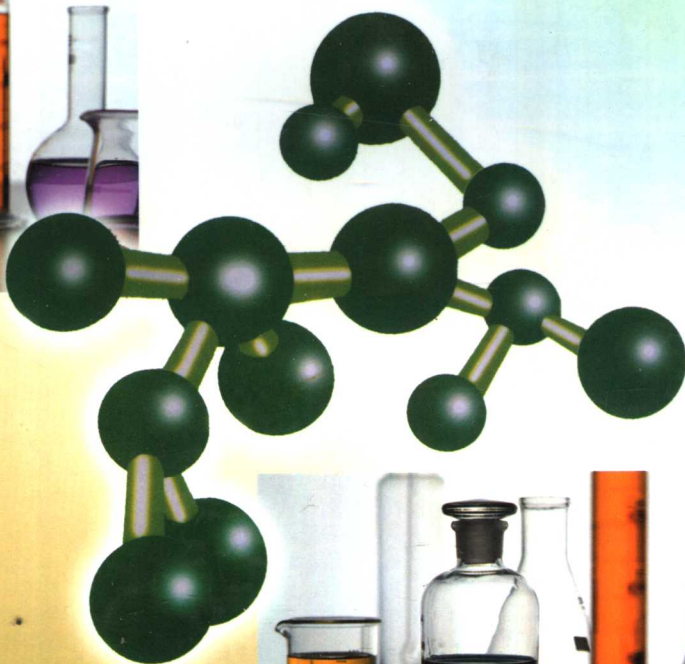


有机化学实验

廖蓉苏 丁来欣 主 编
李进民 陈彩萍 副主编



中国林业出版社

有机化学实验

廖蓉苏 丁来欣 主 编
李进民 陈彩萍 副主编

图书在版编目 (CIP) 数据

有机化学实验/廖蓉苏, 丁来欣主编. —北京: 中国林业出版社, 2004.7
ISBN 7-5038-3819-1

I. 有… II. ①廖…②丁… III. 有机化学-化学实验-高等学校-教材
IV. 062-33

中国版本图书馆 CIP 数据核字 (2004) 第 068774 号

出版 中国林业出版社 (100009 北京西城区刘海胡同 7 号)

E-mail cfphz@public.bta.net.cn 电话 66184477

发行 中国林业出版社

印刷 北京林业大学印刷厂

版次 2004 年 7 月第 1 版

印次 2004 年 7 月第 1 次

开本 787mm×1092mm 1/16

印张 8

字数 180 千字

印数 1~5000 册

定价 12.80 元

前 言

本教材是以“高等农林院校化学系列课程面向 21 世纪教学内容和课程体系改革”项目组(1997~2000)拟定的化学实验课基本要求为依据,结合编者多年来在有机化学实验教学中的实践和探索,并汲取国内外有关实验教材之所长编写的,可作为“面向 21 世纪课程教材”《有机化学》(第 2 版)(2003 年,中国林业出版社)的配套教材使用。

鉴于目前许多学校已将有机化学实验独立设课,教材适当增加了有机化学实验基本理论和基本知识的介绍,以加强学生对有机化学实验的理解和认识。教材对实验的基本操作和实验中容易出现错误的地方,都作了比较详细的说明。考虑到农林院校有机化学实验课的学时限制,本教材没有单独安排基本操作训练实验,而是将其融入在有机化合物制备和提取分离实验中,在书后附录中列出了“实验操作一览表”,可供选择实验内容时使用。

教材在实验内容的编选上,遵循少而精,精而新的原则,适当压缩了性质实验,保留了具有代表性的典型有机合成反应,增加了多步有机合成反应和综合性、设计性实验。在保证有机化学实验科学性和系统性的同时,结合农林院校的专业特点,加强实验内容的实用性,力求贴近社会与生活。此外,对于实验的安全性和环境污染等问题也作了必要的考虑。合成实验以少量、半微量实验为主,常量操作的投料量和应注意的问题都放在实验注释中加以说明。

由于近年来教学仪器设备的更新速度较快,一些新型仪器设备不断用于有机化学实验。为了让学生了解并掌握其使用方法,在教材中对部分新型常用仪器,如显微熔点测定仪、单镜筒阿贝折射仪等作了必要的介绍。

色谱和波谱技术是有机化学分离、分析和结构鉴定的重要手段。为了拓展学生的知识面、了解学科的发展,除柱色谱、薄层色谱和纸色谱外,还适当增加了气相色谱、液相色谱、紫外和红外光谱知识介绍,并在部分合成实验中安排了色谱或光谱测定内容,在书后附录里列有教材中全部合成产物的红外光谱图,可供有条件的院校选用。

总体上,教材内容在编写时力求具有一定的深度和广度,同时又保持了一定的灵活选择余地。考虑到各学校实验课时的不同和对实验要求的差异,在满足多学时较深层次有机化学实验课使用的同时,又可以将部分综合性实验拆开,供少学时的有机化学、仪器分析和植物化学等实验课选用。本教材除可供高等农林院校本科专业使用外,也可供其他普通高校相关专业选用。

