创新思维,突出学生的主体作用和培养他们的创造能力。

3. 每一个合成实验都涉及小量、半微量或微量实验操作,将实验规模小量化,与半微量-微量实验相结合,节约实验试剂,缩短实验时间,增加训练内容,同时尽量安排符合“绿色化学”要求的实验。

4. 增加对学生在现代分析、测量仪器方面的训练。不仅介绍了有机化学实验常用仪器和设备的使用,还介绍了近年来我们新购置的实验常用仪器的使用及安装,如微波化学反应器、超声波仪器、旋转薄膜蒸发器、气相色谱仪和红外光谱仪等。除此,本书还注重有机化学新实验的研究和开发,并及时把新研究和新开发的实验内容补充到本书中,例如微波辐射和超声波合成。从

而将新知识、新成果与传统的基本方法紧密结合起来,使学生可以掌握先进的实验技术,通过实验方法的更新接受创新教育,拉近学生与现代科学发展的距离。

5. 尽量选编与生产、生活实际联系密切、毒性较小、实用性强,又具有代表性的实验项目。本书对每个合成实验的产物的性质和用途均作了详细的介绍,让学生了解所合成产物的应用价值及用途,能激发学生做有机化学实验的兴趣。

6. 简要介绍了一些国内外较新的文献、文摘、手册、词典、实验教科书。书末附有常用元素相对原子质量、常用溶液相对密度及质量分数、水的饱和蒸气压、共沸混合物、常见有机化合物的物理常数、常用有机试剂的纯化、主要基团的红外光谱特征吸收峰、核磁共振谱中质子的化学位移和常见有机化合物的紫外吸收峰等,以便读者和学生查阅。

本书可作为化学、生命科学、环境科学、海洋化学、材料科学、医药、农药、食品科学、农业科学等多学科的基础有机化学实验课的教材,也可供化工、有机化学、化学技术等专业实验技术人员与管理工作者参阅。

本书由赵玉芬院士审稿。感谢本院有机研究所的同仁为本书的修订与完善提出了许多宝贵的意见和建议。感谢陈明德教授参加了本书的复核。感谢赵玉芬院士课题组唐果副教授提供第5章第17节“有机磷化合物的合成”的实验内容。感谢吴欣、徐炳渠同学精心绘制本书的部分插图。感谢使用过《小量-半微量-微量 有机化学实验》讲义的历届学生,他们的实践和建议使本书得以不断完善。

在此再一次向他们表示衷心谢意。

由于时间仓促和限于编者水平,书中错误和不妥之处在所难免,敬请读者批评指正。

编 者

2009年10月于厦门大学

目 录

第 1 章 有机化学实验的一般知识	1	第 7 节 电器设备	29
第 1 节 有机化学实验室规则	1	第 8 节 其他设备	31
第 2 节 有机化学实验室的安全知识	2	第 3 章 有机化学实验基本操作和	
1.2.1 眼睛的保护	2	技术	34
1.2.2 火灾及爆炸的预防	2	第 1 节 加热方法	34
1.2.3 火灾的处理	2	3.1.1 常规加热法及热源的选择	34
1.2.4 中毒的预防及处理	3	3.1.2 微波辐射法	35
1.2.5 灼伤的处理	3	第 2 节 冷却方法	37
1.2.6 防割伤	3	第 3 节 简单玻璃工操作	37
1.2.7 用电安全	4	3.3.1 玻璃管的清洗与干燥	37
1.2.8 实验室常用的急救药品	4	3.3.2 玻璃管的切割	38
第 3 节 有机化学实验预习、实验		3.3.3 拉制玻璃管	38
记录和实验报告	4	3.3.4 拉制熔点管	38
1.3.1 实验预习	4	3.3.5 弯玻璃管	38
1.3.2 实验记录	5	3.3.6 制作玻璃钉	39
1.3.3 实验报告	5	3.3.7 弯制搅拌器	39
第 4 节 有机化学实验常用的		实验 1 简单玻璃工操作	39
工具书和文献简介	8	第 4 节 有机化合物物理常数测定	40
1.4.1 工具书	8	3.4.1 固体有机化合物熔点的	
1.4.2 化学期刊及文献	10	测定	40
1.4.3 网络资源	11	实验 2 熔点的测定	43
第 2 章 有机化学实验常用仪器和		3.4.2 液体有机化合物沸点的	
设备	14	测定	45
第 1 节 玻璃仪器简介和保护	14	实验 3 微量法测定沸点	45
2.1.1 玻璃仪器简介	14	3.4.3 液体有机化合物折光率的	
2.1.2 玻璃仪器的保护	26	测定	46
第 2 节 玻璃仪器的清洗和干燥	26	实验 4 折光率的测定	48
2.2.1 玻璃仪器的清洗	26	3.4.4 旋光度的测定	49
2.2.2 玻璃仪器的干燥	27	实验 5 比旋光度的测定	50
第 3 节 常用反应装置	27	第 5 节 谱学分析技术	52
第 4 节 仪器的选择	27	3.5.1 红外光谱(IR)	52
第 5 节 仪器的装配与拆卸	28	3.5.2 核磁共振(NMR)	53
第 6 节 金属器具	28		

