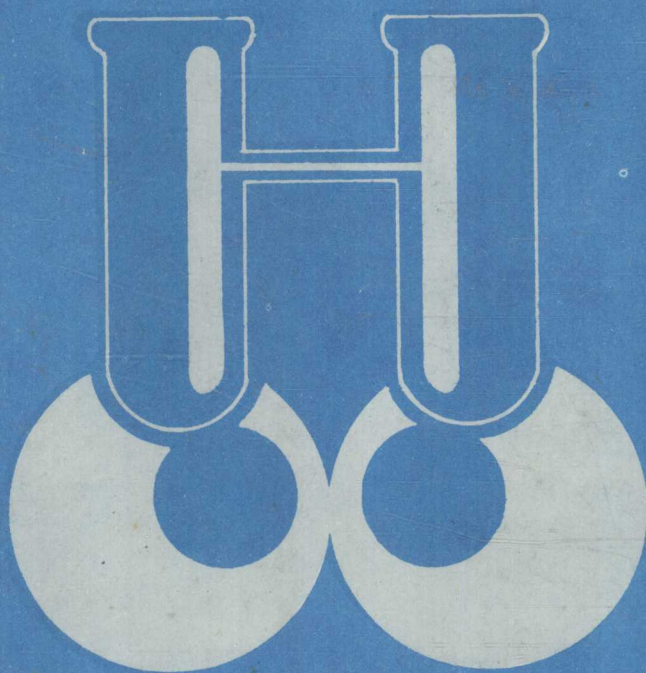


高等学校试用教材

有机化学实验

姚映钦 主编



武汉工业大学出版社

高等学校试用教材

有机化学实验

姚映钦 主编

武汉工业大学出版社

023

(鄂)新登字 13 号

内 容 提 要

本书包括有机化学实验的基本知识、基本操作、有机化合物的制备、有机化合物的性质试验、附录等五部分内容,共 29 个实验。可供高等工业学校工科少学时各类型专业作实验教材,也可供其他类型学校的有关专业参考使用。

图书在版编目(CIP)数据

有机化学实验/姚映钦 编著. —武汉:武汉工业大学出版社,1995. 8

ISBN 7—5629—0993—8/O · 4 8

I. 有…

II. 姚…

III. 有机化学—实验—基本知识

IV. O62—33

中国版本图书馆 CIP 数据核字(95)第 08382 号

武汉工业大学出版社出版

新华书店湖北发行所发行 各地新华书店经销

武汉工业大学出版社中南三〇九印刷厂印刷

*

开本:787×1092 1/16 印张:8.25 字数:200 千字

1995 年 8 月第 1 版 1995 年 8 月第 1 次印刷

印数:1—4000 册

定价:4.80 元

前 言

本书是根据国家教委工科有机化学课程教学指导委员会 1992 年审定的《高等工业学校有机化学课程教学基本要求》(70~80 学时)对实验教学的要求编写的。可供高等工业学校工科少学时各类型专业作实验教材,也可供其他类型学校的有关专业参考使用。

全书包括有机化学实验的基本知识、基本操作、有机化合物的制备、有机化合物的性质试验及附录等五个方面的内容。其中,在基本操作部分简要地介绍了基本原理和注意事项,部分项目中还编写了基本操作实验内容,使用时可根据实际情况将基本操作和有机化合物的性质试验独立进行训练,或者结合到某些化合物的制备过程中进行。全书共 29 个实验。

考虑到教材能够在满足教学基本要求的前提下,在使用时有一定的选择余地和对学生的参考价值,因此书中的内容较目前教学学时要多一些,在教学中可以根据实际情况自行取舍。

本书由武汉大学黄涛、黄素秋教授主审,武汉工业大学胡晋昌副教授参审。

在本书的编写、修改和出版过程中,清华大学刘庄教授、邢玉方高级工程师、天津大学高鸿宾教授、武汉大学黄涛教授、黄素秋教授、武汉工业大学帅上兰高级工程师等给予了热情的指导和鼓励,并得到武汉工业大学有机教研室全体教师的大力支持和帮助,张金亮同志担任了大部分的绘图工作。在此一并致以深切的谢意。

