



普通高等教育“十五”国家级规划教材

基础化学实验 (中册)

有机化学实验



吉林大学

徐家宁 张锁秦 张寒琦 编

Chemistry



高等教育出版社
Higher Education Press

普通高等教育“十五”国家级规划教材

基础化学实验

中 册 有机化学实验

吉林大学

徐家宁 张锁秦 张寒琦 编

高等教育出版社

内 容 提 要

本书为普通高等教育“十五”国家级规划教材,是世行贷款 21 世纪初高等教育教学改革项目“化学实验课程体系和教学模式的创新与实践”课题研究成果,与张寒琦主编的《综合和设计化学实验》教材配套使用。

本书分为上、中、下三册,每册都可独立使用。上册为无机化学和化学分析实验,中册为有机化学实验,下册为物理化学和仪器分析实验。每册包括实验基础知识、基础实验、综合实验和设计实验内容。实验内容按照由浅入深、循序渐进的原则编写,将化学实验的基本技能、基本操作和仪器的使用等融入各实验项目中。

本书可作为高等学校化学类专业和其他相关专业化学实验课程的教材和参考书。

图书在版编目(CIP)数据

基础化学实验. 中册,有机化学实验/徐家宁,张锁秦,张寒琦编. —北京:高等教育出版社,2006.5

ISBN 7-04-019624-7

I. 基... II. ①徐...②张...③张... III. 化学实验 - 高等学校 - 教材 IV. O6-3

中国版本图书馆 CIP 数据核字(2006)第 057759 号

策划编辑 岳延陆 责任编辑 岳延陆 封面设计 于文燕 责任绘图 尹 莉
版式设计 王 莹 责任校对 胡晓琪 责任印制 毛斯璐

出版发行	高等教育出版社	购书热线	010-58581118
社 址	北京市西城区德外大街 4 号	免费咨询	800-810-0598
邮政编码	100011	网 址	http://www.hep.edu.cn
总 机	010-58581000		http://www.hep.com.cn
经 销	蓝色畅想图书发行有限公司	网上订购	http://www.landaco.com
印 刷	北京未来科学技术研究所 有限责任公司印刷厂	畅想教育	http://www.widedu.com
开 本	787×1092 1/16	版 次	2006 年 5 月第 1 版
印 张	13	印 次	2006 年 5 月第 1 次印刷
字 数	310 000	定 价	14.10 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 19624-00

前 言

本书为普通高等教育“十五”国家级规划教材,是我们承担的世行贷款 21 世纪初高等教育教学改革项目——“化学实验课程体系和教学模式的创新与实践”课题编写的两套实验教学改革教材之一,与《综合和设计化学实验》教材配套使用。

根据教材的内容和篇幅,本教材分为上、中、下三册。上册为无机化学和分析化学实验,中册为以有机合成为主的有机化学实验,下册为物理化学和仪器分析实验。使用本教材时可根据教学进度和教学大纲的要求进行取舍、组合,不必拘拟于教材的编写顺序。

基础化学实验课是化学及相关学科学生必修的一门主干课程,本教材就是专为这门课程编写的配套教材。本教材是在吉林大学出版社出版的《无机化学实验》、《分析化学实验》、《有机化学实验》和《物理化学实验》系列教材的基础上并充分吸收近年来化学研究和实验教学改革最新成果编写而成的。教材编写过程中得到滕永富、邹明珠、于桂荣、张景文、杨乃峰、吕慧娟、吴凤清、杨桦老师等的大力支持,借本教材出版之际,对这些老师和多年来从事实验教学的教师和实验技术人员表示最诚挚的谢意。

本教材是将传统的四大基础化学实验和仪器分析实验内容进行改革和重组后合并为一门独立的化学实验课使用的教材。在保留经典的重要实验内容并吸收同类教材优点的同时,本教材还突出以下特色:

1. 合理选择实验内容。将无机化学实验、化学分析实验、有机化学实验、物理化学实验和仪器分析实验内容合理取舍,使各部分实验内容所占比例更科学、合理。

2. 巧妙编排各部分实验内容。教材的内容不是各基础实验内容的简单组合,而是在对各基础实验内容进行筛选、归类、优化的基础上,进行合理编排。注意各部分实验内容的内在联系和互相渗透,减少不必要的重复。

3. 增加教材的实用性。教材的内容基本上都是为学生开出的实验。重新设计一些具有知识性、趣味性、实用性的实验内容,使实验内容贴近生产、生活和科研实际。剔除陈旧、过时、重复性差和一般实验室难以进行的实验内容。

4. 注重基础。本教材的内容是各学科的基本实验、基本实验操作和实验技能训练,意在为学生打下扎实的实验基本功和标准化的实验操作技能,为学生进行综合和设计实验乃至走向社会打下坚实的基础。

本书由徐家宁和张寒琦主编。上册中无机化学实验部分主要由徐家宁、张萍编写,清华大学崔爱丽编写了十余个实验项目;化学分析实验部分主要由门瑞芝和张寒琦编写,王英华编写了部分实验项目。中册主要由张锁秦编写。下册主要由朱万春和张忆华编写。宋文波、丁兰、张萍、师宇华、罗旭阳、杨任飞和曹延波等撰写了部分仪器分析实验项目。魏士刚、屈学俭、刘庆文、范勇、王莉、石晶、王宇等在文字编排方面做了许多工作,在此表示感谢。