第4章 有机化合物的分离和提纯	56	实验 21 苯乙酮	114
第1节 蒸馏	56	实验 22 2-叔丁基对苯二酚 (TBHQ)和2,5-二叔丁基 对苯二酚(DTBHQ)	116
实验 6 工业乙醇的蒸馏	59	第5节 Cannizzaro 反应	119
第2节 分馏	60	实验 23 α -呋喃甲醇和 α -呋喃 甲酸	119
实验 7 丙酮-水混合物的分馏	63	实验 24 苯甲醇和苯甲酸	122
第3节 水蒸气蒸馏	63	实验 25 4-氯苯甲醛的 Cannizzaro 反应	125
实验 8 苯甲醛的水蒸气蒸馏	65	第6节 羧酸衍生物的制备	128
第4节 减压蒸馏	66	实验 26 乙酰苯胺	130
实验 9 呋喃甲醛的减压蒸馏	70	实验 27 乙酸正丁酯	132
第5节 重结晶	71	实验 28 苯甲酸乙酯	135
实验 10 重结晶及热过滤	76	实验 29 乙酰水杨酸(阿司匹林)	138
第6节 升华	77	实验 30 水杨酸甲酯(冬青油)	141
实验 11 萘的升华	79	第7节 有机光化学反应	142
第7节 萃取	80	实验 31 苯频哪醇的制备及重排 反应	143
实验 12 四组分混合物的分离	83	实验 32 偶氮苯的光异构化反应	146
第8节 干燥与干燥剂	84	第8节 重氮化反应	147
第9节 色谱法	88	实验 33 甲基橙	147
4.9.1 柱色谱	88	实验 34 II号橙(1-对磺酸基 偶氮苯-2-萘酚钠盐)	150
实验 13 亚甲基蓝与荧光黄的分离	90	第9节 天然产物的提取与分离	151
4.9.2 薄层色谱	91	实验 35 咖啡因的提取	153
实验 14 邻硝基苯酚和对硝基苯酚的 分离	93	实验 36 从蜂蜡中制取三十烷醇	157
4.9.3 气相色谱	93	实验 37 从橘皮中提取(R)-(+)-柠 檬烯	158
第5章 有机化合物合成实验	97	实验 38 从中药麻黄中提取 麻黄碱	159
第1节 亲核取代反应及卤代烃的 制备	97	实验 39 从茶叶中提取茶多酚	161
实验 15 正溴丁烷	98	第10节 植物生长调节剂	162
实验 16 竞争的两种亲核试剂	100	实验 40 苯氧乙酸	162
第2节 Grignard 反应及醇的 制备	102	实验 41 对氯苯氧乙酸	164
实验 17 2-甲基-2-己醇	103	第11节 缩合反应	164
实验 18 三苯甲醇	106	5.11.1 羟醛缩合	164
第3节 Williamson 反应及醚的 制备	109	实验 42 苯亚甲基苯乙酮	165
实验 19 甲基叔丁基醚(汽油添 加剂)	110		
实验 20 β -萘乙醚(香料添加剂)	112		
第4节 傅-克反应	113		