本教材由北京林业大学廖蓉苏、丁来欣任主编,并对所有实验进行了复核;由山西大同大学李进民、山西师范大学陈彩萍任副主编。参加实验复核工作的还有北京林业大学化学教研室杨今朝、刘松、陈媛梅、冉红涛,山西师范大学董胜利等。全书由廖蓉苏定稿,杨涵贞教授主审。

因编者水平有限,书中难免有欠妥和错误之处,恳请读者批评指正。

编 者
2004 年 6 月

目 录

第 1 章 有机化学实验的一般知识	(1)
§ 1.1 有机化学实验室规则	(1)
§ 1.2 有机化学实验室安全知识	(1)
§ 1.3 常用玻璃仪器简介	(3)
§ 1.4 玻璃仪器的洗涤和干燥	(7)
§ 1.5 实验预习、实验记录和实验报告	(7)
第 2 章 有机化学实验的基本操作和实验技术	(11)
§ 2.1 瓶塞的选用和打孔	(11)
§ 2.2 简单玻璃工操作	(12)
§ 2.3 加热与冷却	(14)
§ 2.4 重结晶和过滤	(15)
§ 2.5 升 华	(19)
§ 2.6 蒸 馏	(20)
§ 2.7 分 馏	(22)
§ 2.8 减压蒸馏	(24)
§ 2.9 水蒸气蒸馏	(26)
§ 2.10 干燥与干燥剂	(28)
§ 2.11 萃 取	(31)
§ 2.12 柱色谱	(34)
§ 2.13 薄层色谱	(35)
§ 2.14 纸色谱	(38)
§ 2.15 气相色谱	(39)
§ 2.16 高效液相色谱	(40)
§ 2.17 紫外-可见光谱	(42)
§ 2.18 红外光谱	(43)
第 3 章 有机化合物物理常数的测定	(46)
实验 1 熔点的测定	(46)
实验 2 沸点的测定	(49)
实验 3 折射率的测定	(50)
实验 4 旋光度的测定	(53)
第 4 章 有机化合物性质实验	(56)
实验 5 醇、酚、醛、酮的性质	(56)
实验 6 羧酸、取代酸及羧酸衍生物的性质	(58)

实验 7 糖类化合物的性质	(60)
实验 8 蛋白质的性质	(62)
第 5 章 有机化合物的制备	(65)
实验 9 无水乙醇的制备	(65)
实验 10 乙酸乙酯的制备	(66)
实验 11 乙酰苯胺的制备	(68)
实验 12 正溴丁烷的制备	(71)
实验 13 己二酸的制备	(73)
实验 14 甲基橙的制备	(75)
实验 15 乙酰水杨酸的制备	(78)
实验 16 2-乙基-2-己烯醛的制备	(79)
实验 17 苯佐卡因的制备	(81)
实验 18 2-甲基-2-己醇的制备	(84)
实验 19 羧甲基纤维素钠的制备	(86)
实验 20 双酚 A 的合成	(87)
实验 21 植物生长调节剂 2,4-D 的合成	(88)
实验 22 有机农药——杀螨酯的合成	(89)
第 6 章 有机化合物的提取和分离	(91)
实验 23 乙醇的蒸馏与分馏	(91)
实验 24 油脂的提取	(92)
实验 25 水蒸气蒸馏提取八角茴香油	(93)
实验 26 从茶叶中提取咖啡因	(95)
实验 27 虎杖中大黄素的提取与分离	(96)
实验 28 柱色谱法分离混合染料	(98)
实验 29 薄层色谱法分离糖类	(100)
实验 30 菠菜中色素的提取及色谱分离	(102)
实验 31 从奶粉中分离酪蛋白、乳糖和脂肪	(103)
实验 32 从黄连中提取黄连素	(105)
附录 1 常用元素相对原子质量表	(107)
附录 2 实验中部分化合物与试剂的物理常数	(107)
附录 3 常用酸、碱溶液的相对密度及百分组成表	(108)
附录 4 关于有毒化学药品的知识	(111)
附录 5 实验基本操作一览表	(113)
附录 6 部分实验试剂的配制方法	(114)
附录 7 有机化学实验常用工具书	(115)
附录 8 部分合成产物的红外光谱	(116)
参考文献	(119)

第1章 有机化学实验的一般知识

§ 1.1 有机化学实验室规则

有机化学是一门实验性很强的科学,有机化学实验是有机化学的重要组成部分。做好有机化学实验是学习有机化学不可缺少的重要环节。通过实验课的学习,能够使学生掌握有机化学实验的基本知识和基本技能,加深对理论知识的理解,提高学生观察分析、归纳总结和解决问题的能力,培养理论联系实际、实事求是的优良作风。

有机化学实验所用的药品种类很多,而且多数药品是易燃易爆,有毒或具有腐蚀性的物质。为了保证实验安全、正常地进行和培养良好的实验习惯,上实验课时学生必须遵守下列实验室规则:

