

Youji Huaxue Shíyàn

有机化学实验

尹文萱 王兴涌 祝木伟 编著

中国矿业大学出版社

China University of Mining and Technology Press

内 容 提 要

本书是按照教育部审定的高等学校化学化工类有机化学实验教学内容的要求编写的。全书分为有机化学实验基础知识、有机化学实验基本操作、光谱法鉴定有机化合物结构和有机化学反应与制备四个部分。有机化学反应与制备包括 54 个实验,重点介绍了一些有代表性的重要有机化学反应,还编入了部分近年来实验教学改革中形成的新的合成方法,如有机电解合成、相转移催化合成、光化学合成、生物催化的不对称合成、微波有机合成等;为适应“绿色大学”的需要,有些实验同时列出了常量、微量的实验方法。

本书将反应原理、合成与化合物的波谱解析、背景知识介绍、思考题及参考资料等内容融为一体,具有简明生动、趣味性和应用性等特点,可作为综合性大学、师范院校、工科大学的有机化学实验教材,也可供从事有机化学工作的研究人员参考。

图书在版编目(CIP)数据

有机化学实验/尹文萱,王兴涌,祝木伟编著. —徐州:

中国矿业大学出版社,2009.10

ISBN 978 - 7 - 5646 - 0423 - 3

I. 有… II. ①尹…②王…③祝… III. 有机化学—化学
实验—高等学校—教材 IV. O62-33

中国版本图书馆 CIP 数据核字(2009)第 139304 号

书 名 有机化学实验

编 著 尹文萱 王兴涌* 祝木伟

责任编辑 周 红 褚建萍

责任校对 何晓惠

出版发行 中国矿业大学出版社

(江苏省徐州市中国矿业大学内 邮编 221008)

营销热线 (0516)83885307 83884995

网 址 <http://www.cumtp.com> E-mail: cumtpvip@cumtp.com

排 版 徐州中矿大印发科技有限公司排版中心

印 刷 徐州中矿大印发科技有限公司

经 销 新华书店

开 本 787×960 1/16 印张 18.75 字数 357 千字

版次印次 2009 年 10 月第 1 版 2009 年 10 月第 1 次印刷

定 价 26.00 元

(图书出现印装质量问题,本社负责调换)

前 言

“有机化学实验”是“有机化学”课程的重要组成部分,这本《有机化学实验》教材是按照教育部审定的高等学校化学化工类有机化学实验教学内容的要求,以培养 21 世纪具有全面素质和创新能力的人才为目标,总结多年来的教学经验及我校的学科特色,参考近年来国内外出版的同类教材,编写了这本有机化学实验教材。

有机化学实验基础知识和基本操作是有机化学实验的重要组成部分,本书对实验方法和基本操作要点作了较为详尽的介绍。因为有机化学是一门实践性很强的学科,为了严格训练学生的基本操作,加深学生对操作原理和操作要点的理解和实践,本书在基本操作中编写了有机化学基本操作实验的示例。各校、各专业根据不同教学情况,可单独进行基本操作训练,或安排在相应的合成实验中进行。

目前大多数学校都备有色谱仪、红外光谱仪和核磁共振仪等现代分析仪器,谱学技术已成为分析和鉴定有机化合物的主要工具。本书除了介绍薄层色谱、柱色谱和纸色谱外,还着重介绍了气相色谱、液相色谱、红外光谱和核磁共振谱,并在典型的有机化合物合成实验中附有主要反应物和产物的红外光谱和核磁共振谱的谱图。

本书中的大多数合成实验是我们在多年来的教学实践和进行实验教学改革的基础上形成的。除了考虑到有代表性的、典型的有机化学反应外,还编入了部分近年来实验教学改革中形成的新的反应、新的方法。如有机电解合成、相转移催化合成、光化学合成、生物催化的不对称合成、微波有机合成等。本书还介绍了一些重要的有机化学人名反应及其相关背景知识,有助于拓宽学生的视野,激发学生学习有机化学实验的兴趣和热情。