参加本书编写工作的有武汉工业大学姚映钦、刘军、王典芬和西南工学院王兴明。最后由姚映钦统一整理定稿。

由于我们的水平所限和经验不足,书中错误和遗漏之处在所难免,敬请各校教师和读者批评指正。

编者

目 录

第一部分 有机化学实验的基本知识	(1)
第一节 有机化学实验室规则	(1)
第二节 有机化学实验的安全常识	(1)
第三节 有机化学实验常用玻璃仪器和设备	(3)
第四节 玻璃仪器的洗涤和干燥	(8)
第五节 玻璃仪器的选择与安装	(9)
第六节 有机化学实验报告的基本要求	(10)
第二部分 基本操作	(13)
第一节 简单的玻璃工操作和塞子的配置	(13)
实验一 简单的玻璃工操作	(17)
第二节 加热和冷却	(19)
第三节 重结晶提纯法	(20)
实验二 重结晶	(24)
第四节 熔点的测定和温度计的校正	(26)
实验三 熔点和沸点的测定	(30)
第五节 蒸馏和分馏	(32)
实验四 简单蒸馏和分馏	(37)
第六节 萃取和洗涤	(38)
第七节 回流	(43)
实验五 几何异构体的互变试验	(44)
第八节 搅拌与搅拌装置	(45)
第九节 折光率及其测定	(47)
第十节 密度及其测定	(50)
第十一节 旋光度及其测定	(51)
实验六 旋光度的测定	(54)
第十二节 水蒸气蒸馏	(55)
第十三节 减压蒸馏	(58)
第十四节 有机化合物的干燥和干燥剂	(63)
实验七 无水乙醇的制备	(65)
第十五节 红外光谱法鉴定有机化合物的结构	(66)
实验八 合成环己酮产品的 IR 鉴定	(71)
第三部分 有机化合物的制备	(73)
第一节 实验九 环己烯的制备	(73)
第二节 实验十 正溴丁烷的制备	(74)
第三节 实验十一 正丁醚的制备	(76)

第四节	实验十二	邻、对硝基苯酚的制备	(78)
第五节	实验十三	环己酮的制备	(79)
第六节	实验十四	己二酸的制备	(81)
第七节	实验十五	苯甲酸的制备	(82)
第八节	实验十六	乙酸乙酯的制备	(85)
第九节	实验十七	邻苯二甲酸二正丁酯的制备	(87)
第十节	实验十八	乙酰苯胺的制备	(88)
第十一节	实验十九	苯甲醇和苯甲酸的制备	(90)
第十二节	实验二十	甲基橙的制备	(92)
第十三节	实验二十一	脲醛树脂的合成	(94)
第四部分		有机化合物的性质试验	(97)
第一节		烃的性质	(97)
第二节		卤代烃的性质	(98)
第三节		醇和酚的性质	(98)
第四节		醛和酮的性质	(100)
第五节		羧酸及其衍生物的性质	(101)
第六节		胺的性质	(101)
第七节		糖类化合物的性质	(102)
第八节		氨基酸和蛋白质的性质	(104)
第五部分		附录	(107)
附录一		常用有机试剂的配制	(107)
附录二		几种洗液的配制	(108)
附录三		乙醇水溶液的浓度与相对密度表	(108)
附录四		常用有机溶剂的沸点和相对密度表	(109)
附录五		常用酸碱溶液的相对密度和浓度	(109)
附录六		常见有机化合物的溶解度	(111)
附录七		易燃物质的闪点和爆炸极限	(113)
附录八		酸碱指示剂的变色范围	(115)
附录九		常用元素的相对原子质量表	(115)
附录十		理化手册中有机物的物理常数的英文及其缩写	(115)
附录十一		常见有机含碳基团的构造、中英文名称及其缩写对照表	(117)
附录十二		有机化合物中数字字头的英文名称	(117)
附录十三		常用希腊字母读音	(118)
附录十四		常见有机化合物的物理常数	(119)
参考文献			(125)
学生实验仪器单			(127)