(1)进入实验室前,必须对所做的实验内容认真预习,作好预习笔记,这样才能保证实验的顺利进行和从实验中学到更多的知识。

(2)进入实验室,首先要熟悉实验室及周围的环境,熟悉电源总闸、灭火器材、通风设备开关的位置和使用方法,了解实验室安全知识,以便安全地进行实验和及时处理意外事故。

(3)实验时要思想集中,认真操作,仔细观察,积极思考,如实地记录实验操作步骤和实验现象,要按照实验指导书和实验操作规程进行实验,不随意更改药品用量、实验条件或步骤。不得擅自离开岗位,不做与实验无关的事情,保持实验台面整洁和实验室安静。如果发生安全事故,要镇静,及时采取相应措施并立即报告指导教师及实验室管理人员。实验结束后,应妥善保存实验记录,并根据原始记录及时写出实验报告。

(4)药品用完后要立即盖好瓶盖。不要将未用完的药品倒回试剂瓶中,以免污染整瓶试剂,使其不能再用。

(5)严禁在实验室内吸烟及饮食。保持实验台面、地面、水槽、仪器的清洁,暂时不用的仪器不要放在台面上。废酸应倒入废酸瓶内。废液应倒入指定的废液缸内。残渣、滤纸等固体废物要放入垃圾筒内,不能将废物扔入水槽,以免堵塞下水管道。

(6)爱护仪器,节约水、电和药品。如果损坏仪器,要及时报告,并填写仪器破损记录。

(7)实验完毕,应及时清洗仪器,放回原处。清理实验台面,处理废物,拔掉电源插头,由指导教师检查、签字后方可离开实验室。值日生负责整理公用仪器和试剂,打扫整个实验室卫生,最后关闭公用电器开关和电源总闸,关闭水龙头、煤气开关和门、窗。

§ 1.2 有机化学实验室安全知识

有机化学实验中常要使用具有毒性、易燃易爆和腐蚀性的药品,以及各种玻璃仪器和电

器设备,因此,实验室的安全就非常重要。只有认真预习实验,了解药品性质和仪器性能,遵守操作规程,掌握事故的预防和处理方法,才能预防和避免事故的发生。下面介绍实验室常见事故的预防及处理措施。

一、防火防爆

1. 防火

(1)有机溶剂多数是易燃的,因此防火的基本原则是,溶剂尽量远离火源。盛有易燃有机物的容器不能靠近火源,尤其是在反应中转移易燃有机溶剂时要暂时熄火并移走火源;不能用敞口容器存放和加热易燃易挥发性溶剂;不能用明火加热易燃有机物,特别是沸点较低的有机溶剂。

(2)在蒸馏或加热易燃有机物时应有冷凝装置,防止易燃气体外逸,若大量蒸汽来不及冷凝而逸出,容易造成火灾。要注意实验室内排风和通风,及时将易燃气体排出室外。在蒸馏或回流时应加放沸石,以防止溶液因过热暴沸而冲出,引起火灾。

(3)在处理大量易燃药品时,要在通风橱内操作,室内应无明火源。易燃易挥发的废弃药品,不能随意乱倒,量大时要专门回收处理;量小时,对不能与水发生猛烈反应的物质,可以倒入水槽用水冲走。

(4)实验室内不能存放大量易燃、易挥发物质。

实验当中一旦发生着火,不要惊慌,要立即采取相应措施。首先切断电源,并熄灭附近所有火源,移走易燃物,再根据易燃物性质和火势采用不同的灭火方法灭火。若少量溶剂着火,可用湿抹布盖住着火处,或用黄砂覆盖灭火,若火势较大,可用灭火器灭火,常用的灭火器有二氧化碳灭火器,干粉灭火器,泡沫灭火器等。

二氧化碳灭火器:钢筒内装有压缩的液态二氧化碳,使用时打开开关,二氧化碳气体会喷出。这种灭火器具有不含水分、不导电、不损害物品等特点,可用于扑灭有机物及电器设备上的火,是有机实验室最常用的一种灭火器。

干粉灭火器:是用压缩氮气和碳酸氢钠等物质作为灭火剂,使用时拔出销钉,将出口对准着火点,把上手柄压下,干粉即可喷出。干粉灭火器可用于扑灭普通火灾,还可用于扑灭油、气燃烧形成的火灾。干粉灭火器也是一种常用的灭火器。

泡沫灭火器:内部分别装有含发泡剂的碳酸氢钠溶液和硫酸铝溶液,使用时将灭火器倒置,两种液体混合后立即反应,生成硫酸钠、氢氧化铝及大量二氧化碳。该灭火器因泡沫中含有水分,不宜扑救遇水发生燃烧或爆炸的物质,电器设备要切断电源后才能灭火。该灭火器喷出的大量泡沫会给灭火后的处理带来麻烦。