由于编者水平有限,实践经验不足,书中错误难免,敬请读者批评指正。

吉林大学《基础化学实验》编写组
2005 年 12 月

郑重声明

高等教育出版社依法对本书享有专有出版权。任何未经许可的复制、销售行为均违反《中华人民共和国著作权法》，其行为人将承担相应的民事责任和行政责任，构成犯罪的，将被依法追究刑事责任。为了维护市场秩序，保护读者的合法权益，避免读者误用盗版书造成不良后果，我社将配合行政执法部门和司法机关对违法犯罪的单位和个人给予严厉打击。社会各界人士如发现上述侵权行为，希望及时举报，本社将奖励举报有功人员。

反盗版举报电话：(010) 58581897/58581896/58581879

传 真：(010) 82086060

E - mail：dd@hep.com.cn

通信地址：北京市西城区德外大街4号

高等教育出版社打击盗版办公室

邮 编：100011

购书请拨打电话：(010)58581118

目 录

第一部分 实验基本知识和技术

一、有机化学实验基本知识	1
(一) 实验室守则	1
(二) 实验室的安全常识	2
(三) 有机化学实验的预习、记录与 实验报告	4
(四) 有机化学实验常用工具书、期刊 文献与网络资源	8
二、有机化学实验常用的玻璃仪器与 设备	14
(一) 常用玻璃仪器	14
(二) 常用反应装置	17
(三) 常用工具	21
(四) 常用电器与设备	21
三、有机化学实验的基本操作	24
(一) 玻璃仪器的洗涤与干燥	24
(二) 简单玻璃工操作与塞子的配置 ..	25
(三) 加热和冷却	27
(四) 熔点的测定与温度计校正	28
(五) 沸点及其测定	31
(六) 重结晶与过滤	32
(七) 干燥与干燥剂的使用	35
(八) 蒸馏	38
(九) 简单分馏	41
(十) 水蒸气蒸馏	42
(十一) 减压蒸馏	45
(十二) 升华	48
(十三) 萃取	48
(十四) 有机色谱分离技术	50
(十五) 折光率的测定	54
(十六) 旋光度的测定	56
(十七) 无水无氧操作	56

(十八) 微量有机合成	57
(十九) 有机光谱分析的样品准备	57
四、常用试剂的性质、制备与纯化	60

第二部分 基础实验

实验 1 仪器洗涤、塞子的配置与 简单玻璃工操作	75
实验 2 乙醇的蒸馏	77
实验 3 乙醇的分馏	78
实验 4 重结晶和热过滤	79
实验 5 熔点测定与温度计校正	82
实验 6 减压蒸馏	84
实验 7 无水乙醇	85
实验 8 薄层色谱	87
实验 9 红色素的柱色谱分离	89
实验 10 乙酰水杨酸	91
实验 11 溴乙烷	93
实验 12 叔丁基氯	94
实验 13 溴苯	95
实验 14 1,2-二溴乙烷	97
实验 15 香豆素-3-羧酸	99
实验 16 乙醚	100
实验 17 正丁醚	102
实验 18 对氨基苯甲酸乙酯	103
实验 19 吡喃甲醇和吡喃甲酸	104
实验 20 苯甲酸乙酯	106
实验 21 从茶叶中提取咖啡因	107
实验 22 邻硝基苯酚和对硝基 苯酚	109
实验 23 间硝基苯胺	111
实验 24 肉桂酸	112
实验 25 甲基红	114
实验 26 4-苯基-3-丁烯-2-酮	115

实验 27	8-羟基喹啉.....	116
实验 28	安息香缩合反应制二苯乙醇酮.....	117
实验 29	Diels-Alder 反应.....	118
实验 30	有机化合物性质试验.....	121

第三部分 综合实验

实验 31	苯乙酮.....	130
实验 32	苯亚甲基苯乙酮.....	131
实验 33	正溴丁烷.....	132
实验 34	2-甲基-2-己醇.....	134
实验 35	乙酸乙酯.....	136
实验 36	乙酰乙酸乙酯.....	137
实验 37	4-苯基-2-丁酮.....	138
实验 38	2-庚酮.....	139
实验 39	2-己酮(丁基甲基酮).....	141
实验 40	氯代环己烷.....	143
实验 41	环己基甲醇.....	143
实验 42	苯胺.....	144
实验 43	乙酰苯胺.....	146
实验 44	苯甲醇和苯甲酸.....	148
实验 45	N-苯甲酰基-N'-(4,6-二甲基)嘧啶基硫脲.....	149
实验 46	环己烯.....	150
实验 47	3-溴代环己烯.....	151
实验 48	环己酮.....	152
实验 49	2-乙酰基环己酮.....	154
实验 50	己内酰胺.....	155
实验 51	N-(1-乙基丙基)-3,4-二甲基苯胺.....	156
实验 52	N-(1-乙基丙基)-2,6-二硝基-3,4-二甲基苯胺.....	158
实验 53	二苯酮.....	159
实验 54	二苯甲醇.....	161
实验 55	苯频哪醇.....	162
实验 56	三苯甲醇.....	164
实验 57	(士)-苯乙醇酸.....	165

实验 58	(士)-苯乙醇酸的拆分.....	166
实验 59	肉桂醛.....	167
实验 60	肉桂醇.....	169

第四部分 设计实验

实验 61	乙醇的生物合成.....	171
实验 62	乙酸异戊酯.....	173
实验 63	2,4-二氯苯氧乙酸.....	174
实验 64	3-甲氧基-4-羟基苯甲醛.....	176
实验 65	水杨酸甲酯.....	177
实验 66	3-氨基邻苯二甲酰肼.....	178
实验 67	己二酸.....	179
实验 68	邻苯二甲酸二丁酯.....	181
实验 69	对氨基苯磺酸.....	182
实验 70	甲基橙.....	183
实验 71	2-(2-氧乙基)丙二酸二乙酯.....	185
实验 72	DL-脯氨酸(DL-四氢吡咯-2-羧酸).....	186
实验 73	L-脯氨酰基甘氨酸.....	188
实验 74	邻甲苯磺酰氯和对甲苯磺酰氯.....	190
实验 75	邻磺酰苯甲酰亚胺.....	191