考虑到微量反应技术在国内外基础实验教学中受到的关注和重视,可加强学生实验操作能力的培养和训练实验技巧,也考虑到建设“绿色大学”的需要,本书的部分实验既可以进行常量实验,也可以进行半微量、微量实验。此外,结合我们开展的有机化学文献实验教学改革,本书介绍了有机化学文献实验,重点介绍了一些国内外的文摘、手册、词典、实验教科书和红外光谱、核磁共振谱图集等文献的查阅方法。

书末附有一些常用的数据表,介绍了因特网上的有机化学网络资源,以供读者和学生查阅参考。

由于编者水平有限,本书的不当之处在所难免,恳请读者不吝赐教。

编 者

2009 年夏于中国矿业大学

目 录

第一章 有机化学实验基础知识	1
第一节 有机化学实验室守则	1
第二节 有机化学实验室的安全知识	2
第三节 有机化学实验要求	5
第四节 有机化学实验常用仪器和设备	8
第二章 有机化学实验基本操作	16
第一节 简单玻璃工操作	16
第二节 加热、冷却及搅拌	18
第三节 干燥和干燥剂	22
第四节 重结晶	26
第五节 升华	31
第六节 蒸馏	34
第七节 萃取	54
第八节 色谱技术	59
第九节 有机化合物物理常数的测定	79
第十节 无水无氧操作技术	87
第三章 光谱法鉴定有机化合物结构	91
第一节 红外光谱	91
第二节 核磁共振谱	98
第四章 有机化学反应与制备	104
第一节 卤代烃的制备	104
实验一 溴乙烷	105
实验二 正溴丁烷	107
第二节 醇的制备	110
实验三 苯乙醇	110
第三节 醚的制备	112

实验四 正丁醚	113
第四节 醛和酮的制备	115
实验五 苯乙酮	115
实验六 环己酮	118
第五节 羧酸及其衍生物的制备	120
实验七 苯甲酸	122
实验八 己二酸	124
实验九 邻氨基苯甲酸	127
实验十 肉桂酸	129
实验十一 乙酰水杨酸	132
实验十二 乙酸乙酯	136
实验十三 乙酸异戊酯	138
实验十四 邻苯二甲酸二正丁酯	140
实验十五 乙酰苯胺	142
实验十六 黄药的制备和性质	146
第六节 硝基化合物的制备	148
实验十七 硝基苯	149
第七节 胺的制备	151
实验十八 苯胺	151
第八节 杂环化合物的制备	154
实验十九 2,4-二甲基-3,5-二乙氧羰基吡咯	154
实验二十 喹啉	155
实验二十一 6-甲基-8-硝基喹啉	158
第九节 狄尔斯-阿耳德(Diels-Alder)反应	158
实验二十二 3,6-内氧桥-1,2,3,6-四氢苯-1,2-二甲酸酐	159
实验二十三 3,6-二苯基-4-环己烯二甲酸酐	161
第十节 傅列德尔-克拉夫茨(Friedel-Crafts)反应	163
实验二十四 二苯甲酮	165
实验二十五 4-正戊酰基联苯	167
实验二十六 4-正戊基联苯(液晶中间体)的合成	168
第十一节 格利雅(Grignard)反应	173
实验二十七 2-甲基-2-己醇	175
实验二十八 2-甲基-2-丁醇	177
实验二十九 二茂铁	180

实验三十 正丁基锂	182
第十二节 维蒂希(Wittig)反应	184
实验三十一 <i>E,E</i> -1,4-二苯基-1,3-丁二烯	186
第十三节 重氮化反应	189
实验三十二 对氯甲苯	190
实验三十三 甲基红	193
第十四节 坎尼扎罗(Cannizzaro)反应	194
实验三十四 呋喃甲酸和呋喃甲醇	196
实验三十五 苯甲醇和苯甲酸	198
第十五节 外消旋化合物的拆分	201
实验三十六 (±)- α -苯乙胺的拆分	202
第十六节 天然有机化合物的提取	203
实验三十七 从茶叶中提取咖啡因	204
实验三十八 绿色植物色素的提取及色谱分离	207
实验三十九 从麻黄草中提取麻黄碱	209
第十七节 有机电解合成	213
实验四十 碘仿(消毒剂)	214
实验四十一 二十六烷	216
第十八节 相转移催化合成	218
实验四十二 (±)-苯乙醇酸(扁桃酸)	219
实验四十三 2,4-二硝基苯磺酸钠	222
第十九节 光化学合成	223
实验四十四 苯片呐醇	224
实验四十五 鲁米诺(Luminol)化学发光剂	227
第二十节 高压反应	229
实验四十六 间-氨基苯磺酸	231
实验四十七 对-硝基苯酚	233
实验四十八 氯化肉桂酸	235
第二十一节 生物有机合成	238
实验四十九 安息香的辅酶合成	239
实验五十 (+)-(S)-3-羟基丁酸乙酯	242
实验五十一 面包酵母催化不对称合成苯乙醇	244
第二十二节 微波催化有机合成	246
实验五十二 苯甲酸(微波)与苯甲酸乙酯(微型)的制备	247