用灭火器灭火时,都应从火的四周向中心扑灭。

油浴和有机溶剂着火时绝不能用水灭火,油会随水流淌而使火焰蔓延开来。

若衣服着火,切勿奔跑,应立即用厚的外衣包裹使火熄灭,较严重者应立即躺在地上打滚,并用水或灭火器熄灭,烧伤严重者应立即送医院治疗。

2. 防爆

低沸点的易燃有机溶剂,在室温下就具有较高的蒸汽压,当空气中混有易燃有机溶剂的蒸汽压达到一定浓度范围时,遇明火即会发生燃烧爆炸。因此在使用易燃有机溶剂时,应当保持室内良好通风。取用易燃有机溶剂时要远离火源,蒸馏易燃溶剂时要有良好的冷凝措

施,并防止装置漏气。

在使用易燃易爆气体,如氢气、乙炔等时,要保持室内空气流通,严禁明火,并防止由于敲击、静电摩擦、电器开关引起的火星和电火花。

有些氧化剂如氯酸钾、过氧化物、浓硝酸等,在遇到某种有机物时会发生燃烧爆炸。因此,在使用或存放这些氧化剂时要注意避免与有机物存放在一起。某些有机化合物如乙醚和四氢呋喃等,久置后会生成易爆炸的过氧化物,须特殊处理后才能使用。

二、防中毒

大多数化学药品具有一定毒性,中毒主要是通过呼吸道吸入或皮肤接触到有毒物质引起的,因此要避免中毒,应注意以下几个方面。

(1)实验时保持良好通风,尽量减少有机物蒸汽和有毒有害气体在实验室内扩散,必要时戴口罩或防护面罩及防护眼镜。

(2)不要用手直接接触有毒药品,称量和加料时应该使用工具,有药品粘在皮肤上时应立即洗净。

(3)如果有毒物质溅入口中,要立即吐出,再用大量水冲洗口腔。如已吞下,要根据具体情况给以解毒剂,并送医院治疗。

三、灼伤和割伤的处理

灼伤是指皮肤或眼睛接触到强酸、强碱或腐蚀性物质受伤,以及被高温烫伤。实验时要穿工作服,接触上述物质时要戴防护手套、眼镜,小心操作。被灼伤后,要及时按下述要求处理:

(1)酸、碱灼伤,都要立即用大量水冲洗。若为酸灼伤再用 1% 碳酸氢钠溶液洗涤,若为碱灼伤,则用 1%~2% 硼酸液洗涤,最后都要用水洗净。

(2)溴灼伤,立即用大量水冲洗,再用酒精擦洗,然后涂上甘油或烫伤膏。

(3)热水烫伤,立即用冷水或冰水浸皮肤,再涂烫伤膏。严重者需立即就医。

(4)当有酸碱或化学药品溅入眼中,应立即用自来水冲洗,再去医院治疗。

皮肤被玻璃割伤,先将伤口处玻璃碎屑取出,用干净水冲洗伤口,再涂上碘酒或红汞药水,并加以包扎。要防止伤口接触化学药品而中毒。伤口较深者应到医院就医。

四、安全用电

使用电器设备时,仪器设备的金属外壳需接地,防止漏电。电器内外要保持干燥,不能有水或其他溶剂。人体与电器导电部分不能直接接触,不能用湿手或手握湿物接触电源插头。实验结束后,先关仪器电源开关,再拔电源插头。如果发生触电,要立即切断电源并用非导电物体使触电者脱离电源,然后对触电者实施人工呼吸并立即送医院救治。