第五部分 附录

1	乙醇含量与相对密度表.....	193
2	常用元素相对原子质量(A_r)表.....	194
3	常用酸碱溶液相对密度及百分比组成表.....	194
4	常用有机溶剂沸点和相对密度表.....	198
5	水的蒸气压力表.....	198
6	常用试剂浓度表.....	198
7	压力换算表.....	199

主要参考书目.....	200
-------------	-----

第一部分 实验基本知识和技术

有机化学实验是化学学科的一门重要的基础课,其教学目的是培养学生掌握有机化学的基本知识、基本操作及基本技术,掌握一般有机化合物的合成方法、常用物理常数的测定,初步掌握有机化合物的化学定性和光谱鉴定方法等。通过实验操作,加深对有机化学基本理论、有机化合物的性质与反应的理解,培养学生严谨的科学态度和良好的实验习惯,使学生具备扎实的基本操作能力和初步的设计实验的能力。

一、有机化学实验基本知识

(一) 实验室守则

有机化学实验中经常用到一些易燃、易爆的药品(如乙醇、苯和乙醚等)和腐蚀性的药品(如浓硫酸、浓硝酸、浓盐酸、烧碱等),实验过程中经常使用玻璃器皿、燃气、电器设备等。因此,在实验过程中要时刻注意安全问题,特别是对于刚刚接触有机实验的低年级学生,更要认真做好课前预习,了解所做实验中用到的物品和仪器的性能、用途、可能出现的问题及预防措施,并严格按照操作规程进行实验,确保实验的顺利进行。

1. 熟悉实验室水、电、燃气的阀门、消防器材、洗眼器与紧急淋浴器的位置和使用方法。熟悉实验室安全出口和紧急情况时的逃生路线。

2. 掌握实验室安全与急救常识,进入实验室应穿实验服并根据需要佩戴防护眼镜。实验服要长袖和过膝,不准穿短裤、拖鞋或凉鞋进行实验。书包、衣物及与实验无关物品应放在远离实验台的衣物柜中。要保持实验室的良好秩序,不允许在实验室戴耳机、打电话、吸烟或进食。

3. 实验前认真预习,了解实验目的、原理、合成路线以及实验过程可能出现的问题,查阅有关文献,明确各化合物的物理化学性质,最后写出预习报告。

4. 实验开始前先检查仪器是否完好无损(如玻璃器皿是否破裂,接口是否结合紧密,电器线路、接地是否完好等),装置是否正确。

5. 严格按照实验步骤进行实验,注意观察实验现象并如实记录。

6. 严防水银等有毒物质流失而污染实验室,破损温度计及发生意外事故要及时向教师报告并采取必要的措施;重做实验必须经实验指导教师批准;损坏仪器、设备应如实说明情况并按规定予以赔偿。

7. 保持实验室桌面、地面、水池清洁,废纸、火柴杆等杂物不要扔进水槽以免堵塞,废弃有机溶剂要倒入指定的回收瓶,废液及废渣不许倒进水池,必须倒在指定的废液缸中,实验开始前和结束后要清洁自己的实验台,离开时要将公用仪器摆放整齐。

8. 保持实验台整洁,取用试剂要小心,防止试剂撒在实验台上,撒落的试剂要及时处理;称量纸要预先准备好,称量后要将自己的称量纸带走,天平(或台秤)归零;防止皮肤直接接触实验

试剂,否则应及时清洗。

9. 节约水、电、燃气及其它消耗品,严格控制试剂用量;公用仪器和试剂用完要放回原处,不得将实验所用仪器、试剂带出实验室。

10. 实验结束后,应将自己位置的实验台整理好,关闭水、电、燃气,认真洗手,实验记录交教师审阅、签字后方可离开实验室;值日生要做好清洁卫生工作,检查实验室安全,关好门、窗,检查水、电、燃气阀门,待教师检查同意后方可离开实验室。

(二) 实验室的安全常识

1. 有机实验安全注意事项

有机化学实验除了实验中经常使用易燃、易爆、有毒和腐蚀性的药品以及易碎的玻璃仪器外,反应产生的副产物和性质尚不清楚的产物也存在较高的危险性。如果操作不当,有可能发生着火、爆炸、割伤、烧伤或中毒等事故。但是只要采取适当的防护措施,严格遵守操作规程,这些事故就可以不发生或少发生,即使发生事故,也能够及时得到妥善处理。因此,所有参与实验的人员都要掌握必要的安全常识并在实验过程中随时保持警惕,对实验室内的异常现象(包括声音、气味等)要保持警觉,及时查明原因并正确处理。

实验室的安全关系到每个人的生命安危,无论是刚进实验室的新同学,还是有多多年经验的教师和技术人员,都要随时注意,麻痹不得。必须指出的是,对于安全性不确定的实验一定要做好防护工作,不允许存在任何侥幸心理。对实验内容的无知以及实验过程中的急躁情绪往往会酿成实验事故,危害自己和他人的安全。

进入实验室要做好个人的防护,建议穿白色实验服,便于及时发现沾上的药品,更好的起到保护作用。实验进行时应经常注意仪器有无漏气、碎裂,反应进行是否正常,蒸馏、回流和加热用仪器,一定要与大气相通。凡可能发生危险的实验,应采取必要的防护措施,在操作时应加置防护屏或戴防护眼镜、面罩和手套等。

