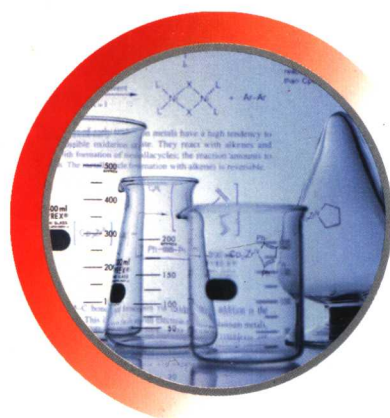




高等学校教材

有机化学实验

主编 蔡会武 曲建林

西北工业大学出版社

高等学校教材

有机化学实验

主编 蔡会武 曲建林

西北工业大学出版社

【内容简介】 本书是根据国家教委审定的高等工业学校“有机化学课程教学基本要求(修订)”的精神,为配合有机化学课程而专门编写的有机化学实验教材。

本书分为5章。第1~3章介绍了有机化学实验的基础知识;第4章介绍了有机化合物的性质、鉴定及衍生物的制备知识;第5章中列入了70个各类有机化学实验,并介绍了各类型有机反应的机理及相关背景材料。

本书可作为高等工业学校相关专业的教材,也可供从事化学工艺的科研人员参考。

图书在版编目(CIP)数据

有机化学实验/蔡会武,曲建林主编. —西安:西北工业大学出版社,2007.8

ISBN 978-7-5612-2296-6

I. 有… II. ①蔡…②曲… 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(2007)第137521号

出版发行:西北工业大学出版社

通信地址:西安市友谊西路127号 邮编:710072

电话:(029)88493844 88491757

网址:www.nwpup.com

印刷者:陕西友盛印务有限责任公司

开本:787 mm×1 092 mm 1/16

印张:17.625

字数:423千字

版次:2007年8月第1版 2007年8月第1次印刷

定价:24.00元

前 言

自 19 世纪中叶有机化学学科诞生以来,历经 100 余年的发展,有机化合物已成为了生机勃勃的庞大家族,在迄今已知的 2 000 多万种化合物中,绝大多数是有机化合物。这其中的每个成员(无论是天然产物,还是人工合成的有机化合物)的问世,都无不经历过艰苦而复杂的实验过程:一步一步的合成(或分离、提取),一系列的结构测试与表征,有的是异地合作,有的是跨国联合,有的是经过数 10 载的奋斗,才得以成功。而有机化学实验技术是有机化合物庞大家族的奠基石,是有机化学赖以生存与发展的基础。

有机化学实验的目的是使学生通过实验操作,现象观察,化合物制备、分离、提纯到鉴定的过程,再经思考、总结、归纳形成对有机反应、有机化合物性质、结构直至在分子、原子水平上变化规律的认识(包括深化课堂知识),使这些认识在实验中反复检验,并得以升华。教材的内容贴近社会生产实际,贴近科学研究,贴近社会生活,反映社会的进步与发展。

本书第 1~3 章介绍了有机化学实验的基础知识和基本操作,力求对有机化合物的各种分离方法及其物理化学性质的理论背景给予深入浅出的讨论;第 4 章介绍了有机化合物的性质、鉴定及衍生物的制备知识;第 5 章以官能团及有机反应类型为序共收入了 70 个有机合成实验,包括 4 个有机合成综合性实验、5 种较为典型的天然产物的提取分离方法、3 种典型的高分子材料的制备方法。为使学生全方位地了解有机化合物,全书编写了 10 余篇与日常生活密切相关的有机化学知识小品文。

有机化学实验编选原则是首先注意到重要的、有代表性的典型有机反应和类型,并兼顾到迅速发展的有机化学新理论、新反应、新试剂和新技术。在本书编写中,着重考虑那些经教学不断改进的合成方法以及近年来发展的新方法,例如除羰基化合物的缩合反应、安息香缩合反应、Wittig 反应、Diels - Alder 反应、催化氢化反应等典型反应外,还安排了有机活性中间体反应、相转移催化反应、安息香辅酶合成等。在有机化学研究中,相对于有机制备、分离、鉴定往往是较为困难的,因而选择了一些包含常用分离技巧和样品纯化、鉴定的实验,使学生掌握重要的有机化学实验操作,如多步骤药物合成,生物碱、植物色素的提取等。实验所涉及的化合物尽可能具有理论上、生理上、药用上或经济上的价值。