第一部分 有机化学实验的基本知识

第一节 有机化学实验室规则

有机化学实验是有机化学学科的基础,是学习有机化学的一个重要方面。为了保证有机化学实验正常进行,培养严谨的工作态度和良好的实验习惯,要求学生必须严格遵守下列规则:

(1)充分准备

实验前要做好一切准备工作,认真预习实验教材,明确实验目的和要求,了解实验原理和内容,对所需药品、仪器及装置做到胸中有数。

(2)注意安全

熟悉实验室及周围环境,熟悉灭火器材、急救药箱的放置地点和使用方法,严格遵守实验安全守则。

(3)严谨求实

实验时要精神集中、认真操作、细致观察、积极思考、如实记录,不得用散页纸记录,不得高声喧哗、不得擅自离开实验室。

(4)遵从教师和实验室工作人员的指导

必须按照规定步骤、试剂的规格及用量进行实验,如需更改或重做,须征得指导教师的同意,以免发生意外事故。

(5)保持整洁

待用的仪器应摆得井然有序,实验装置要求安装正确、整齐、美观。暂时不用的仪器不要放在桌面上,以免碰倒损坏。废水、废纸、残渣、火柴梗和破玻璃等应分别放入指定的地方,不得乱抛乱丢。

(6)爱护公物,爱护和保管好发给自己的仪器

公用器材用后必须整理好放回原处,仪器损坏要及时报告更换,注意节约水电和药品。

(7)学生轮流值日

值日生应负责整理公用器材,打扫实验室,倒净废物缸,检查水电,关好门窗。

第二节 有机化学实验的安全常识

有机化学实验经常用到一些易燃、易爆、有毒和腐蚀性强的药品,还有易碎的玻璃仪器,若粗心大意或操作不慎都容易发生各种事故。为了预防和处理各种事故,必须重视安全操作和熟悉一般安全知识。

一、实验室安全守则

(1)实验开始前应检查仪器是否完整无损,装置是否正确稳妥。

(2)实验进行时不准随便离开岗位,要经常注意反应进行情况是否正常、有无漏气、堵塞或破裂等现象。

(3)对于估计可能发生危险的实验,要采取必要的安全措施如戴防护眼镜、面罩或穿防护衣服等。

(4)不准赤脚、穿背心或拖鞋进入实验室,严禁在实验室内吸烟或吃食物,实验结束后要细心洗手。

(5)使用电器时不能用湿手去拿插头,电器设备的金属外壳应接地线,实验完毕后应先切断电源,再拆卸装置。

(6)充分考虑如何防止事故的发生和事故发生后所应采取的安全措施。

二、事故的预防和急救措施

1. 火灾

在实验室不得将易燃液体存于敞口容器内,如需加热必须使用装有回流冷凝管的装置,并用间接加热方式进行加热;不可在加热过程中投入沸石,以防暴沸。易燃液体的转移应远离火源。

如果不幸失火,应首先关闭煤气开关和电闸,迅速移开周围的易燃物品,再进行灭火。有机实验室灭火通常不能用水,因为有机液体一般比水轻而浮在水面上,增大了与空气的接触,并且随水漂流使火势蔓延。应根据起火原因、火势的大小采取相应的灭火措施。

小器皿内溶剂或油浴起火可用石棉板或湿抹布覆盖,不要用口吹。地板和桌面烧着的液体应用细砂盖熄;电器起火,切断电源后用灭火器灭火;若衣服着火,切勿奔跑,应用厚外衣熄灭,情况危急时也可就地打滚或用毛毯裹住隔绝空气而使火熄灭。