实验五十三 微波常压法合成正丁醚	251
实验五十四 微波合成苯甲酸甲酯	252
第二十三节 有机化学文献实验	253
附录	270
附录 1 常用元素相对原子质量表	270
附录 2 常用酸碱溶液相对密度及组成表	270
附录 3 有机化学文献和手册中常见的英文缩写	273
附录 4 常用溶剂和特殊试剂的纯化	277
附录 5 危险化学试剂的使用知识	284
附录 6 Internet 有机化学资源	288
参考文献	290

第一章 有机化学实验基础知识

第一节 有机化学实验室守则

有机化学实验教学的目的是使学生掌握有机化学实验的基本技能和基础知识,验证有机化学中所学的理论,培养学生正确选择有机化合物的合成、分离与鉴定的方法以及分析和解决实验中所遇到问题的能力。同时它也是培养学生严格认真的科学态度和良好工作习惯的一个重要环节。为了保证有机化学实验课正常、有效、安全地进行,保证实验课的教学质量,学生必须遵守下列守则:

(1) 在进入有机化学实验室之前,必须认真阅读本章内容,了解进入实验室后应注意的事项及有关规定。每次做实验前,须认真预习有关实验的内容及相关的参考资料,写好实验预习报告。没有达到预习要求者,不得进入实验室进行实验。

(2) 每次实验,先将实验仪器装置按自下而上、从左到右的顺序搭好,经指导老师检查合格后,方可进行下一步操作。在操作前,想好每一步操作的目的、意义,实验中的关键步骤及难点,了解所用药品的性质。

(3) 实验中严格按操作规程操作,如要改变,必须经指导老师同意。实验中要认真、仔细观察实验现象,如实做好记录。实验完成后,由指导老师登记实验结果,并将产品回收统一保管。记录本须经指导教师签字。

(4) 在实验过程中,不得大声喧哗,不得擅自离开实验室。不能穿拖鞋、背心等暴露过多的服装进入实验室,实验室内不准吸烟和饮食。

(5) 在实验过程中须保持实验室的环境卫生。公用仪器用完后,放回原处,并保持原样。

(6) 实验结束后,将个人实验台面打扫干净,仪器洗、挂、放好,拔掉电源插头。经指导老师检查后方可离开实验室。

(7) 值日生的职责是整理公用仪器,打扫实验室,清倒废物缸,并协助实验室管理人员检查水、电、气及门窗是否关闭。

第二节 有机化学实验室的安全知识

在有机化学实验中,经常使用易燃有机试剂和溶剂,如乙醚、丙酮、乙醇和苯等;易燃易爆的气体 and 药品,如氢气、乙炔和金属有机试剂等;有毒药品,如氰化钠、硝基苯、甲醇和某些有机磷化合物等;有腐蚀性的药品,如氯磺酸、浓硫酸、烧碱和溴等。这些试剂和药品若使用不当,就有可能产生火灾、爆炸、烧伤、中毒等事故。因此,防火、防爆、防中毒已成为有机实验中的重要问题。同时,还应注意安全用电,防止割伤和灼伤等事故的发生。

一、防火

引起着火的原因很多,如用敞口容器加热低沸点的溶剂,加热方法不正确等,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性质,选择正确的加热方法。如对沸点低于 $80\text{ }^{\circ}\text{C}$ 的液体,在蒸馏时,应采用水浴,不能用明火直接加热。