随着现代化学分析技术的发展,谱学技术已成为分析和鉴定有机化合物的主要工具。目前大多数学校都配有色谱、红外光谱和核磁共振仪。本书除了介绍纸色谱、柱色谱和薄层色谱外,还着重介绍了气相色谱、液相色谱、红外光谱和核磁共振的基本原理和应用,并在典型的有机化合物合成实验中附有反应物和产物的红外光谱和核磁共振谱图,部分化合物还给出了“ ^{13}C NMR”的数据。这些实验对于学生们认识有机化合物反应过程中的结构变化及谱学特征是十分有益的。

本书还简要介绍了一些国内外较新的文献、文摘、手册、词典、实验教科书和红外光谱、核

磁共振谱图集的查阅方法。书末附有常用溶液的组成、部分共沸混合物的性质,以供查阅参考。

需要强调的是,化学与化学工业(包括有机化学与有机化学工业)在推动社会文明进步的同时,也给环境带来了严重的负面影响——人类赖以生存的环境不断恶化。2002年中国政府颁布了72号主席令《中华人民共和国清洁生产促进法》,走可持续发展的道路,推行“绿色化学”战略研究计划是中国化学工业发展的方向。据此,本书通过定量统计合成反应中向外排放三废的数据,让学生提出处理方案,改进现有的合成反应,帮助学生树立从源头治理三废的理念,保护环境。

在学校教材建设项目的支持下,我们在原实验讲义的基础上,参考近年来国内外出版的同类教材,在编排体系和实验内容上进行了较大的修改和补充。本书由蔡会武、曲建林主编。其中,第1,2,3章及有机化学知识小品文等内容由曲建林编写,第5章由蔡会武编写,第4章及附录部分由刘向荣编写。书中图表由曲建林及化学与化工系02级郑争旗同学共同绘制。

本书是西安科技大学化学与化工系应用化学教研室多年教学、科研工作的经验积累。感谢10余年来参加教学实践、部分教材编写以及部分实验探索的以下同事:葛岭梅、周安宁、李侃社、李天良、贺拥军、闫兰英、黄婕、牛红梅、张亚婷、梁耀东、李自立、赵世永、樊晓萍、侯春友、代爱萍、申丽华、李锦、杨建利等。另外,汪广恒、吴建宁、郭红梅、陈创前4位同学也给予了不少帮助,在此一并致谢。

限于编者水平,书中错误与不妥之处,恳请读者批评指正。

编 者

2007年7月

目 录

第 1 章 有机化学实验的一般知识.....	1
1.1 有机化学实验的目的与学习方法	1
1.2 有机化学实验室规则	2
1.3 有机化学实验室的安全知识	2
1.4 有机化学实验的预习、记录和实验报告.....	5
1.5 有机化学实验常用仪器和设备	9
1.6 化学试剂与化学危险品	18
第 2 章 有机化学实验基本操作	21
2.1 玻璃工的基本操作.....	21
2.2 温度升降操作.....	22
2.3 干燥.....	24
2.4 过滤.....	28
2.5 液体有机化合物的分离和提纯.....	33
2.6 萃取.....	48
2.7 固体有机化合物的提纯方法.....	52
2.8 色谱分离技术.....	57
2.9 有机化合物物理常数测定.....	68
第 3 章 光谱法鉴定有机化合物结构	79
3.1 红外吸收光谱.....	79
3.2 核磁共振谱.....	85
第 4 章 有机化合物的定性鉴定	90
4.1 有机化合物的性质及鉴定.....	90
4.2 衍生物的制备	103
第 5 章 有机合成与制备.....	107
5.1 掌握有机合成实验的设计步骤	107