实验 43 二苯亚甲基丙酮	166	二醇	205
实验 44 4-苯基-3-丁烯-2-酮	168	实验 67 二苯基乙二酮	206
5.11.2 安息香缩合	169	实验 68 二苯基羟基乙酸	207
实验 45 联糠醛的合成	169	实验 69 苯并二氢间噻嗪取代对 甲苯	209
5.11.3 Claisen 缩合	171	第 19 节 微波合成	210
实验 46 乙酰乙酸乙酯	171	实验 70 乙酰水杨酸(阿司匹林)	210
实验 47 2-庚酮(昆虫信息素)	174	实验 71 4-乙酰氧基苯甲酸	211
第 12 节 Perkin 反应	177	实验 72 乙酰苯胺	212
实验 48 肉桂酸	177	实验 73 对乙氧基乙酰苯胺	212
实验 49 香豆素	179	实验 74 苯氧乙酸	214
第 13 节 聚合物的制备	181	实验 75 对甲基苯氧乙酸	214
实验 50 涤纶	181	实验 76 苯甲酸乙酯	215
实验 51 尼龙(聚酰胺)	182	实验 77 对羟基苯甲酸乙酯	216
实验 52 脲醛树脂	182	实验 78 对硝基苯甲酸乙酯	217
实验 53 合成橡胶	184	实验 79 肉桂酸乙酯	219
第 14 节 Diels - Alder 反应	185	实验 80 肉桂酸甲酯	220
实验 54 3,6-内氧桥-1,2,3,6-四 氢苯-1,2-二甲酸酐	185	实验 81 香豆素	221
实验 55 3,6-二苯基-1,2,3,6-四 氢苯-1,2-二甲酸酐	186	实验 82 肉桂酸	222
实验 56 9,10-二氢蒽-9,10- α , β -马来酸酐	187	实验 83 外消旋 1,1'-联-2-萘酚	223
第 15 节 氧化还原反应	188	第 20 节 超声化学反应	224
实验 57 苯甲酸	189	实验 84 苯亚甲基苯乙酮	225
实验 58 9-苄醇	190	实验 85 二苯亚甲基丙酮	227
实验 59 二苯甲醇	192	实验 86 二苯甲醇	227
第 16 节 旋光异构体的拆分	194	第 21 节 综合化学实验	229
实验 60 (±)-扁桃酸的拆分	194	实验 87 苯甲酸乙酯的微波合成和 表征	229
实验 61 (±)- α -苯乙胺的拆分	196	实验 88 3- α -呋喃基丙烯酸的 制备及含量测定	230
实验 62 1,1'-联-2-萘酚 (BINOL)的拆分	197	实验 89 1-苯基-3-丁烯-1-醇的 制备	232
第 17 节 有机磷化合物的合成	199	附录	234
实验 63 二异丙氧基磷酰化丙氨 酸的合成	199	附录 I 常用元素相对原子质量	234
实验 64 α -羟基磷酸酯的合成	201	附表 1 常用元素相对原子质量	234
第 18 节 多步骤合成	202	附录 II 常用溶液相对密度及质量 分数	234
实验 65 安息香	202	附表 2 乙醇水溶液	234
实验 66 赤式 1,2-二苯基-1,2-乙 二醇	205	附表 3 甲醇水溶液	235

附表 4 盐酸	235	合物	247
附表 5 硫酸	236	附录 V 常见有机化合物的物理	
附表 6 硝酸	236	常数	248
附表 7 乙酸	237	附表 22 常见有机化合物的物理	
附表 8 磷酸	237	常数	248
附表 9 氢氧化钠溶液	238	附录 VI 常用有机试剂的纯化	255
附表 10 氢氧化钾溶液	238	附录 VII 主要基团的红外光谱特征	
附表 11 碳酸钠溶液	239	吸收峰	258
附表 12 碳酸钾溶液	239	附录 VIII 核磁共振谱中质子的化学	
附表 13 亚硝酸钠溶液	240	位移	269
附表 14 氯化钠溶液	240	附表 23 $\text{CH}_3, \text{CH}_2, \text{CH}$ 基团的	
附表 15 氯化钾溶液	240	化学位移(δ 值, TMS) ...	269
附录 III 水的饱和蒸气压	241	附表 24 与不饱和系统相连	
附表 16 水的饱和蒸气压	241	质子的化学位移	
附录 IV 共沸混合物	242	(δ 值, TMS)	271
附表 17 含水的二元共沸		附表 25 与芳香环和芳香杂环	
混合物	242	相连质子的化学位移	
附表 18 含醇的二元共沸		(δ 值, TMS)	272
混合物	244	附表 26 与 O, N, S 相连质子的化学	
附表 19 含羧酸的二元共沸混		位移(δ 值, TMS)	272
合物	246	附录 IX 常见有机化合物的紫外吸	
附表 20 含酯的二元共沸混		收峰	273
合物	246	附录 X 主要参考文献	274
附表 21 含水和醇的三元共沸混			