熟悉消防器材如石棉布、沙箱、灭火器以及急救箱的放置地点和使用方法。

2. 事故的预防和处理

实验中如果按照操作规程操作,多数事故是可以预防的。

(1) 实验中使用的有机溶剂大多易燃,如乙醚、苯、乙醇、丙酮等,不能用烧杯等敞口容器盛装,更不能直接加热易燃液体,装有易燃有机溶剂的容器不得靠近火源,数量较多的易燃有机溶剂,应放在危险药品柜内。而蒸馏乙醚或二硫化碳时应采用水浴加热,并远离火源。

(2) 易燃有机溶剂(特别是低沸点易燃溶剂)室温时具有较大的蒸气压,空气中混杂的易燃有机溶剂的蒸气达到某一极限时,遇有明火即发生燃烧爆炸;有机溶剂蒸气都比空气的相对密度大,会沿着桌面或地面飘移至较远处,或沉积在低洼处。因此,切勿将易燃溶剂倒入废液缸内,用过的溶剂要设法回收。倾倒易燃溶剂应远离火源,最好在通风橱中进行。蒸馏易燃溶剂(特别是低沸点易燃溶剂,如乙醚)时,整套装置切勿漏气,接收器支管应与橡皮管相连,使余气通往水槽或室外。

(3) 使用易燃、易爆气体(如氢气、乙炔等时),要保持室内空气流通,严禁明火并应防止一切火星的发生,如由于敲击、电器的开关等所产生的火花,有些机械搅拌器的电刷也极易产生火花,应避免使用,禁止在此环境内使用移动电话。

(4) 常压蒸馏操作时,蒸馏装置不能完全密闭。减压蒸馏时,要用圆底烧瓶或吸滤瓶作接收

器,不可用锥形瓶,否则由于受力不均可能发生炸裂。回流或蒸馏液体时应放沸石或在搅拌下进行,以防溶液因过热暴沸而冲出。若在加热后发现未放沸石,则应停止加热,待稍冷后再放,否则在过热溶液中放入沸石会导致液体迅速沸腾,冲出瓶外而引起火灾。不要用火直接加热烧瓶,而应根据液体沸点高低使用石棉网、油浴或水浴。冷凝水要保持畅通,若冷凝管忘记通水,大量蒸气来不及冷凝而逸出,也易造成火灾。

(5) 有些有机化合物遇氧化剂时会发生猛烈爆炸或燃烧,操作时应特别小心;存放试剂时,应将氯酸钾、过氧化物、浓硝酸等强氧化剂和有机药品分开。金属钠、钾遇水容易起火爆炸,不能露置空气中,应保存在石蜡或煤油中;用过的残渣必须及时回收,或用乙醇处理。

(6) 开启存有挥发性药品的瓶塞和安瓿时,必须注意瓶内所盛物品的性质,充分冷却,然后开启(开启安瓿时需要用布包裹);开启时瓶口须指向无人处,以免液体喷溅伤人。如遇瓶塞不易开启时,切不可用火加热或乱敲瓶塞。

(7) 有些实验可能生成有危险性的化合物,操作时须特别小心。有些类型的化合物具有爆炸性,如叠氮化物、干燥的重氮盐、硝酸酯、多硝基化合物等,使用时须严格遵守操作规程。有些有机化合物如醚或共轭烯烃,久置后会生成易爆炸的过氧化物,须特殊处理后才能应用。

(8) 有毒试剂应根据其性质认真操作,妥善保管。实验室所用的剧毒物应由专人负责收发,并向使用者提出必须遵守的有关操作规程。实验后的有毒残渣必须妥善处理。在接触固体或液体有毒物时,必须戴橡皮手套,操作后立即洗手。

(9) 在反应过程中可能生成有毒或有腐蚀性气体的实验,应在通风橱中进行。

(10) 使用电器时,应防止人体与电器导电部分直接接触,不能用湿的手接触插头。为了防止触电,仪器装置和设备的金属外壳应连接地线。实验后应先切断电源,再将连接电源的插头拔下。

如果操作不慎,造成实验事故,切不要惊慌,只要采取正确的处理方法,可以防止事故扩大,下面介绍一下实验室经常遇到的一些事故的预防及处理方法。

(1) 割伤是实验中最常见的事故之一。为了避免割伤应注意以下几点:玻璃管或玻璃棒折断时不能用力过猛,以防破碎。截断后断面锋利,应在小火上烧熔使之变圆滑;将玻璃管或温度计插入塞子或橡皮管中时,应先检查塞孔大小是否合适,再涂点水或甘油润滑后,用布裹住逐渐旋转而入,同时拿玻璃管的手应靠近塞子,否则易使玻璃管折断,引起严重割伤;打扫桌面上碎玻璃及毛细管时,要小心以避免划伤。发生割伤事故要及时处理,取出伤口内的玻璃碴,用水洗净伤口,用创可贴贴紧或涂以碘酒消毒后包扎,严重者要送医院治疗。

(2) 皮肤接触火焰或灼热物体(如烧热的铁圈、煤气灯管、玻璃管等)会造成灼伤,可涂以凡士林或烫伤膏,重伤者要请医生处理。如遇化学试剂灼伤,要根据不同情况采取不同的处理方法:因酸或碱灼伤时,应先用大量水冲洗,酸灼伤再用1%碳酸氢钠溶液冲洗,碱灼伤再用1%硼酸溶液冲洗,最后用水冲洗片刻,涂少量油脂;如酸引起的灼伤特别严重,应立即用水冲洗后用乙醇或2%硫代硫酸钠溶液洗至患处不再有黄色,再用甘油按摩,保持皮肤滋润;试剂溅入眼内,应立即用水冲洗15 min,并尽快送医院治疗。