5.2 烃类	109
实验 1 环己烯的制备	109
实验 2 叔戊醇和异戊醇的脱水	111
5.3 卤代烃	114
实验 3 溴乙烷的制备	114
实验 4 对二氯苯的制备	115
实验 5 叔丁基氯水解反应速率的测定	117
5.4 醇	119
实验 6 苯甲醇的制备	120
实验 7 季戊四醇的制备	121
实验 8 环己醇的制备	122
小品文 乙醇和发酵化学	125
5.5 醚	127
实验 9 正丁醚的制备	128
实验 10 甲基叔丁基醚的制备	129
实验 11 苯基正丁基醚的制备	130
5.6 酚	131
实验 12 双酚 A 的制备	132
5.7 醛和酮	133
实验 13 正丁醛的制备	133
实验 14 安息香的辅酶合成	134
实验 15 环己酮的制备	137
实验 16 环己酮肟的制备	138
实验 17 己内酰胺的制备	139
5.8 羧酸	140
实验 18 己二酸的制备	140
实验 19 苯甲酸的制备	142
实验 20 对硝基苯甲酸的制备	143
小品文 肥皂和洗涤剂	144
5.9 羧酸衍生物	147
实验 21 丁二酸酐的制备	148
实验 22 乙酸正丁酯的制备	149
小品文 脂肪和油	150
实验 23 邻氯苯甲酰氯的制备	154
实验 24 苯甲酸甲酯的制备	154
实验 25 乙酰苯胺的制备	155
实验 26 酯化反应平衡常数的测定	157

实验 27 乙酰水杨酸的制备	158
小品文 阿司匹林	159
5.10 硝基化合物	161
实验 28 硝基苯的制备	161
实验 29 间二硝基苯的制备及其精制	163
实验 30 对硝基苯胺的制备	165
5.11 胺	167
实验 31 对甲苯胺的制备	167
实验 32 季铵盐的制备及其反应	168
5.12 重氮盐及其反应产物	169
实验 33 邻氯苯甲酸的制备	169
实验 34 重氮盐的制备及其反应	171
小品文 合成染料	173
5.13 芳香族磺酸及磺酰氯	177
实验 35 对甲苯磺酸的制备	177
实验 36 对乙酰氨基苯磺酰氯的制备	178
5.14 苯炔和碳烯	180
实验 37 从苯炔制备 α -萘酚	180
实验 38 7,7-二氯双环[4.1.0]庚烷的制备	182
5.15 金属有机化合物	183
实验 39 甲基锂的制备	184
实验 40 二茂铁的制备	184
5.16 杂环化合物	185
实验 41 呋喃的制备	186
实验 42 8-羟基喹啉的制备	186
5.17 碳水化合物	188
实验 43 羧甲基纤维素	188
实验 44 从淡奶粉中分离乳糖	189
小品文 乳的化学	191
5.18 氨基酸	195
实验 45 天冬氨酸的制备	196
小品文 氨基酸的生物合成	197
5.19 维蒂希反应	200
实验 46 反式二苯乙烯的制备	201
实验 47 1,4-二苯基-1,3-丁二烯的制备	204
5.20 缩合反应	205
实验 48 2-乙基-2-己烯醛的制备	207

实验 49 苯亚甲基苯乙酮的合成	208
实验 50 肉桂酸的制备	209
实验 51 3-丁酮酸乙酯的制备及其互变异构现象	210
5.21 坎尼札罗反应	212
实验 52 苯甲醇和苯甲酸的制备	212
5.22 傅列德尔-克拉夫茨反应	213
实验 53 苯乙酮的制备	214
实验 54 二苯酮的合成	215
5.23 霍夫曼酰胺降级反应	216
实验 55 邻氨基苯甲酸的制备	217
5.24 格利雅反应	218
实验 56 2-甲基丁酸的合成	219
5.25 狄尔斯(Diels)-阿德尔(Alder)反应	220
实验 57 环戊二烯与马来酸酐的反应	221
5.26 常压催化氢化反应	221
实验 58 氢化肉桂酸的制备	222
5.27 综合实验(多步合成实验)	224
实验 59 对氨基苯甲酸乙酯(苯佐卡因)的制备	225
小品文 局部麻醉剂	227
实验 60 立索尔大红 R 的制备	230
实验 61 八溴醚的制备	232
实验 62 2-甲基-2-丁醇的制备	233
5.28 天然产物的提取	235
实验 63 银杏叶中黄酮类提取	235
实验 64 从茶叶中提取咖啡因	237
小品文 咖啡因	238
实验 65 黄连中黄连素提取	241
实验 66 菠菜叶中天然色素提取	242
实验 67 从麻黄草中提取麻黄碱	243
小品文 天然产物	245
5.29 高分子合成	246
实验 68 脲醛树脂的制备	246
实验 69 苯乙烯-丙烯酸酯乳液	249
实验 70 聚苯胺	251
小品文 聚合物和塑料	252