§ 1.3 常用玻璃仪器简介

有机实验常用的玻璃仪器有普通玻璃仪器和标准磨口仪器两大类。普通玻璃仪器使用时要通过塞子相互连接,而标准磨口仪器可通过磨口接头直接连接,使用方便,连接严密。

标准磨口仪器现已逐渐代替普通玻璃仪器。常见的玻璃仪器如图 1-1 和图 1-2 所示。

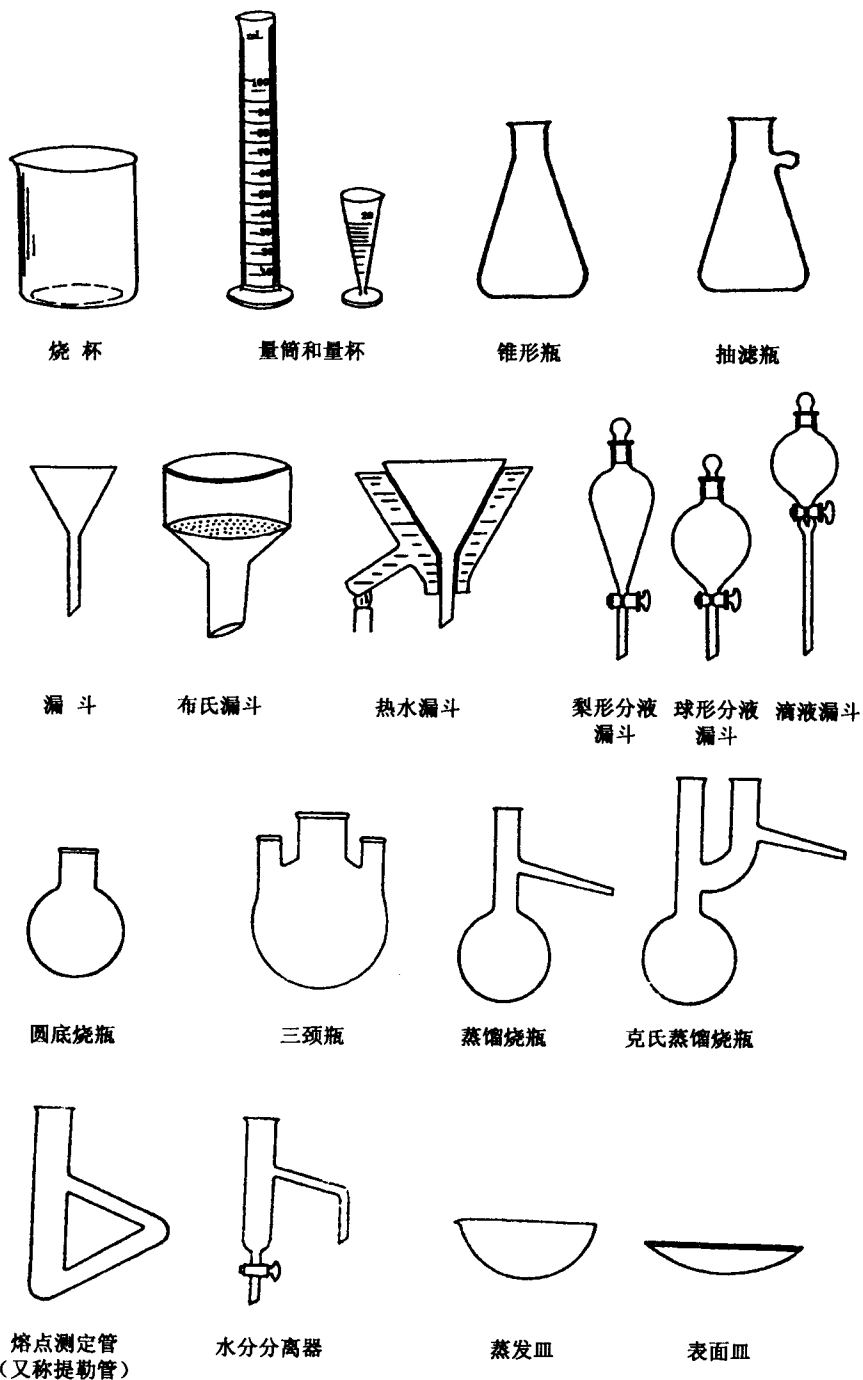
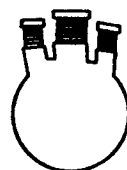
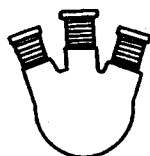


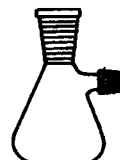
图 1-1 普通玻璃仪器

短颈圆底
烧瓶短颈平底
烧瓶

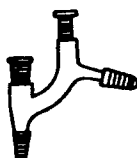
梨形烧瓶

直形三口
烧瓶斜形三口
烧瓶梨形三口
烧瓶

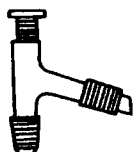
三角烧瓶



抽滤瓶



克氏蒸馏头



蒸馏头

二口
连接管接头
(A 型)