(3) 着火是有机实验室内经常面临的危险,如发生着火事故,切勿惊慌,实验室起火一般是由少量溶剂引起的,刚开始很容易控制,只要处理得当,一般不会造成严重的危害。水一般不能用来扑灭有机物着火,因为有机物往往比水轻,泼水后火不但不会熄灭,有机物反而漂浮在水面上燃烧;少量溶剂着火,可用湿布或石棉布盖灭;如火势较大,首先要切断电源,关闭燃气开关,移

开未着火的易燃物,然后根据易燃物的性质设法扑灭;油脂、电器及贵重仪器等着火时,要用二氧化碳灭火器灭火,灭火后不留痕迹,使用时应打开灭火器上面的开关,对准火源喷射,要注意手不能握住喇叭筒,以免冻伤;泡沫灭火器虽具有较好的灭火性能,但喷出大量碳酸氢钠和氢氧化铝,会给后处理带来困难;如遇金属钠着火,要用细沙或石棉布扑灭;衣服着火时,不要在室内乱跑,应就近用水扑灭或卧倒打滚,闷熄火焰。

(4) 在实验时也可能发生爆炸事故,应引起高度重视。为杜绝事故,应注意下列几点:使用易燃易爆物(如乙炔、氢气、过氧化物、重氮盐等)或遇水易爆炸的物质(如钠,钾等),应严格按操作规程进行;浓硝酸、高氯酸和过氧化氢等氧化剂与有机物接触,极易引起爆炸,使用时应特别小心;有的放热反应过于猛烈,生成大量气体,可能会引起爆炸,所以应根据不同情况,采取控制加料速度、冷冻或防护措施(如防护面罩、安全屏等);常压蒸馏或加热回流时,切勿在封闭系统内进行,并经常检查仪器各部分有无堵塞现象。减压蒸馏时,不得使用受压不均的仪器(如锥形瓶等),必要时戴上防护面罩;发现燃气管、阀门漏气时,应立即关闭总阀门,打开窗户,并通知有关人员进行修理。

(5) 化学试剂大多具有毒性,可引起急性或慢性中毒。产生中毒的主要原因是皮肤或呼吸道接触有毒试剂所引起。为了防止中毒,除了保持室内通风,勤洗手外,还要注意下列几点:称量任何化学试剂都应使用药勺等工具移取,不得用手直接接触,更不能触及伤口。若试剂沾在皮肤上应及时用水冲洗干净;处理有毒物质(如氰化物、汞化物、硫酸二甲酯、有机磷和生物碱等)和腐蚀性物质(如溴、卤化氢、硫酸和硝酸等)应在通风橱中进行,并戴上防护眼镜和橡皮手套;对沾染过有毒物质的仪器、用具以及因打破温度计而洒出的水银,要采取适当的方法及时处理。若出现中毒症状,应到空气清新地方休息,严重者应及时送医院治疗。

(三) 有机化学实验的预习、记录与实验报告

1. 预习

在实验之前做好充分的预习是做好有机实验的前提。首先必须阅读本书第一部分的有关内容,明确有机实验的目的要求,了解实验室安全规则。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,此外还需要查阅有关化合物的物理常数,熟悉所用试剂的性质和仪器的使用方法,安排好实验计划并按要求在实验记录本上写出预习报告,预习报告包括以下几方面:

- (1) 实验题目。
- (2) 实验目的。
- (3) 实验原理,反应方程式(包括主要副反应)。
- (4) 主要试剂和主、副产物的物理常数。
- (5) 实验装置图。
- (6) 以简要形式写出主要实验步骤,教材中的文字叙述可用符号、箭头等简化形式表示。

预习时要清楚书后的提示和问题,特别是对注意事项的理解,记录本须用实验室统一要求的实验报告本,实验记录要编写页码和日期,不可随便撕扯、掉页。

2. 实验记录与产物保存

认真作好实验记录是每个实验人员必须做到的。实验记录是研究工作的原始记载,是整理实验报告和研究论文的根本依据,实验记录也是培养学生严谨的科学作风和良好工作习惯的重

要环节。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准确地记录于实验记录本中。实验记录应该反映实验中的真实情况,不得抄袭他人的数据或内容,应根据自己的实验事实如实地、科学地记录,绝不可臆造。实验记录应尽可能详细,有些数据宁可在整理实验报告时舍去,也不要因为缺少数据而浪费时间重新做实验。实验时要边做边记,回忆容易造成漏记和误记,影响实验结果的准确性和可靠性。

实验记录要实事求是,要如实地反映实验进行的情况,特别是当发生的现象和预期相反,或与教材所叙述的内容不一致时,应记下实验的真实情况,以便探讨其原因。当实验记录完成时,别人应能看懂所记录的内容,了解该实验在做什么,如何做,得到了什么结果,并能根据记录重复该实验的全部内容。

实验结束后应将实验预习报告和产品同时交给教师审阅。液体产品应盛于细口瓶中并塞好,固体则应装入广口瓶内。瓶上需贴有剪好的标签纸,以标明产物的名称、熔点或沸点、产量、实验人的姓名和日期等。

3. 实验报告

写实验报告,分析实验现象,归纳整理实验结果,是把实验中直接得到的感性认识上升到理性思维阶段的必要一步。实验操作完成后,必须根据自己的实验记录进行归纳总结。用简明扼要的文字、条理清晰地写出实验报告,应对反应现象给予讨论,对操作中的经验教训和实验中存在的问题提出改进性建议。