附录.....	258
附录 1 常见元素的相对原子质量	258
附录 2 常用有机溶剂的沸点、相对密度表	258
附录 3 常用酸碱溶液相对密度及组成表	259
附录 4 部分共沸混合物的性质	262
附录 5 水的饱和蒸汽压表	263
附录 6 科技文稿中的量、单位与符号	264
附录 7 本书常用符号、缩略语与名称	265
附录 8 有机化学文献介绍	265
参考文献.....	271

第1章 有机化学实验的一般知识

1.1 有机化学实验的目的与学习方法

1.1.1 有机化学实验的目的

有机化学实验是有机化学教学中非常重要的组成部分。它集有机化学理论、反应原理、结构测定、理化分析、实验技术、综合技术于一体，有着非常丰富、深刻的内容，是培养学生综合地应用基础知识、基本理论与基本技能，进行开拓创新的重要途径。通过有机化学实验的学习，应当达到如下目的：

- (1) 掌握有机化学实验的基本操作技能、若干单元操作及一些多步合成实验的技能。
- (2) 积累物质变化的感性知识，掌握重要有机化合物的制备、分离和表征方法，深入理解有机化学基本理论与概念，掌握影响有机反应进程的主要因素，培养用实验方法获取新知识的能力。
- (3) 学习预防与处置化学实验事故的方法，正确使用与处置所涉及的一些化学危险品。树立环境保护意识与“绿色化学”概念，加强从源头治理污染的理念。
- (4) 初步掌握有机化学的科学研究方法，培养严谨的治学精神，养成良好的实验习惯与作风。

1.1.2 有机化学实验的学习方法

充分掌握有机化学实验的学习方法是提高有机化学实验质量的重要途径。在进行每个实验前，应当熟悉实验的全过程及其结构，注重搞懂每个反应是怎样进行的，影响某个反应的主要因素是什么？以彻底摆脱“照方抓药”式的学习方法。

(1) 认真预习，完成作业。结合理论教学和实验教材的相关内容，完成实验项目中的预习内容，如认真查阅反应物、中间产物、产物的物理常数等，把实验记录中的反应装置图做好。如能进一步阅读书中所列参考文献，深入了解有关实验内容，则实验前的准备工作就更为充分。

(2) 认真操作，仔细观察，详细记录，一丝不苟。实验者要亲手完成每项操作，逐步提高实验技能。不能请人代劳，自己成为“实验旁观者”。要仔细观察与比较实验现象，并作如实的记录。实验时间有时较长，要始终如一地认真完成全部实验工作。

(3) 写好实验报告。撰写实验报告是实验教学的最后一个环节。写好实验报告是对实验深化认识的过程，也是对今后撰写科技论文的初步训练。关于如何写好报告，详见 1.4.3 的内容。

1.2 有机化学实验室规则

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,学生必须遵守下列规则:

(1) 在进入有机实验室之前,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,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,方可进行实验。没有达到预习要求者,不得进行实验。

(2) 每次实验,先将仪器装置建好,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及意义,清楚实验中的关键步骤及难点,了解所用药品的性质及应注意的安全问题。

(3) 实验中严格按操作规程操作,如需要改变操作方式,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。课后认真总结,写出符合要求的实验报告。

(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,实验室内不能吸烟、吃东西。

(5) 在实验过程中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,药品取完后,及时将盖子盖好,保持药品台清洁。液体样品一般在通风橱中量取,固体样品一般在称量台上称取。仪器损坏应如实填写破损单。

(6) 废液应倒在废液桶内(易燃液体除外),固体废物(如沸石、棉花等)应倒在垃圾桶内,千万不要倒在水池中,以免堵塞。

(7) 实验结束后,拔掉电源插头,认真清洗仪器并将仪器归类摆放,将个人实验台面打扫干净。请指导老师检查、签字后方可离开实验室。值日生待做完值日后,再请指导老师检查、签字。离开实验室前应检查水、电、气是否关闭。

1.3 有机化学实验室的安全知识

在有机化学实验中,经常需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。虽然在选择实验时,尽量选用低毒性的溶剂和试剂,但是当大量使用时,对人体也会造成一定伤害,因此,防火、防爆、防中毒已成为有机实验中的重要问题。同时,还应注意安全用电,还要防止割伤和灼伤事故的发生。