若火势较大则应用灭火器灭火。

有人员烧伤时,轻度烧伤可用冷水或冰块迅速处理,严重烧伤应立即送往医院治疗。

2. 爆炸

为防止爆炸事故发生,使用易燃易爆(如氢气、乙炔和过氧化物)或遇水易燃易爆物质(如钾、钠等)时应特别小心,必须严格按操作规程进行。

常压操作时应保持系统与大气相通,反应进行时应经常检查仪器的各个部分有无堵塞现象;减压操作时严禁使用不耐压的仪器(如锥形瓶、平底烧瓶等);加压操作时应经常检查系统内压力是否超过负荷。

蒸馏醚类化合物之前应检查是否有过氧化物存在,如果有过氧化物存在,必须首先除去过氧化物,然后方可进行蒸馏操作,同时还须注意不能蒸干。

3. 烫伤

在玻璃工操作中最容易发生烫伤。注意不要用手去触摸未冷却的玻璃管(棒);烘干的玻璃仪器应待其冷却后再拿取。如被烫伤,轻者在伤处涂以玉树油或鞣酸油膏,重者涂以烫伤油膏后立即送往医院治疗。

4. 割伤

玻璃仪器使用不当将造成破损,玻璃碎片易割伤皮肉。若被割伤,应先把伤口内的玻璃碎片取出,经消毒后涂上红汞或碘酒,再用消毒纱布包扎;若伤口严重,应用纱布包扎或按住动脉

防止大量出血,并急送医院治疗。

5. 化学灼伤

为防止化学灼伤的发生,不可用手直接接触化学药品,药品的转移应小心进行,若不慎泼撒在桌面或地面上应立即清除干净;在加热或反应过程中,不得从试管口或烧瓶口往下观察。

如被酸、碱灼伤,应立即用大量水冲洗,然后按下列方法处理:

酸灼伤:皮肤——用 5% 碳酸氢钠溶液洗涤;

眼睛——用 1% 碳酸氢钠溶液洗涤。

碱灼伤:皮肤——用 2% 醋酸溶液洗涤;

眼睛——用 1% 硼酸溶液洗涤。

如被溴或苯酚灼伤时,先用有机溶剂(如酒精、汽油等)清洗,再用水洗涤,最后涂敷甘油或烫伤油膏。

6. 中毒

为防止中毒,应保持实验室内空气流通,不要在实验室内吃东西,不要用手直接拿取药品,若手被药品沾污应立即洗干净,实验结束后必须将手洗干净。

实验时如有中毒症状(头晕、恶心等)应立即到空气新鲜的地方休息,严重者立即送往医院治疗。

第三节 有机化学实验常用玻璃仪器和设备

一、常用玻璃仪器

有机化学实验常用玻璃仪器有普通玻璃仪器和标准磨口玻璃仪器两种,现分别介绍如下:

1. 普通玻璃仪器

有机化学实验常用的玻璃仪器如图 1-1 所示。普通玻璃仪器的口径大小不一,安装时需用软木塞或橡皮塞连接。

使用玻璃仪器时应注意轻拿轻放。玻璃仪器(除试管等少数外)不能直接用火加热;锥形瓶不耐压,不能作减压用。厚壁玻璃器皿(如抽滤瓶)不耐热,故不能加热。带活塞的玻璃器皿(如分液漏斗)用过洗净后,在活塞与磨口间垫上纸片,以防粘住。温度计必须在刻度范围内使用,不能当搅拌棒用。温度计用后要缓慢冷却,不可立即用冷水冲洗,以免炸裂或汞柱断线。