(1) 合成实验报告的内容

- ① 实验目的。
- ② 反应原理,主、副反应方程式。
- ③ 主要试剂及主、副产物的物理常数。
- ④ 主要仪器名称、规格。
- ⑤ 主要试剂名称、用量。
- ⑥ 实验装置图。
- ⑦ 实验步骤及现象。
- ⑧ 产品产率计算。
- ⑨ 产品纯化原理。
- ⑩ 回答问题及讨论。

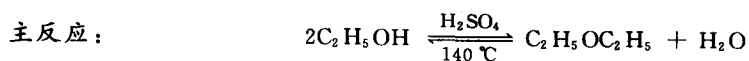
(2) 合成实验报告示例

实验×× 乙醚的合成

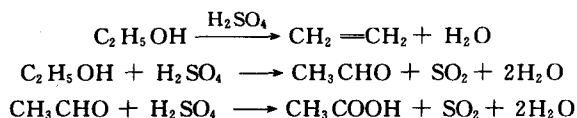
一、实验目的

1. 了解酸催化作用下乙醇分子间脱水制备乙醚的实验原理及方法。
2. 掌握通过控制反应温度来控制反应进行的方法。
3. 熟悉低沸点有机化合物的蒸馏及其需注意的问题。

二、实验原理



副反应:



三、物理常数

名称	相对分子质量	含量	性状	相对密度(d_4^{20})	熔点/ $^{\circ}\text{C}$	沸点/ $^{\circ}\text{C}$	其它
乙醚	74.12	99%	无色液体	0.7138	-116.2	34.5	微溶于水
硫酸	98.07	98%	无色黏稠液体	1.8361	10.0	290.0	与水互溶,放热
乙醇	46.07	95%	无色液体	0.8042	-117.3	78.5	与水互溶

四、主要仪器名称、规格

三颈烧瓶	125 mL
滴液漏斗	60 mL
分液漏斗	125 mL
直形冷凝管	20 cm
接液管	
蒸馏烧瓶	50 mL

五、主要试剂名称、用量

乙醇(95%)	30 g(38 mL, 0.63 mol)
浓硫酸	23 g(12.5 mL, 0.23 mol)
饱和氯化钙溶液	10 mL
饱和氯化钠溶液	10 mL
5%氢氧化钠溶液	10 mL

六、实验装置

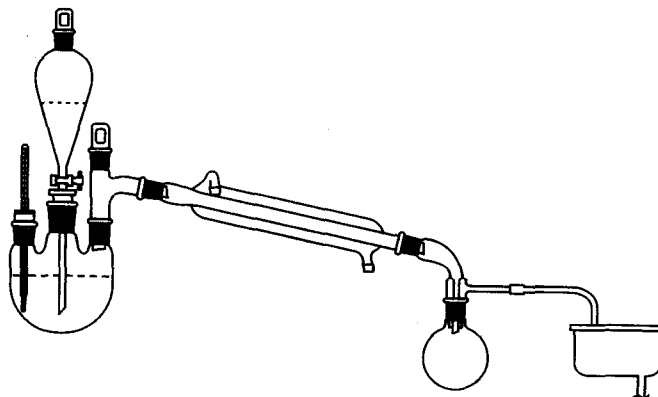


图 0-1 乙醚制备装置

七、实验步骤及现象

步 骤	现 象
1. 按图装好实验装置	
2. 在 100 mL 锥形瓶中,加入 13 mL 95% 乙醇,于冰水浴中边摇边缓慢加入 12.5 mL 浓 H ₂ SO ₄ ,混合均匀,将上述溶液转入三颈烧瓶中	瓶内有少许白烟,放热
3. 取 25 mL 95% 乙醇加入滴液漏斗中,加入沸石,在石棉网上加热,使温度迅速升至 140 °C	温度计温度迅速上升,溶液慢慢变黄,瓶内有大量白烟(SO ₂) 有馏分蒸出,温度保持不变
4. 由滴液漏斗慢慢滴加乙醇使滴加速度与蒸馏液馏出速度大致相等,约每秒 1 滴,保持温度在 135~145 °C	由于温度控制不好,有约 5 min 时间温度达到 148 °C
5. 乙醇加完,继续加热至 160 °C,停火	温度上升,液温 160 °C 停止
6. 馏出物转入 125 mL 分液漏斗中,分别用 7.5 mL 5% NaOH 溶液 7.5 mL 饱和 NaCl 溶液 7.5 mL 饱和 CaCl ₂ 溶液各洗一次	振荡后静止分层 醚层(上层)澄清,下层弃去 重复操作,上层、下层皆澄清 上层澄清,下层混浊,溶液无色 澄清
7. 分出下层,将醚层从分液漏斗上口倒入 100 mL 锥形瓶中,加 2 g 粒状无水氯化钙,塞好,干燥 0.5 h 以上	
8. 将产物倾析到 50 mL 蒸馏瓶中,用热水浴(50~80 °C)加热蒸馏,收集 33~38 °C 馏分	热水浴温度 55 °C,溶液沸腾,有馏分馏出,温度上升至 34~37 °C
9. 产物外观,质量	基本无残液 得无色澄清液 8.5 g