(2) 尽量防止或减少易燃物气体的外逸。在实验中处理和使用易燃有机溶剂时,应远离明火,注意室内通风,及时将蒸气排出。

(3) 易燃有机溶剂在室温时即具有较大的蒸气压。空气中混杂易燃有机溶剂的蒸气达到某一极限时,遇明火即发生燃烧爆炸。而且,有机溶剂蒸气都比空气的密度大,会沿着桌面或地面漂移至较远处,或沉积在低洼处。因此,易燃、易挥发的废物,不得倒入废液缸和垃圾桶中。

(4) 实验室不得存放大量易燃、易挥发性物质。

(5) 有煤气的实验室,应经常检查管道和阀门是否漏气,并使之保持完好。

防火的基本原则是使火源与易燃的有机溶剂尽可能离得远些,尽量不用明火直接加热。但一旦发生着火,应沉着镇静地及时采取正确措施,防止事故的扩大。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扑救。有机物着火通常不用水进行扑救,因为一般有机物不溶于水或遇水可能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盖熄,火势较大时,应用灭火器扑救。

常用灭火器有二氧化碳、四氯化碳、干粉及泡沫等灭火器。

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实验常用的灭火器。它的钢筒内存放着压缩的二

氧化碳气体,适用于油脂、电器及较贵重的仪器着火时使用。

虽然四氯化碳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,还可用沙子扑救,但容器内着火不易使用沙子扑救。

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。

二、防爆

在有机化学实验室中,发生爆炸事故一般有以下两种情况:

(1) 某些化合物容易发生爆炸,如过氧化物、芳香族多硝基化合物等,在受热或受到碰撞时,均会发生爆炸。含过氧化物的乙醚在蒸馏时,也有爆炸的危险。乙醇和浓硝酸混合在一起,会引起极强烈的爆炸。

(2) 仪器安装不正确或操作不当时,也可引起爆炸。如蒸馏或反应时实验装置被堵塞,减压蒸馏时使用不耐压的仪器等。

为了防止爆炸事故的发生,应注意以下几点:

(1) 使用易燃易爆物品时,应严格按操作规程操作,要特别小心。

(2) 反应过于猛烈时,应适当控制加料速度和反应温度,必要时采取冷却措施。

(3) 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。

(4) 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被堵塞。如发现堵塞应停止加热或反应,将堵塞排除后再继续加热或反应。

(5) 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。

(6) 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。

三、防中毒

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) 预先查阅有关资料,对所使用的试剂的毒性有尽可能详尽的了解。本书附录4中列出了一些常用药品的毒性特征,可供参考。

(2) 称量药品时应使用工具,不得直接用手接触,尤其是有毒性的化学药

品。做完实验后,应洗手后再吃东西。任何药品不能用嘴尝。

(3) 使用和处理有毒或腐蚀性物质时,应在通风柜中进行或加气体吸收装置,并戴好防护用品。尽可能避免蒸气外逸,以防造成污染。

如果已经发生了中毒事故,应区别不同情况分别处理:

(1) 腐蚀性毒物:对于强酸,先饮大量水,然后服用氢氧化铝膏、鸡蛋白;对于强碱,也应先饮大量水,然后服用醋、酸果汁、鸡蛋白;不论酸或碱中毒皆再灌注鲜牛奶,不要吃呕吐剂。

(2) 刺激性及神经性毒物:先给中毒者饮用牛奶或鸡蛋白使之立即冲淡和缓解,再用硫酸镁(约 30 g 溶于一杯水中)催吐。

不论何种情况,都应让中毒者及时离开现场,到通风好的地方,严重者应及时送医院治疗。

四、防灼伤

强酸、强碱或腐蚀性物质沾及皮肤后均可能造成灼伤。为避免灼伤,在接触这些物质时,最好戴橡胶手套和防护眼镜。发生灼伤时应按下列要求处理:

(1) 被碱灼伤时,先用大量的水冲洗,再用 1%~2% 的乙酸或硼酸溶液冲洗,然后再用水冲洗,最后涂上烫伤膏。

(2) 被酸灼伤时,先用大量的水冲洗,然后用 1% 的碳酸氢钠溶液清洗,最后涂上烫伤膏。

(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,然后涂上甘油或鱼肝软膏加以按摩。

(4) 被热水烫伤后一般在患处涂上红花油,然后涂烫伤膏。

(5) 以上这些物质一旦溅入眼睛中,应立即用大量清水冲洗,并及时去医院治疗。

五、防割伤

有机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,使其成圆滑状。

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:在伤口上方约 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。