2. 标准磨口玻璃仪器

标准磨口玻璃仪器统称标准口玻璃仪器,这种仪器具有标准化、通用化和系列化的特点。常用的标准磨口有 10、14、19、24、29、34 等多种,这里的数字编号是指磨口最大端直径的毫米数。相同编号的内外磨口可以相互紧密连接。有的磨口玻璃仪器也用两个数字表示磨口大小,例如 10/30 则表示磨口最大处直径为 10mm,磨口长度为 30mm。当两种玻璃仪器因磨口编号不同无法直接连接时,可用不同编号的磨口接头使之连接起来。这样便可根据需要选配和组装各种型式的配套仪器,既可免去配塞子、钻孔等手续,又可避免反应物或产物被塞子所沾污。常用的一些标准磨口玻璃仪器如图 1-2 所示。

使用标准磨口玻璃仪器时必须注意使磨口保持洁净,不能有灰尘和砂粒,磨口一般不需涂

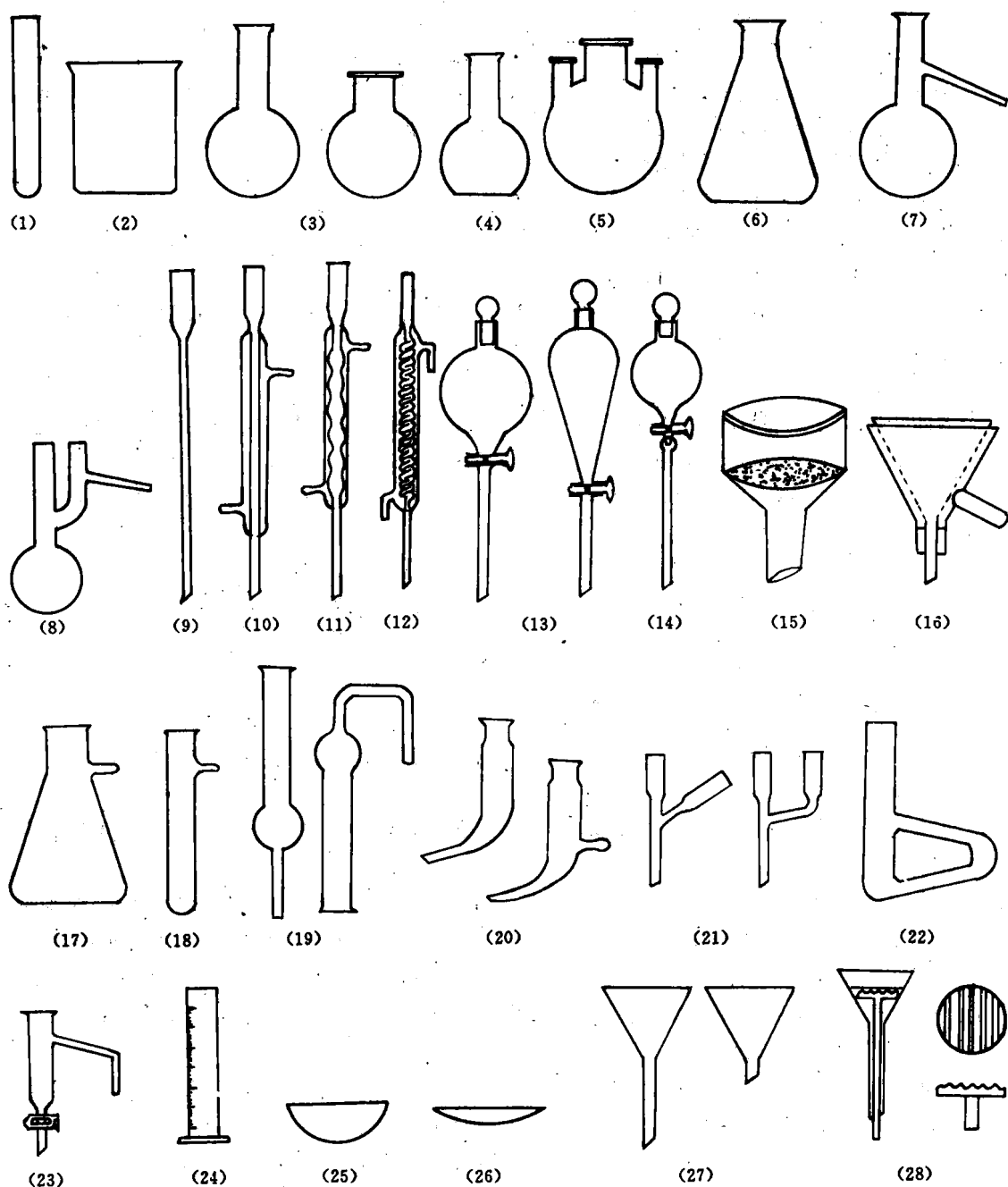


图 1-1 常用普通玻璃仪器

(1)试管;(2)烧杯;(3)圆底烧瓶;(4)平底烧瓶;(5)三口烧瓶;(6)锥形烧瓶;(7)蒸馏烧瓶;(8)克氏蒸馏烧瓶;(9)空气冷凝管;(10)直形冷凝管;(11)球形冷凝管;(12)蛇形冷凝管;(13)分液漏斗;(14)滴液漏斗;(15)布氏漏斗;(16)热水漏斗;(17)抽滤瓶;(18)抽滤管;(19)干燥管;(20)接液管;(21)Y形管;(22)熔点测定管(提勒管);(23)水分分离器(分水器);(24)量筒;(25)蒸发皿;(26)表面皿;(27)玻璃漏斗;(28)玻璃针漏斗