球形分液漏斗



漏斗



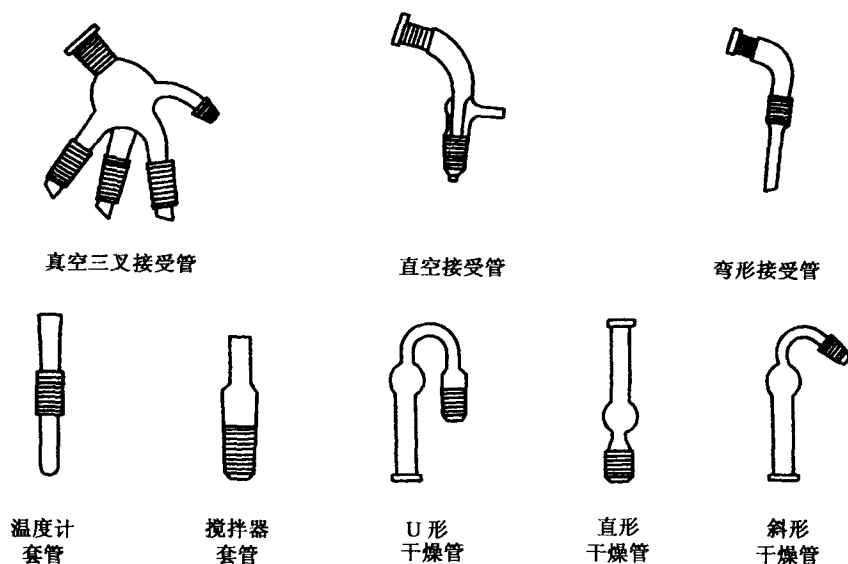
恒压式筒形滴液漏斗



砂芯漏斗

刺形分馏
柱 (管)直形
冷凝管空气
冷凝管球形
冷凝管蛇形
冷凝管

图 1-2 标准磨口玻璃仪器



续图 1-2 标准磨口玻璃仪器

玻璃仪器中的烧杯、烧瓶、试管可以直接加热,厚壁玻璃仪器(如抽滤瓶)不能直接加热。锥形瓶、平底烧瓶不耐压,不能用于减压蒸馏。带活塞的玻璃仪器(如分液漏斗)用后要洗净,并在活塞与磨口之间垫上纸片,以防粘住打不开。若活塞或磨口仪器打不开,可在磨口四周涂上凡士林后,用电吹风吹热风打开;或水煮后,用木块轻敲粘结处,使之松开。温度计不能作搅拌棒使用,防止打碎。温度计用后要缓慢冷却,不可骤冷,以防爆裂或水银柱断线。

标准磨口仪器是指具有标准磨口的玻璃仪器,相同编号的标准磨口仪器可相互连接,不同编号的磨口仪器可通过变径接头来连接。标准磨口仪器的数字编号是表示磨口仪器大端直径的毫米整数,常用的标准磨口规格有 10, 14, 19, 24, 29, 34, 40 等,以下是标准磨口仪器编号与大端直径的对照表:

编号	10	14	19	24	29	34	40
大端直径(mm)	10	14.5	18.8	24	29.2	34.5	40

使用标准磨口仪器时,磨口表面要保持清洁,如粘有杂质,会使磨口连接处漏气,硬的固体杂质还会损伤磨口表面,造成划痕和永久性损坏。磨口仪器使用后应立即拆开,洗净,防止存放时间长了发生粘连,难以拆开。

在常压下使用磨口仪器时,一般不需要在磨口处涂抹润滑剂,以免污染反应物或产物。若为了防止仪器相互粘连,不能拆开,可在磨口处涂少量凡士林或硅油。若所盛反应物为盐类或强碱性物质时,磨口表面应涂沫一薄层润滑剂,以免磨口处被碱腐蚀粘住而拆不开。

安装玻璃仪器时,要注意安装正确、稳妥,连接处应呈直线,任何部位不要产生应力,否则仪器容易损坏。

§ 1.4 玻璃仪器的洗涤和干燥

在做有机化学实验时,必须使用干净的玻璃仪器,有时还需要干燥。实验用过的玻璃仪器应立即洗涤。洗涤玻璃仪器常用的方法是,先用水冲洗一下容器,倒掉冲洗水,再用湿毛刷蘸上洗衣粉反复刷洗,将污物刷净后,用自来水清洗干净。当将玻璃容器倒置时,器壁上挂有一层均匀的水膜,不挂水珠时,即已洗净。对用上述方法仍然洗不干净的污物,要视污物的性质,采用不同的方法洗涤。一般碱性残渣用稀盐酸或稀硫酸溶解;酸性残渣用稀氢氧化钠溶解;油污和有机物选用碱性洗液(Na_2CO_3 、 NaOH 等)、有机溶剂、铬酸洗液等洗涤;氧化物(如 MnO_2 、铁锈等)用浓盐酸、草酸液洗涤。在用上述溶液洗涤时,应先倒尽瓶内的水,再倒入洗涤液,转动容器,使洗液浸润污渍残渣,放置一段时间,然后倒尽洗液,用自来水清洗干净。

干燥玻璃仪器最简便的方法是自然晾干,或者用气流烘干器吹干,也可以用少量丙酮或乙醇荡洗仪器后,用电风吹干。如果用电热鼓风干燥箱烘干玻璃仪器,应将仪器内的水倒净,开口朝上放入烘箱,若开口向下,滴下的水滴会落在下面已烘热的玻璃仪器上,引起爆裂。带有活塞的仪器需取出活塞再烘干。计量仪器、冷凝管、抽滤瓶等不宜在烘箱中烘干。取仪器时要等烘箱内的温度降低后再取,以免仪器破裂。

§ 1.5 实验预习、实验记录和实验报告

1. 实验预习

实验预习对于实验能否达到预期的目的,能否从实验中获得更多的知识,受到更好的训练,是十分重要的。做实验之前,要认真阅读实验教材中与本次实验有关的全部内容,通过查阅手册或其他参考书,理解实验原理和实验的仪器装置,知道每一步实验操作的目的,了解实验中有关化合物的性质和物理常数。预习内容包括:

- (1)实验的目的和要求;
- (2)实验原理,包括主反应、主要副反应的反应方程式,反应机理等;
- (3)原料的名称、数量(克、毫升、摩尔)、规格,计算理论产量;
- (4)原料、产物、主要副产物的物理常数;
- (5)实验步骤,简要写出步骤或画出流程图;
- (6)仪器的名称、用途及装置图;
- (7)反应的危险性(毒性、可燃性、爆炸性)。