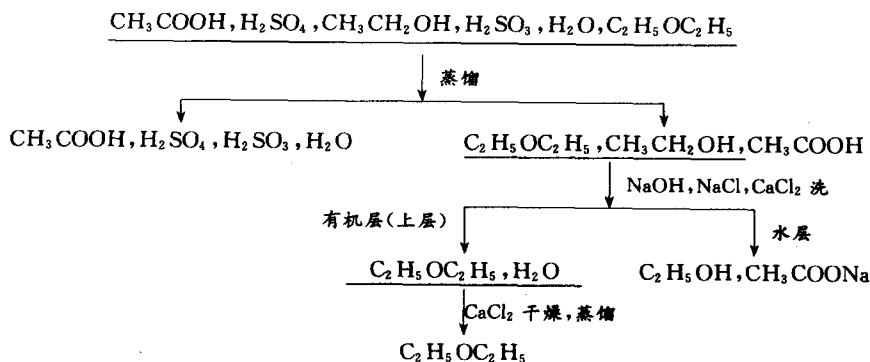
八、产率计算

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

$$\begin{aligned} \text{乙醚的理论产量} &= \frac{m(\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}) \times 95\% \times M(\text{C}_2\text{H}_5\text{OC}_2\text{H}_5)}{2 \times M(\text{C}_2\text{H}_5\text{OH})} \\ &= \frac{30 \times 95\% \times 74.12}{2 \times 46.07} = 22.9 \text{ g} \end{aligned}$$

$$\text{乙醚的产率} = \frac{8.5}{22.9} \times 100\% = 38.1\%$$

九、粗产品提纯流程



十、问题回答

1. 为什么不采用回流装置?

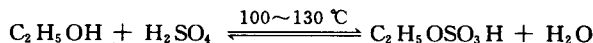
因为该实验为可逆反应,采用蒸出产物(醚和水)可推移平衡,有利于正反应进行。

2. 为什么温度计要深入液面以下?

因为要测量反应液的温度,故必须将温度计插入液面以下。

3. 为什么在开始时乙醇-浓硫酸混合液超过乙醇沸点而乙醇却蒸不出来?

因为乙醇和硫酸此时已形成硫酸氢乙酯:



十一、讨论

1. 本实验控制好温度很关键,如低于 130 °C 则不易成醚,高于 160 °C 易生成烯。

2. 控制滴加乙醇的量等于蒸出乙醚的量,如乙醇滴得太快反应来不及进行就将被蒸出,乙醇滴得过慢则会延长反应时间。

3. 乙醚沸点较低,故接收器应放在冷水浴中以减少挥发损失,另外支管通入水槽或窗外是防止蒸气与空气混合形成爆炸性气体,以保证安全。

4. 用分液漏斗洗涤乙醚时要注意放气,以免乙醚挥发造成内压过大,冲开塞子或漏液。

5. 蒸馏乙醚不能用明火加热水浴锅,水要在通风橱内预先加热,水温要适当(50~80 °C)。

6. 在蒸馏乙醚时温度控制不好,有一段时间超过 145 °C,可能会影响收率。

(四) 有机化学实验常用工具书、期刊文献与网络资源

查阅文献资料是化学工作者的基本功,特别是在科研工作中,通过文献可以了解相关研究方向的研究现状与最新进展,目前有与有机化学相关的文献资料已经相当丰富,许多文献如化学辞典、手册、理化数据和光谱资料等,其数据来源可靠,查阅简便,并不断进行补充更新,是有机化学的知识宝库,也是化学工作者学习和研究的有力工具。随着计算机技术与互联网技术的发展,网上文献资源将发挥越来越重要的作用,了解一些与有机化学有关的网上资源对于我们做好有机化学实验是非常有帮助的。文献资料和网络化学资源不仅可以帮助了解有机物的物理性质、解释实验现象、预测实验结果和选择正确的合成方法,而且还可使实验人员避免重复劳动,取得事半功倍的实验效果。

1. 常用工具书

(1) 精细化学品制备手册

章思规,辛忠主编,科学技术文献出版社出版,1994 年第 1 版。单元反应部分共十二章,分章介绍磺化、硝化、卤化、还原、胺化、烷基化、氧化、酰化、羟基化、酯化、成环缩合、重氮化与偶合,从工业实用角度介绍这些单元反应的一般规律和工业应用。实例部分收入大约 1 200 个条目,大体上按上述单元反应的顺序编排。实例条目以产品为中心,每一条目按条目标题(中文名称、英文名称)、结构式、分子式和相对分子质量、别名、性状、生产方法、产品规格、原料消耗、用途、危险性、国内生产厂和参考文献等顺序作介绍,便于读者查阅。

(2) Handbook of Chemistry and Physics

这是美国化学橡胶公司出版的一本(英文)化学与物理手册。它初版于1913年,每隔一至二年再版一次。过去都是分上、下两册,从51版开始变为一册。该书内容分六个方面:数学用表,元素和无机化合物,有机化合物,普通化学,普通物理常数和其它。

在“有机化合物”部分中,按照1979年国际纯粹与应用化学联合会对化合物命名的原则,列出了15031条常见有机化合物的物理常数,并按照有机化合物英文名称的字母顺序排列。查阅时首先要知道化合物的英文名称,便可很快查出所需要的化合物分子式及其物理常数,如果不知道该化合物的英文名称,也可在分子式索引(Formula Index)中查取(61版无分子式索引)。分子式索引是按碳、氢、氧的数目顺序排列的。例如,乙醇的分子式为 C_2H_6O ,则在 C_2 部分即可找到 C_2H_6O 。如果化合物分子式中碳、氢、氧的数目较多,在该分子式后面附有不同结构的化合物的编号,再根据编号则可以找出要查的化合物。由于有机化合物有同分异构现象,因此在一个分子式下面常有许多编号,需要逐条去查。