第 1 章 有机化学实验的一般知识

第 1 节 有机化学实验室规则

有机化学实验室常需要使用易燃、易爆、有毒和强腐蚀性试剂,因此易引发火灾、爆炸、中毒等事故。为了防止事故发生,保证有机化学实验课正常、安全地进行,保证实验课的教学质量,每一个在有机化学实验室进行实验的学生都必须遵守如下规则:

1. 牢固树立“安全第一”的思想,时刻注意实验室安全,确保教学工作紧张而有秩序的进行。
2. 熟悉实验室安全设施摆放的位置和使用方法;实验室器具不得挪作他用。
3. 实验前应充分预习有关实验内容及相关参考资料,了解实验中所用原料和试剂的性质及在实验中可能发生的故事,事先采取防范措施。写好实验预习报告,方可进行实验,未写预习报告或预习报告不符合要求者,不得进行实验。不得将实验书或讲义摆放在实验台上,边看实验书(讲义)边做实验。
4. 不得旷课,迟到。实验课要求提前 10 min 到位,并准备好实验所需的仪器。
5. 在实验室中要求戴安全防护眼镜,穿实验服做实验。不得赤脚、穿背心、穿拖鞋或露脚趾的凉鞋进入实验室。女同学应预先把头发扎好。离开实验室前应认真洗手。
6. 实验前应检查仪器是否完整无损。实验装置安装必须正确稳妥。严格遵守操作规程及控制实验条件,未经指导教师允许不得擅自改变试剂的用量、加料的次序和反应条件,以免发生意外。
7. 保持实验室及实验台整齐清洁,不得将与实验无关的仪器、杂品堆放在实验台上。
8. 禁止在实验室内吸烟、饮水或吃食物;不得在实验进行中看其他书籍,听广播、录音,会客,以及进行其他与实验无关的活动。
9. 实验进行中不得大声喧哗,不得随意离开操作位置,如需暂时离开,应委托有关同学帮助照看实验。
10. 认真做好实验,仔细观察实验现象和做好实验记录。实验报告要实事求是,按时完成,不得弄虚作假,随意修改实验数据。
11. 爱护公物。公共仪器、药品和工具,用毕要放回原处,不得私藏自用或带出实验室。损坏仪器要及时登记。药品取完后,及时将盖子盖好,保持药品台清洁。
12. 实验完毕应将仪器洗刷干净,并放到指定地点。擦净实验台,并关好水、电。
13. 废酸、废渣、玻璃碎片、废纸、火柴棒、沸石等均不得倒入水槽,以免腐蚀和堵塞下水道。
14. 值日生除负责打扫卫生外,还应当负责做好当天实验室的安全和整洁的最后检查工作。
15. 最后离开实验室者,应确认实验室的门、窗、水、电、通风橱均已关好后方可离开。
16. 需要重做实验时,由指导教师另行安排。
17. 非经教辅同意,不得进入仪器药品供应室。

第2节 有机化学实验室的安全知识

在实验中经常要使用有机试剂和溶剂,这些物质大多数都易燃、易爆,而且具有一定的毒性。虽然在选择安排实验内容时,已尽量选用低毒性的溶剂和试剂,但是当大量使用有机溶剂且操作不当时,对人体也会造成一定伤害,因此,防火、防爆、防中毒已成为有机化学实验中至关重要的问题。此外,还应注意安全用电,防止割伤和灼伤事故的发生。

1.2.1 眼睛的保护

在实验室中要戴上安全防护眼镜。因为实验过程中可能由于小小的疏忽而发生爆炸或反应过猛引起暴沸或因仪器清洗不慎等,造成玻璃碎片、化学药品溅入眼睛。因此戴上防护眼镜是保护眼睛最方便、最有效的措施。

注意!如有玻璃碎片进入眼睛,切勿用手搓揉,应用镊子小心取出或用水洗出。最好立即上医院治疗处理。

1.2.2 火灾及爆炸的预防

引起着火的原因很多,如用敞口容器加热低沸点的溶剂,加热方法不当等,均可引起着火。为了防止着火,实验中应注意以下几点:

1. 不能用敞口容器加热和放置易燃、易挥发的化学药品。应根据实验要求和物质的特性,选择正确的加热方法。
2. 易燃、易挥发的废物,不得倒入废液缸和垃圾桶中。量大时,应专门回收处理;量小时,可倒入水池用水冲走,但能与水发生猛烈化学反应的除外,如金属钠等。
3. 使用易燃易爆物品时,应严格按操作规程操作。
4. 在用玻璃仪器组装实验装置之前,要先检查玻璃仪器是否有破损。有破损的,禁止使用。
5. 常压操作时,不能在密闭体系内进行加热或反应,要经常检查反应装置是否与大气相通。
6. 减压蒸馏时,不能用平底烧瓶、锥形瓶、薄壁试管等不耐压容器作为接收瓶或反应瓶。
7. 无论是常压蒸馏还是减压蒸馏,均不能将液体蒸干,以免局部过热或产生过氧化物而发生爆炸。

1.2.3 火灾的处理

一旦发生着火,应沉着镇静,及时采取正确措施,控制事态的扩大。首先,立即切断电源,移走易燃物。然后,根据易燃物的性质和火势采取适当的方法进行灭火。有机化合物着火通常不用水进行灭火,因为一般有机化合物不溶于水且比水轻,火苗可随水四处流动,引起大面积火灾,或遇水可发生更强烈的反应而引起更大的事故。小火可用湿布或石棉布盖熄,火势较大时,应用适当的灭火器灭火。

常用灭火器有二氧化碳灭火器、四氯化碳灭火器、干粉灭火器及泡沫灭火器等。

目前实验室中常用的是干粉灭火器。使用时,拔出销钉,将出口对准着火点,将上手柄压下,干粉即可喷出。

二氧化碳灭火器也是有机化学实验室常用的灭火器。灭火器内存放着压缩的二氧化碳气体,适合在油脂、电器及较贵重的仪器着火时使用。

虽然四氯化碳灭火器和泡沫灭火器都具有较好的灭火性能,但四氯化碳在高温下能生成剧毒的光气,而且与金属钠接触会发生爆炸。泡沫灭火器会喷出大量的泡沫而造成严重污染,给后处理带来麻烦。因此,这两种灭火器一般不用。不管采用哪一种灭火器,都是从火的周围开始向中心扑灭。

地面或桌面着火时,还可用沙子覆盖灭火,但容器内着火不宜使用沙子灭火。

身上着火时,应就近在地上打滚(速度不要太快)将火焰扑灭。千万不要在实验室内乱跑,以免造成更大的火灾。

1.2.4 中毒的预防及处理

大多数化学药品都具有一定的毒性。中毒主要是通过呼吸道和皮肤接触有毒物品而对人体造成危害。因此预防中毒应做到:

1. 有毒的药品应由专人负责保管发放。操作者应严格按程序操作。实验后的有毒残渣必须作妥善而有效的处理,不准乱丢。
2. 有些有毒物质会渗入皮肤,因此在接触固体或液体有毒物质时,必须戴橡胶手套,操作后立即洗手。切勿让药品沾及五官或伤口。
3. 在反应过程中可能生成有毒或有腐蚀性气体的实验应在通风橱内进行。
4. 一般药品溅到手上,通常可用水和乙醇洗去。实验者若有中毒特征,应到空气新鲜的地方休息,最好平卧。出现其他较严重的症状,如斑点、头昏、呕吐时应及时送往医院治疗。

1.2.5 灼伤的处理

1. 取用有腐蚀性化学药品时,应戴上橡胶手套和防护眼镜。
2. 被酸或碱灼伤时,应立即用大量水冲洗;酸用1%碳酸钠溶液冲洗;碱则用1%硼酸溶液冲洗,最后再用水冲洗。严重者要消毒灼伤面,并涂上灼伤软膏,送医院治疗。
3. 被溴灼伤时,应立即用大量的水冲洗,再用酒精擦洗或用2%的硫代硫酸钠溶液洗至灼伤处呈白色,然后涂上甘油,敷上烫伤油膏。
4. 除钠等活泼金属外的任何药品溅入眼内,都要用大量水冲洗。冲洗后,如果眼睛仍未恢复正常,应马上送医院就医。