准备一个实验记录本,记下预习的有关内容,供实验时参考。

2. 实验记录

实验记录应记在本子上,不允许记在零散的纸片上,实验时要认真操作,仔细观察,如实记录。必须养成一边进行实验,一边直接在记录本上作记录的习惯,不要事后凭记忆补记。实验记录包括时间、操作步骤、实验中的各种现象及数据(如反应温度,颜色的变化,沉淀的产生和消失等)、产量等,特别是一些与实验指导书中不同的现象。实验记录是关于实验情况的第一手资料,是书写实验报告和进行科研工作的依据,实验记录也有助于自己或别人正

确地重复这个实验,科学工作者必须重视。

3. 实验报告

做完实验,要及时写出实验报告,实验报告应该是对所做实验的一个综合性的描述和总结,要如实反映实验情况,讨论观察到的现象,分析出现的问题,对实验数据进行处理,总结经验,提出看法。写实验报告是把实验中的感性认识提高到理性认识的重要步骤,能提高学生分析、解决问题的综合能力。

实验报告的内容大致可分为以下几项:

实验标题:

- (1)实验目的要求;
- (2)实验原理,包括主反应和主要副反应方程式;
- (3)主要试剂用量及规格;
- (4)主要原料、产物和主要副产物的物理常数;
- (5)实验步骤及现象记录;
- (6)仪器及主要反应装置图;
- (7)数据处理,包括理论产量、产率计算、有关实验曲线的绘制等;
- (8)实验讨论。

实验报告示例如下^[1]:

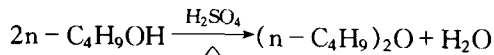
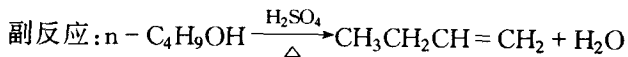
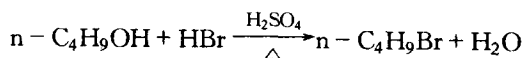
实验× 正溴丁烷的制备

一、实验目的要求

1. 了解从醇制备溴代烷的原理及方法。
2. 掌握回流及气体吸收装置和分液漏斗的使用。

二、实验原理

主反应: $\text{NaBr} + \text{H}_2\text{SO}_4 \longrightarrow \text{HBr} + \text{NaHSO}_4$



三、主要试剂用量及规格

正丁醇 7.5 ml, 0.08 mol; 溴化钠 10.0 g, 0.10 mol; 浓硫酸 12 ml, 0.22 mol。原料均为分析纯。

四、原料、产物和主要副产物的物理常数

名 称	相对分子量	相对密度	熔点(℃)	沸点(℃)	折射率 n_D^{20}	溶解度(g/100ml)		
						水	醇	醚
正丁醇	74	0.8097	-	118	1.3993	7.9	∞	∞
溴化钠(NaBr·H ₂ O)	139	2.176	755			溶	微	
正溴丁烷	137	1.2760		101.6	1.4398	不溶	∞	∞
正丁醚	130	0.7964		142.2		不溶		溶

五、实验步骤及现象记录

时间	步 骤	现 象
8:20	配 5% NaOH 30ml。	
8:35	在 50ml 烧瓶中加入 10ml 水, 缓慢加入浓 H ₂ SO ₄ 12ml, 混匀, 冷却, 加正丁醇 7.5ml, 混匀。	放热。
8:50	再加入研细的 NaBr 10g, 边加料边摇动烧瓶, 加 2 粒沸石, 装冷凝管、尾气吸收装置	烧瓶内固体有结块, 未溶。
9:05	用电热套小火加热烧瓶, 经常摇动烧瓶。	颜色: 局部有点发黄。固体未溶。
9:20	开始回流, 小火加热, 摇动烧瓶, 保持回流 35min。	固体逐渐减少。
9:55	停止加热, 稍冷却。	固体已消失。瓶内液体分为两层, 上层淡黄色。
10:00	加入 2 粒沸石, 安装蒸馏装置。电热套小火加热蒸馏。	
10:12	有馏分流出, 继续加热, 蒸出正溴丁烷。当馏出液澄清时, 停止蒸馏(用一小试管加少量水, 检查馏出液是否澄清)。	94℃ 有第一滴液体馏出。馏出液浑浊, 并分层, 上层有少量水层。馏出液温度范围 94~102℃。烧瓶冷却后有结晶析出。
10:40	将馏出液倒入分液漏斗中, 用 10ml 水洗涤。 分出下层, 放入另一干燥分液漏斗中, 用 5ml 浓硫酸洗涤。 产物再依次用 10ml 水、10ml 饱和 NaHCO ₃ 、10ml 水洗涤。	产物在下层。 产物在上层。 粗产物略有混浊。
11:00	粗产物倒入小锥形瓶中, 加入少量 CaCl ₂ 干燥。干燥 20min。	产物由混浊变澄清。
11:20	将干燥后的粗产物小心倒入 25ml 圆底烧瓶中, 加沸石, 蒸馏。 收集 99~102℃ 馏分。	99℃ 有馏分蒸出, 在 101~101.6℃ 有大量产物馏出, 后升到 102℃, 停止蒸馏。
11:55	称量产物。	接收瓶 53.0g 接收瓶 + 产物 60.6g; 产物正溴丁烷 7.6g, 为无色透明液体。