为处理事故需要,实验室应备有急救箱,配备一些急救药品,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。

六、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。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。

第三节 有机化学实验要求

有机化学实验是一门综合性较强的理论联系实际的课程。这是培养学生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。

一、实验预习

实验预习是有机化学实验的重要环节,对实验成功与否、收获大小起着十分关键的作用。实验预习的具体内容包括:

- (1) 实验目的:写出本次实验要达到的主要目的。
- (2) 反应和操作原理:用反应式写出主反应及副反应,并写出反应机理,简单叙述操作原理。
- (3) 实验用的仪器和药品:包括仪器的规格、型号、数量,并按报告要求填写主要试剂及产物的物理和化学性质。
- (4) 画出主要反应的仪器装置图,并标明仪器名称。
- (5) 画出反应和产品纯化过程的流程图。
- (6) 操作步骤和现象。

预习时,应想清楚每一步操作的目的是什么,为什么这么做,要弄清楚本次实验的关键步骤和难点,实验中存在哪些安全问题。预习是做好实验的关键,只有预习好了,实验时才能做到又快又好。

二、实验记录

实验记录是科学研究的第一手资料,实验记录的好坏直接影响对实验结果的分析。因此,学会做好实验记录也是培养学生科学作风及实事求是精神的一个重要环节。记录时,要与操作步骤一一对应,内容要简明扼要、条理清楚。记录直接写在预习报告本上,不能随便记在一张纸上。

三、实验报告

实验报告就是在实验完成之后,对实验进行总结,即讨论观察到的实验现象;分析实验中出现的问题和解决的办法;整理归纳实验数据;写出做实验的体会;对实验提出建设性的建议等。这是完成整个实验的又一个重要环节。

一份完整的实验报告可以充分体现学生对实验理解的深度、综合分析问题和解决问题的能力及文字表达的能力。实验报告的内容大致可分7~8项,以乙酸正丁酯的合成为例。

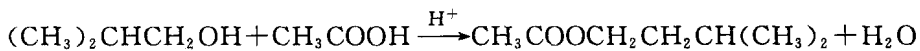
乙酸异戊酯的合成

一、实验目的

- (1) 了解酯化反应的原理及合成方法。
- (2) 学习萃取原理及操作(分液漏斗的使用)。
- (3) 学习干燥原理及操作。
- (4) 熟悉分水器的使用。

二、反应原理与操作

反应式:



本实验利用反应体系本身生成共沸混合物这一特点,将生成的水从反应体系中分离出来。为了达到这一目的,在实验中采用了分水器。

三、仪器与药品

梨形分液漏斗,球形冷凝器,圆底烧瓶,分水器;异戊醇 6 mL(0.055 mol),冰醋酸 4 mL(0.07 mol),硫酸。

四、主要试剂、产物的物理和化学性质

主要试剂、产物的物理和化学性质见表 1-1。

表 1-1

名称	相对分子质量	折射率 n_D^{20}	相对密度 d_4^{20}	沸点/ ℃	熔点/ ℃	溶解度/ (g/100 mL)			投加量	摩尔数 /mol	理论 产量
						水	醇	醚			
异戊醇	88.15	1.399 3	0.816 8	132.2	-117.2	溶	溶	溶	4.1 g (或 5 mL)	0.054	
冰乙酸	60.5	1.371 6	1.049 2	117.9	16.5	溶	溶	溶	3.7 g (或 3.5 mL)	0.061	
硫酸	98.08		1.84 (98%)	338	10.36	溶	溶		1~3 滴		
乙酸异戊酯	130.19	1.394 7	0.878 2	142~ 143		微	溶	溶			7.16 g