1.2.6 防割伤

有机化学实验中主要使用玻璃仪器。使用时,最基本的原则是:不能对玻璃仪器的任何部位施加过度的压力。

1. 需要用玻璃管和塞子连接装置时,用力处不要离塞子太远,尤其是插入温度计时,要特别小心。
2. 新割断的玻璃管断口处特别锋利,使用时,要将断口处用火烧至熔化,使其圆口。

发生割伤后,应将伤口处的玻璃碎片取出,再用生理盐水将伤口洗净,涂上红药水,用纱布包好伤口。若割破静(动)脉血管,流血不止时,应先止血。具体方法是:在伤口近心端约5~10 cm

处用绷带扎紧或用双手掐住,然后再进行处理或送往医院治疗。

1.2.7 用电安全

进入实验室后,首先应了解水、电、气的开关位置在何处,而且要掌握它们的使用方法。在实验中,应先将电器设备上的插头与插座连接好后,再打开电源开关。不能用湿手或手握湿物去插或拔插头。使用电器前,应检查线路连接是否正确,电器内外要保持干燥,不能有水或其他溶剂。实验做完后,应先关掉电源,再去拔插头。

1.2.8 实验室常用的急救药品

实验室应备有急救药品,如生理盐水、医用酒精、红药水、烫伤膏、1%~2%的乙酸或硼酸溶液、1%的碳酸氢钠溶液、2%的硫代硫酸钠溶液、甘油、止血粉、龙胆紫、凡士林等。还应备有镊子、剪刀、纱布、药棉、绷带等急救用具。

第3节 有机化学实验预习、实验记录和实验报告

有机化学实验课是一门综合性较强的理论联系实际的课程。它是培养学生实验操作技能和独立工作能力的重要环节。完成一份正确完整的实验报告,也是一次很好的训练过程。实验报告分三部分:实验前预习、实验中记录及实验后总结。

1.3.1 实验预习

为了使实验能够达到预期的效果,在实验之前必须做好充分的预习和准备。预习时除了要求仔细阅读实验内容、领会实验原理、了解有关实验步骤和注意事项外,还需要查阅有关化合物的物理常数并按要求在实验记录本上写出预习报告。预习报告内容主要包括以下几个部分:

1. 实验目的

写出本次实验要达到的主要目的。

2. 反应及实验操作原理

用反应式写出主反应、副反应、反应历程及实验操作原理。

3. 主要试剂和产物的物理常数

按下列表格填写主要试剂和产物的物理常数。

名称	相对分子质量	性状	折光率 n_D^{20}	相对密度 d_4^{20}	熔点/ $^{\circ}\text{C}$	沸点/ $^{\circ}\text{C}$	溶解度		
							水	乙醇	乙醚

4. 写出主要试剂的用量和规格

必须注明试剂的规格、质量(体积)和物质的量。

5. 正确且清楚地画出反应装置草图

6. 写出实验步骤

按下列表格要求,左边写出简单的实验步骤,右边记录实验现象。

实 验 步 骤	现 象

7. 粗产物纯化过程

用流程图画出粗产物的纯化过程及原理。

8. 防范措施和解决办法

对于所要做的实验中可能会出现的问题(包括安全和实验结果)要写出防范措施和解决办法。

1.3.2 实验记录

实验过程中应认真操作,仔细观察,积极思考,并将观察到的现象及测得的各种数据及时如实地记录于实验记录本中。记录本应是一装订本,不得用活页纸或散纸。记录必须完整,书写清楚了,以备事后自己或他人查阅和重复实验。

1.3.3 实验报告

实验报告是总结实验进行的情况,分析实验中出现的問題,整理归纳实验结果必不可少的基本环节。实验报告应包括实验目的,反应及实验操作原理,主要试剂和产物的物理常数,主要试剂的规格、用量,反应装置图,实验步骤和现象,产率的计算,粗产物纯化原理流程图,以及结果讨论等。