(3) Aldrich

美国Aldrich化学试剂公司出版。这是一本化学试剂目录,它收集了1.8万余个化合物。一个化合物作为一个条目,内含相对分子质量、分子式、沸点、折光率、熔点等数据,较复杂的化合物还附了结构式,并给出了部分化合物核磁共振和红外光谱谱图的出处。每个化合物都给出了不同包装的价格,这对有机合成、订购试剂和比较各类化合物的价格很有好处。书后附有分子式索引,便于查找,并列出了化学实验中常用仪器的名称、图形和规格。每年出一本新书,免费赠阅。

(4) Acros catalogue of fine chemicals

Acros公司的化学试剂手册,与Aldrich类似,也是化学试剂目录,包含熔点、沸点等常用物理常数,2005年版新增了以人民币计算的试剂价格,每年出一册,国内可向百灵威公司索取。

(5) The Merk Index, 9th Ed

这是一本非常详尽的化工工具书,主要是有机化合物和药物。它收集了近一万种化合物的性质、制法和用途,4500多个结构式及4.2万条化学产品和药物的命名。化合物按名称字母的顺序排列,冠有流水号,依次列出1972—1976年汇集的化学文摘名称以及可供选用的化学名称、药物编码、商品名、化学式、相对分子质量、文献、结构式、物理数据、标题化合物和衍生物的普通名称与商品名。在Organic Name Reactions部分中,对在国外文献资料中以人名来称呼的反应作了简单的介绍。一般是用方程式来表明反应的原料、产物及主要反应条件,并指出最初发表论文的作者和出处,同时将有关这个反应的综述性文献资料的出处一并列出,便于进一步查阅。

(6) Dictionary of Organic Compounds, 6th Ed

本书收集常见的有机化合物近3万条,连同衍生物在内共约6万余条。内容为有机化合物的组成、分子式、结构式、来源、性状、物理常数、化合物性质及其衍生物等,并给出了制备化合物的主要文献资料,各化合物按名称的英文字母顺序排列。本书自第6版以后,每年出一补编,到1988年已出了第6补编。该书已有中文译本名为《汉译海氏有机化合物辞典》,中文译本仍按化合物英文名称的字母顺序排列,在英文名称后面附有中文名称。因此,在使用中文译本时,仍然需要知道化合物的英文名称。

(7) Beilstein Handbuch der Organischen Chemie(贝尔斯坦有机化学大全)

贝尔斯坦有机化学大全从性质上讲是一个手册,它从期刊、会议论文集和专利等方面收集有确定结构的有机化合物的最新资料汇编成的,对于有机化学工作者是一套重要的工具书,对物理化学及其他化学工作者也是非常有用的。贝尔斯坦有机化学大全是由留学德国的俄国人贝尔斯坦(Beilstein F K)所编,由此得名。创刊于1881年,后几次再版,现在使用的是1918年开始发行的第四版共31卷,称为正篇(Hauptwerk,简称H),收集内容到1909年为止,第1~27卷为正篇的主要内容,第28~29卷为索引,第30卷为多异戊二烯,第31卷为糖(以后此两卷内容并入其它各卷,取消此两卷)。收集1910—1919年间资料补充正篇的内容为第一补篇(Erganzungswerk,简称E。E1表示第一补篇)。

(8) Organic Synthesis

本书最初由Adams R和Gilman H主编,后由Blatt A H担任主编。于1921年开始出版,每年一卷,1988年为66卷。本书主要介绍各种有机化合物的制备方法;也介绍了一些有用的无机试剂制备方法。书中对一些特殊的仪器、装置往往是同时用文字和图形来说明。书中所选实验步骤叙述得非常详细,并有附注介绍作者的经验及注意点。书中每个实验步骤都经过其他人的核对,因此内容成熟可靠,是有机制备的优秀参考书。

另外,本书每十卷有合订本(Collective Volume),卷末附有分子式、反应类型、化合物类型、主题等索引。在1976年还出版了合订本1~5集(即1~49卷)的累积索引,可供阅读时查考。54卷、59卷、64卷的卷末附有包括本卷在内的前5卷的作者和主题累积索引;每卷末也有本卷的作者和主题索引。另外,该书合订本的第1,2,3集已分别译成中文。

(9) Organic Reactions

本书由Adams R主编,自1951年开始出版,刊期不固定,约为一年半出一卷,1988年已出35卷。本书主要是介绍有机化学有理论价值和实际意义的反应。每个反应都分别由在该方面有一定经验的人来撰写。书中对有机反应的机理、应用范围、反应条件等都作了详尽的讨论。并用图表指出在这个反应的研究工作中作过哪些工作。卷末有以前各卷的作者索引、章节和题目索引。

(10) Text Book of Practical Organic Chemistry, 5th Ed

Furniss B S, Hannaford A J, Smith P W G, Tachell A R编写,由Longman scientific & technical于1989年出版,内容包括有机化学实验的安全常识、有机化学基本知识、常用仪器、常用试剂的制备方法、常用的合成技术,以及各类典型有机化合物的制备方法。所列出的典型反应数据可靠,是一本比较好的实验参考书。

2. 常用期刊文献

(1) 中国科学,月刊,于1951年创刊。原为英文版,自1972年开始出中文和英文两种文字版本。刊登我国各个自然科学领域中有水平的研究成果。中国科学分为A、B两辑,B辑主要包括化学、生命科学、地学方面的学术论文。

(2) 科学通报,半月刊(1950年创刊),它是自然科学综合性学术刊物,有中、外文两种版本。

(3) 化学学报,月刊(1933年创刊),原名中国化学会会志,主要刊登化学方面有创造性的、高水平的学术论文。

(4) 高等学校化学学报,月刊(1980年创刊),是化学学科综合性学术期刊。除重点报道我国高校师生创造性的研究成果外,还反映我国化学学科其它各方面研究人员的最新研究成果。