六、仪器及反应装置图

仪器: 50ml 圆底烧瓶, 回流冷凝管, 吸收尾气装置, 蒸馏装置, 分液漏斗。

反应装置图(略)。

七、数据处理

产率计算: 正丁醇为限量反应物, 理论产量为 $0.08\text{mol} \times 137 = 10.96\text{g}$,
实际产量 7.6g,

$$\text{产率} = \frac{7.6}{10.96} \times 100\% = 69.3\%$$

八、总结与讨论

- (1) 反应液略带黄色, 可能是摇动烧瓶不够充分, 产生副产物溴所致。
- (2) 正溴丁烷不溶于水, 因此反应结束后, 反应液分为两层, 上层为正溴丁烷。
- (3) 蒸去产物后, 烧瓶中结晶是 NaHSO_4 。
- (4) 在洗涤时, 可由相对密度判断产物在哪一层。

注释:

[1] 实验报告示例中, 在“实验步骤”之前的部分, 可以在预习实验的过程中, 在实验报告本上先行完成, 实验步骤与现象记录在实验过程中完成, 其余部分在课后完成。

4. 理论产量和产率的计算

在进行有机合成反应时, 各反应物的投料量不是完全按照反应方程式要求的比例给出, 为了提高产率, 常增加其中某种反应物的量。计算产率时, 先要根据反应方程式找出相对用量最少的反应物, 以该物质为基准, 计算出反应物全部转化为产物时所得产物的量, 即理论产量。理论产量不考虑副反应及操作中的损失。在计算理论产量时, 还应注意, 不能用催化剂或引发剂的量来计算。在实验中产物的实际产量总比理论产量低。实际产量与理论产量的百分比称为产率, 即

$$\text{产率} = \frac{\text{实际产量}}{\text{理论产量}} \times 100\%$$

第2章 有机化学实验的基本操作和实验技术

§ 2.1 瓶塞的选用和打孔

有机化学实验室常用的塞子有软木塞、橡皮塞和玻璃塞。软木塞的优点是不易与有机化合物作用,不易被有机物溶胀,但易漏气,易被酸碱腐蚀。橡皮塞虽然不漏气,耐酸碱腐蚀,却易被有机物侵蚀或溶胀。在实验中选用哪一种塞子,要视具体情况而定。

瓶塞大小的选择要与玻璃仪器瓶口或管口口径的大小相适合,塞子进入仪器颈口部分不要少于塞子

本身高度的 $\frac{1}{3}$,也不要多于 $\frac{2}{3}$,如图2-1所示。

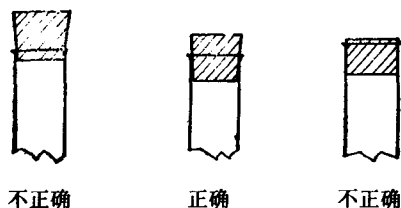


图2-1 瓶塞的选择

在使用普通玻璃仪器时,为了使不同玻璃仪器之间相互连接,配套使用,常需要在塞子上打孔。打孔用的工具叫打孔器,每套打孔器有五、六支口径不同的规格,可供选择。在橡皮塞上打孔时,应选择打孔器的口径略大于所插入玻璃管的外径,橡皮塞具有弹性,孔道打完后,会收缩使孔径变小。在软木塞上打孔时,因软木塞质地疏松,要先将塞子在压塞器中辗压紧密,防止打孔时软木塞裂开;所选用打孔器的口径要略小于所插入玻璃管的外径。打孔时,将塞子小的一端朝上,平放于一块小木板上(避免塞孔打通后,打孔器钻坏桌面),为减少打孔时的摩擦,可以在打孔器的刀口上沾少量水或甘油润滑,然后右手握住打孔器,将钻口对准预定位置,垂直向下压紧并作顺时针方向旋转。注意用力均匀,打孔器不能左右摇摆或倾斜,防止孔道打斜,如图2-2所示。

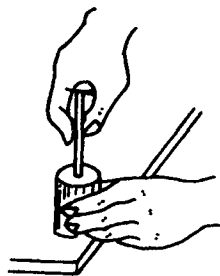


图2-2 塞子钻孔

当打孔器钻入塞身的 $\frac{1}{2}$ 左右时,反方向旋转向上拔出打孔器,捅出塞芯再将塞子大的一端向上,用相同方法对准塞子小端的孔位钻孔,要注意使两端的孔道对准在一条垂直线上,直至打通为止。

孔钻成后,要检查孔道大小是否合适。如果不费力就可以顺利插入玻管,说明孔道过大,会漏气,不能使用;若孔道略小或不光滑时,可以用圆锉修整。

把玻璃管(或棒)插入塞孔中时,应先在玻管前端涂少许水或甘油作润滑剂,然后手握玻管靠近塞子的地方,均匀用力,慢慢将玻管旋入塞孔。注意不能用力过猛或手离塞子太远,否则有可能把玻管折断,刺伤手掌,如图2-3所示。