现举例说明实验报告的具体写法。

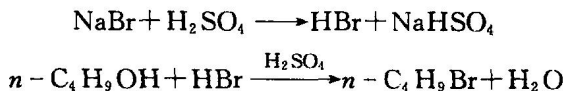
正溴丁烷的制备

一、实验目的

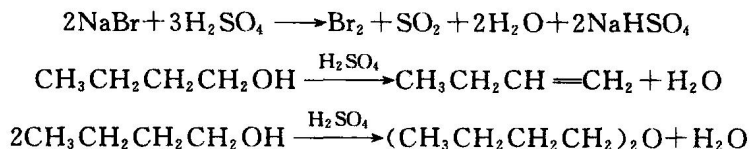
1. 学习由醇制备卤代烃的原理和方法。
2. 练习带有吸收有害气体装置的回流加热操作。
3. 巩固蒸馏操作;学习液体的洗涤、干燥等操作。
4. 学习液体有机化合物折光率的测定。

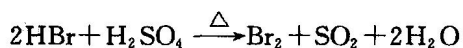
二、实验原理

主反应



副反应





萃取 萃取是利用化合物在两种不互溶的溶剂中溶解度的不同,使化合物从一种溶剂中转移到另一种溶剂中的方法。本实验利用分液漏斗达到萃取和洗涤的目的。

干燥 干燥法主要用于除去固体、液体或气体中的少量水分,本实验用干燥剂无水氯化钙去掉洗涤后体系中残留的少量水分。

三、主要试剂和产物的物理常数

名称	相对分子质量	性状	折光率 n_D^{20}	相对密度 d_4^{20}	熔点/ $^{\circ}\text{C}$	沸点/ $^{\circ}\text{C}$	溶解性		
							水	乙醇	乙醚
正丁醇	74.12	无色液体	1.399 3	0.809 8	-89.2	117.7	可溶	∞	∞
正溴丁烷	137.03	无色液体	1.439 8	1.299	-112.4	101.6	不溶	∞	∞

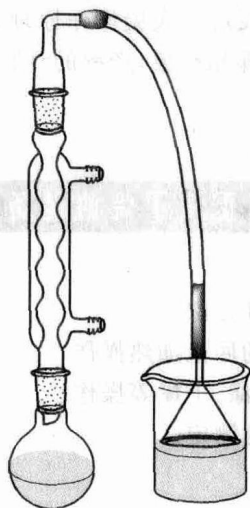
四、主要试剂用量及规格

正丁醇 8.1 g(10 mL, 109.3 mmol), 化学纯(CP)

溴化钠 13.6 g(132.2 mmol), 化学纯(CP)

浓硫酸 15 mL(26.7 g, 280.6 mmol), 化学纯(CP)

五、实验装置图



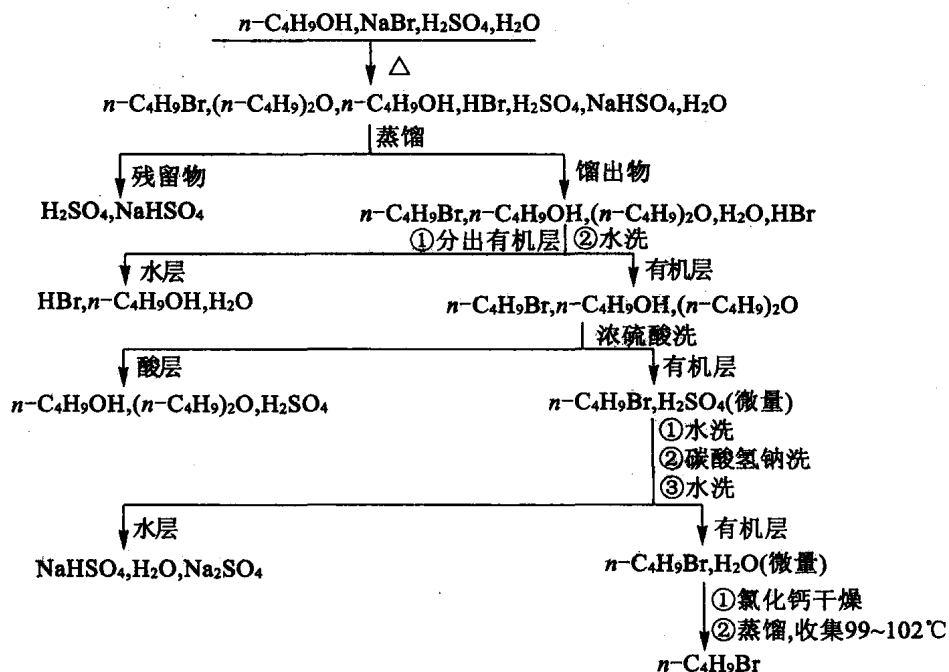
六、实验步骤与现象

步 骤	现 象
1. 于 100 mL 圆底烧瓶中依次加入 10 mL 水和 15 mL 浓硫酸, 摇匀并冷却至室温。	放热, 烧瓶烫手。
2. 加 10 mL 正丁醇及 13.6 g 溴化钠, 振摇, 加沸石。	溴化钠部分溶解, 瓶中出现白雾。