强调有机化学实验中的安全性,就是强调以人为本,把师生的安全、健康放在第一位。老师与学生应时时、处处注意安全保护,消除各种不安全因素,加强自我保护意识,采取更主动、更全面、多方位的保护措施,保护实验师生的健康与安全。

总之,有机化学实验基本操作复杂,投入的时间也较长,而学习的收获也将会是很大的。如能很好地完成上述工作,那么一定能学好有机合成实验,取得很好的学习效果。

1.3.1 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特性，选择正确的加热方法。如对沸点低于 80℃ 的液体，在蒸馏时，应采用水浴，不能直接加热。

(2) 尽量防止或减少易燃气体的外逸。处理和使用易燃物时，应远离明火，注意室内通风，及时将蒸气排出。

(3) 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，但与水发生猛烈反应者除外。

(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。

(6) 一旦发生着火，应沉着镇静及时采取正确措施，控制事故的扩大。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。有机物着火通常不能用水进行扑救，因为一般有机物不溶于水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室常用的灭火器。灭火器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防火、灭火。

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，还可用砂子扑救，但容器内着火不易使用砂子扑救。

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。

1.3.2 防爆

在有机化学实验室中，发生爆炸事故一般有两种情况：

(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。

(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。

1.3.3 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) 称量药品时应使用工具，不得直接用手接触，尤其是有毒或腐蚀性药品。任何药品不能用嘴品尝。做完实验后，应认真洗手。衣物若被药品污染，也应及时清洗。

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

(3) 如发生中毒现象，应让中毒者及时离开现场，到通风好的地方，严重者应及时送往医院。

1.3.4 防灼伤

皮肤接触了高温、低温或腐蚀性物质后均可能被灼伤。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，然后用水冲洗，最后涂抹烫伤膏。

(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，最后涂抹烫伤膏。

(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，然后涂抹甘油或鱼肝油软膏加以按摩。

(4) 被热水烫伤后一般在患处涂抹红花油，然后擦烫伤膏。

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

1.3.5 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，正确操作方法如图 1.3-1 中 (a) 和 (c) 所示。图 1.3-1 中 (b) 和 (d) 的操作是不正确的。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，再进行简单处理后及时送往医院治疗。

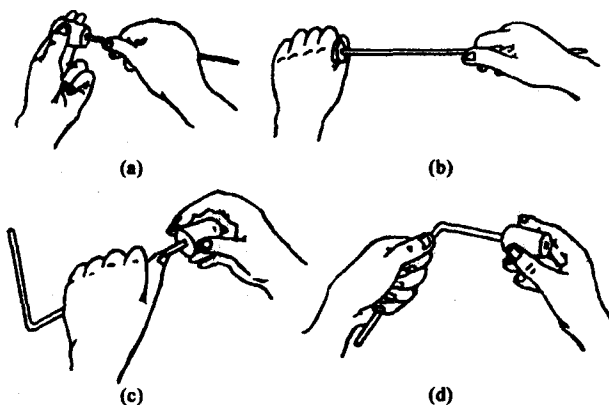


图 1.3-1 玻璃管与塞子连接时的操作方法

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。

1.3.6 用电安全

进入实验室后,首先应了解水、电、气的开关位置,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。

1.4 有机化学实验的预习、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,也是一个很好的训练过程。实验报告分三部分:实验预习、现场记录及课后实验总结。

1.4.1 实验预习

实验预习的内容包括:

- (1) 实验目的。写出本次实验要达到的主要目的。
- (2) 反应及操作原理。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) 画出反应及产品纯化过程的流程图。
- (4) 按实验报告要求查阅主要试剂及产物的物理和化学性质。
- (5) 画出主要反应装置图,并标明仪器名称。
- (6) 写出操作步骤及实验现象。

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,实验中有哪些安全问题。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。

1.4.2 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。

作为一位科学工作者,必须对实验的全过程进行仔细观察。如反应液颜色的变化,有无沉淀及气体出现,固体的溶解情况,以及加热温度和加热后反应的变化,等等,都应认真记录。同时还应记录加入原料的颜色和加入的量、产品的颜色和产品的量、产品的熔点或沸点等物化数据。记录时,要与操作步骤一一对应,内容要简明扼要,条理清楚。实验记录应写在记录本上。课后总结在实验报告上。