五、仪器装置图

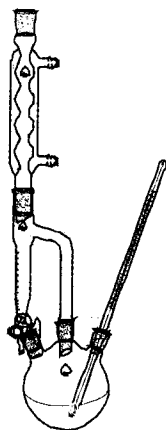


图 1-1 实验装置

六、实验步骤与现象

操作步骤(预习部分)	实验记录(现场部分)	现象解释(课后总结)
按图 1-1 将实验装置搭好。在分水器一端做好记号,加水至标记处。 在 100 mL 三口烧瓶中加入 6 mL 异戊醇,4 mL 冰乙酸,边摇边滴加 2 滴浓硫酸,加入 2 粒沸石,装好温度计,开始加热。温度控制在 80 °C 以下反应 10 min,然后提高温度使其回流。当体系中无水穿行时可停止加热,约 15 min。待溶液冷却后,将体系中分出来的水倒回反应瓶中与反应液一起分液。 先将下层水分出,然后用 10 mL 10 %碳酸氢钠水溶液洗涤,测 pH 值。再用 10 mL 水洗涤一次,分出水层。 将有机层倒入一个干燥并且干净的锥形瓶中,加入少量无水硫酸镁进行干燥,约 10~15 min。 搭好蒸馏装置,将滤去干燥剂的粗产品加入蒸馏瓶中,加入 2 粒沸石,装好温度计,开始加热。收集 142~145 °C 之间的馏分。	按图 1-1 搭好装置,做好标记,加水至标记处。 加入反应原料:异戊醇 6 mL,冰乙酸 4 mL,均为无色液体,浓硫酸 1 滴,略带黄色,此时反应液为黄色。加沸石 2 粒。温度计装好后开始加热。 温度控制在 70~80 °C 之间反应 10 min 后,提高温度使体系回流,分水器另一侧有明显水珠穿行,10 min 后无水珠穿行,再加热约 5 min,停止加热。此时温度为 130 °C,分出水 1 mL。将分出来的水倒入分液漏斗中,分出下层水溶液, pH = 1。用 10 mL 10 %碳酸氢钠水溶液洗涤后,有机相 pH = 7。10 mL 水洗涤一次,水相 pH = 7。分出水层,有机层进行干燥。 加入干燥剂约 0.2 g,可见悬浮固体,干燥剂结块,再加入干燥剂 0.2 g,可见悬浮干燥剂存在。静置约 10 min。 常压蒸馏纯化产品,收集 142~145 °C 之间馏分,得产品 5.74 g。产品为无色透明液体,略有香味。	浓硫酸长期放置易被空气氧化,使其带有颜色。 由于水与产物和反应物不互溶,而且水的密度大,而使水通过有机层落入水层。 说明溶液已被中和。 有悬浮干燥剂存在,说明干燥剂用量已够。

七、结果与讨论

产品产率的计算: $\frac{5.74}{7.16} \times 100\% = 80.16\%$

乙酸异戊酯:142~143 °C(文献值);142~145 °C(实测值)。

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)。

第四节 有机化学实验常用仪器和设备

了解有机化学实验常用仪器和设备的性能,正确掌握实验所用仪器和设备的使用方法,是对每一个实验者最基本的要求。

一、玻璃仪器

有机化学实验中使用最多的仪器是玻璃仪器。玻璃仪器一般是由软质或硬质玻璃制作而成的。软质玻璃耐温、耐腐蚀性较差,但是价格便宜,因此,一般用它制作的仪器均不耐温,如普通漏斗、量筒、吸滤瓶、干燥器等。硬质玻璃具有较好的耐温和耐腐蚀性,制成的仪器可在温度变化较大的情况下使用,如烧瓶、烧杯、冷凝器等。

玻璃仪器一般分为普通玻璃仪器、标准磨口玻璃仪器和非标准磨口玻璃仪器三种。实验室常用的普通玻璃仪器有非磨口锥形瓶、烧杯、布氏漏斗、吸滤瓶、普通漏斗、分液漏斗等,见图 1-2(a)。常用的标准磨口仪器圆底烧瓶、三口瓶、蒸馏头、冷凝器,接收管等的具体形状见图 1-2(b)。玻璃仪器用途见表 1-1。