续表

步 骤	现 象
3. 如图安装好仪器,在电热套上小火加热回流 40 min。	沸腾回流,白雾增多,瓶中出现三层,随后上层增多,中层消失。
4. 稍冷,改成蒸馏装置,再加沸石,蒸出正溴丁烷和水。	馏出液起初浑浊,最后变清(无油珠,说明产物已全部蒸完)。同时圆底烧瓶上层液体逐渐消失。
5. 粗产物用 8 mL 水洗,换一干燥分液漏斗用 6 mL 浓硫酸洗涤后,再依次用 8 mL 水、8 mL 饱和碳酸氢钠溶液和 8 mL 水洗涤有机层。	产物在下层。 产物在上层,并由浊变清。 产物在下层。
6. 粗产物用无水氯化钙干燥。	稍摇并静置一段时间后,产物变清。
7. 滤去干燥剂。蒸馏,收集产品。	去掉前馏分,收集 99~102 °C 馏分。
8. 测定产物折光率。	$n_D^{20} = 1.4419$ 。
9. 称量。	产物净重 8 g,无色液体。

七、产品纯化流程图



八、产率计算

$$\text{产率} = \frac{8 \text{ g}}{15.1 \text{ g}} \times 100\% = 53\%$$

九、物理常数测试

名称	项目与测试	文献值	实测值	注
正溴丁烷	沸点, 常量法	101.6 °C	99~102 °C	
	折光率	$n_D^{20}=1.439\ 8$	$n_D^{20}=1.441\ 9$	

十、总结和讨论

(可根据自己在实验过程中对本次实验的理解和体会进行总结和讨论)

第4节 有机化学实验常用的工具书和文献简介

有机化学实验中,了解化合物的性状和物理常数,对于解释实验现象、预测实验结果,选择正确的方法和装置,保证实验顺利进行都是十分必要的。因此,实验者都要善于查阅手册、辞典和有关化学文献。现将最基本的常用辞典和手册简介如下:

1.4.1 工具书

1. 化工辞典,第四版,化学工业出版社,2000

这是一本综合性化工工具书,收集了有关化学和化工名词 16 000 余条,列出了无机化合物和有机化合物的分子式、结构式、基本的物理化学性质及有关数据,并有简要的制法和用途说明。正文前有汉字笔画检字索引和汉语拼音检字索引。该书反映了近 10 年来,尤其是改革开放以来我国化工领域的新进展和新成果。

2. 化工产品手册——有机化工原料,上、下册,化学工业出版社,1985

本书是《化工产品手册》丛书中的一套,选编了目前我国已生产的有机原料产品 750 余种。书中每个品种分别介绍原料名称、分子式、结构式、物理性质、产品质量、用途、生产工艺路线、消耗定额、毒性防护,以及包装贮运、生产厂家和价格等。

3. Handbook of Chemistry and Physics

本书是美国橡胶公司(CRC)出版的英文版化学与物理手册,它初版于 1913 年,每隔一两年再版一次。截止 1990 年已出到第 70 版。该书内容丰富,全书共分六大部分:① 数学用表;② 元素和无机化合物;③ 有机化合物;④ 普通化学;⑤ 普通物理常数;⑥ 其他。

4. The Merck Index

本书性质类似于《化工辞典》,但较详细。主要是有机化合物和药物。化合物的名称按英文字母顺序排列,包括分子式、结构式、物理常数、制备方法简介和文献。现已出至第 11 版。

5. Dictionary of Organic Compounds, 6th ed 1996

本套工具书共有 6.1 万多个基本有机化合物、有应用价值的化合物、实验室常用试剂和溶剂、重要天然产物和生物物质等,内容包括有机化合物的组成、分子式、结构式、来源、性状、物理常数、化学性质及其衍生物等,并绘出了制备该化合物的主要文献资料。各化合物按英文字母顺序排列。

6. Beilstein's Handbuch der Organischen Chemie(贝尔斯坦有机化学大全)