1.4.3 实验报告

这部分工作在课后完成。内容包括:

- (1) 对实验现象逐一做出正确的解释。能用反应式表示的尽量用反应式表示。
- (2) 计算产率。在计算理论产量时,应注意:
 - 1) 有多种原料参加反应时,以摩尔数最小的那种原料的量为准;
 - 2) 不能用催化剂或引发剂的量来计算;
 - 3) 有异构体存在时,以各种异构体理论产量之和进行计算,实际产量也是各种异构体实际产量之和。即

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

(3) 填写物理常数测试表。分别填上产物的文献值和实测值,并注明测试条件,如温度、压力等。

- (4) 对实验进行讨论与总结:
 - 1) 对实验结果和产品进行分析;
 - 2) 写出做实验的体会;
 - 3) 分析实验中出现的问题和解决的办法;
 - 4) 对实验提出建设性的建议。通过讨论来总结、提高和巩固实验中所学到的理论知识和实验技术。

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、综合解决问题的能力及文字表达的能力。

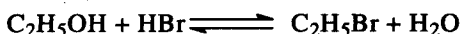
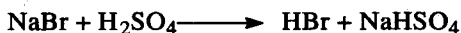
现举例说明实验报告的具体写法。

实验内容: 溴乙烷的制备

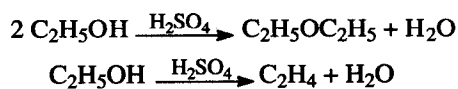
实验目的:

- (1) 学习从醇制备溴代烷的原理和方法。
- (2) 学习蒸馏装置和分液漏斗的使用法。

主反应:



副反应:



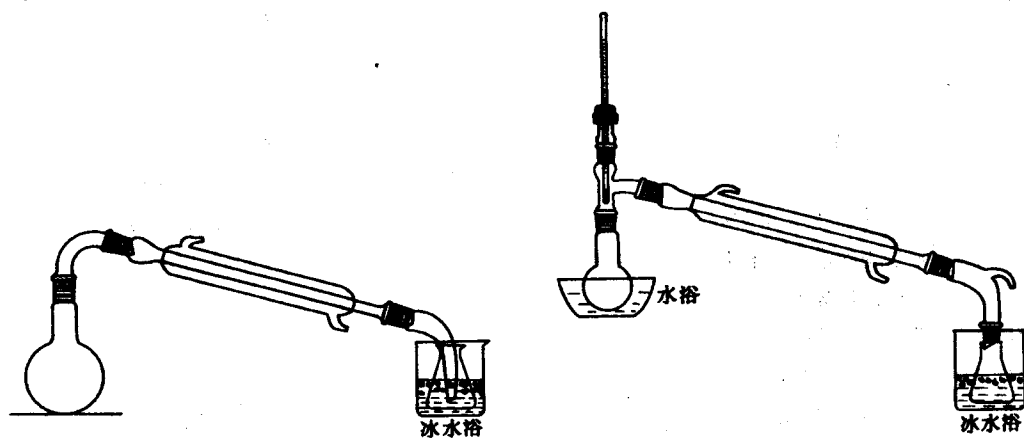
物理常数:

名称	相对分子质量	相对密度	熔点 ℃	沸点 ℃	溶解度 g · (100g 溶剂) ⁻¹
乙醇	46	0.79	-117.3	78.4	水中 ∞
溴化钠	103				水中 75.9 (0℃)
硫酸	98	1.83	10.38	340 (分解)	水中 ∞
溴乙烷	109	1.46	-118.6	38.4	水中 1.06 (0℃), 醇中 ∞
硫酸氢钠	120				水中 50 (0℃), 100 (100℃)
乙醚	74	0.71	-116	34.6	水中 7.5 (20℃), 醇中 ∞
乙烯	28		-169	-103.7	

计算:

名称	实际用量			理论量	过量	理论产量
95%乙醇	8g	10 mL	0.165 mol	0.126 mol	31%	
NaBr	13g		0.126 mol			
浓硫酸 (98%)		18 mL	0.32 mol	0.126 mol	154%	
C ₂ H ₅ Br				0.126 mol		13.7 g

仪器装置图:



(a) 反应装置

(b) 蒸馏装置