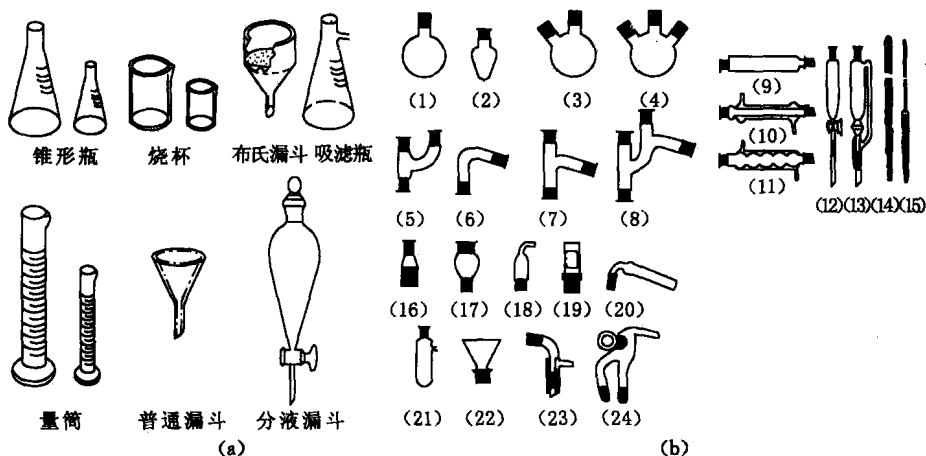


图 1-2 玻璃仪器

(a) 常用普通玻璃仪器; (b) 常用标准磨口仪器

- (1) 圆底烧瓶; (2) 梨形瓶; (3) 两口瓶; (4) 三口瓶; (5) Y 形管; (6) 弯头; (7) 蒸馏头; (8) 克氏蒸馏头; (9) 空气冷凝管; (10) 直形冷凝管; (11) 球形冷凝管; (12) 滴液漏斗; (13) 恒压滴液漏斗; (14) 温度计; (15) 温度计; (16) 大小口接头; (17) 大小口接头; (18) 导气管; (19) 塞; (20) 干燥管; (21) 吸滤管; (22) 吸滤漏斗; (23) 单股接管; (24) 双股接管

标准磨口仪器根据磨口口径分为 10、14、19、24、29、34、40、50 等号。相同编号的子口与母口可以连接。当用不同编号的子口与母口连接时,中间可加一个大小口接头。

表 1-2 有机化学实验常用仪器的应用范围

仪器名称	应用范围	备 注
圆底烧瓶	用于反应,回流加热及蒸馏	
三口圆底烧瓶	用于反应,三口分别安装电搅拌器、回流冷凝管及温度计等	
冷凝管	用于蒸馏和回流	
蒸馏头	与圆底烧瓶组装后用于蒸馏	
单股接收管	用于常压蒸馏	
双股接收管	用于减压蒸馏	
分馏柱	用于分馏多组分混合物	
恒压滴液漏斗	用于反应体系内有压力使液体顺利滴加	
分液漏斗	用于溶液的萃取及分离	也可用于滴加液体
锥形瓶	用于储存液体,混合溶液及加热少量溶液	不能用于减压蒸馏
烧杯	用于加热溶液,浓缩溶液及用于溶液混合和转移	
量筒	量取液体	切勿用火直接加热
吸滤瓶	用于减压过滤	不能用火直接加热
布氏漏斗 (Buchner funnel)	用于减压过滤	磁质
磁板漏斗 (Hirsch funnel)	用于减压过滤	磁质,磁质板为活动圆孔板
熔点管 (Thiele tube)	用于测熔点	内装石蜡油、硅油或浓硫酸
干燥管	装干燥剂,用于无水反应装置	

所有玻璃仪器使用时都应注意以下几点:① 使用时,应轻拿轻放,安装松紧适度;② 除试管外一般不能用明火直接加热,加热时应垫石棉垫;③ 不能用高温加热不耐温的玻璃仪器,如吸滤瓶、普通漏斗、量筒等;④ 玻璃仪器使用完后,应及时清洗干净,特别是标准磨口仪器放置时间太久,容易黏结在一起,很难拆开。如果发生此类情况,可用热水煮黏结处或用热风吹母口处,使其膨胀而脱落,还可用木槌轻轻敲打黏结处;⑤ 带旋塞或具塞的仪器清洗后,应在塞子和磨口接触处夹放纸片或涂抹凡士林,以防黏结;⑥ 标准磨口仪器磨口处要干净,不得粘有固体物质。清洗时,应避免用去污粉擦洗磨口,否则,会使磨口连接不紧密,甚至会损坏磨口;⑦ 安装仪器时,应做到横平竖直,磨口连接处不应受歪斜