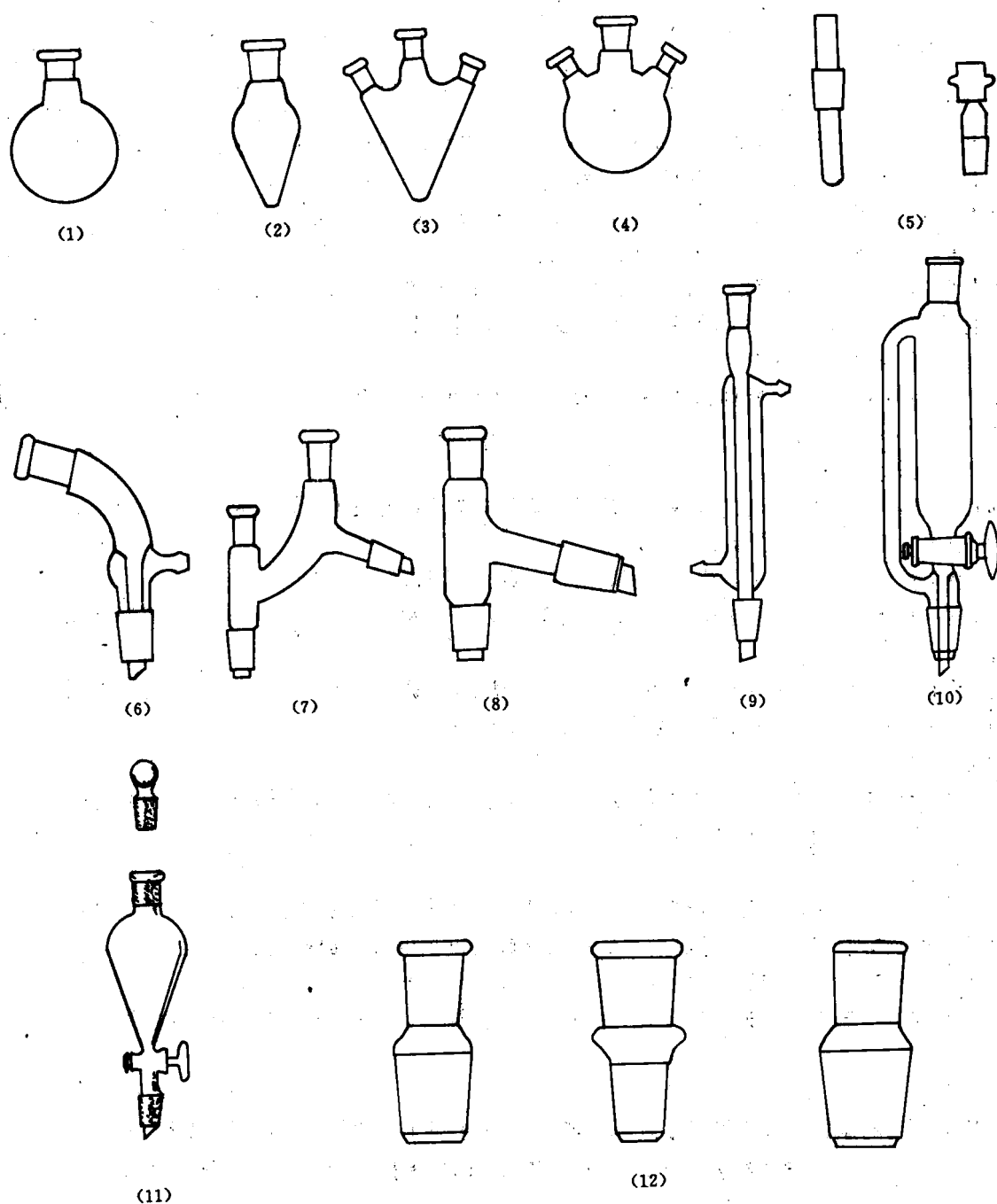


图 1-2 常用的标准磨口仪器

(1)圆底烧瓶;(2)梨形烧瓶;(3)三口梨形烧瓶;(4)三口圆底烧瓶;(5)温度计套管;(6)真空接管;
(7)克氏蒸馏头;(8)蒸馏头;(9)直形冷凝管;(10)分馏柱;(11)分液漏斗;(12)接头。

润滑剂,以免沾污反应物或产物。若反应中有强碱,则应涂润滑剂,以防磨口连接处因碱腐蚀粘牢无法拆开。仪器使用后应及时拆下、洗净、并分开存放。洗涤时应避免用去污粉擦洗,以免损坏磨口。

二、常用设备

1. 台秤

台秤用于称量物质的质量,台秤的最大称量为 1000g 和 500g,能称准到 1g;药物台秤(又称小台秤),最大称量为 100g,能称准到 0.1g。

称重前,先观察游码在零位时两臂是否平衡,指针是否在标尺中间。可以调节两端的平衡螺丝,使指针正指标尺中间,这时两臂即平衡。

称量时,将物体放在左盘上,右盘加砝码。先加大砝码,然后再加小砝码,最后移动游码至指针在标尺中间,砝码质量加上游码在游标尺上的质量即物体的质量。

称完后,将砝码放回盒中,游码移至零位。

台秤应经常保持清洁,所称物体不能直接放在盘上称量,而应放在清洁、干燥的表面皿或烧杯中称量。

2. 调压变压器

调压变压器是调节电压的一种装置,常用来调节电炉或电热套的温度,调整电动搅拌器的转速等,使用时应注意以下几点:

(1)使用前检查电网电压与输入电压端是否一致,不允许超负荷使用。

(2)输入端与输出端切忌接反,输入端与电源联接,输出端与电器联接,同时接上保护性地线。

(3)通电前指针应放在零位,接通电源后慢慢转动手轮,调至所需电压。不用时先将手轮调回零点,然后再切断电源。调压变压器应存放在干燥通风处。

3. 电动搅拌器

电动搅拌器常在有机化学实验中作搅拌用,适用于一般油水体系,不适用于粘度较大的胶状溶液。若超负荷使用,很容易发热而烧毁。

4. 磁力搅拌器

由一根以玻璃或聚四氟乙烯塑料密封的软铁和一个可旋转的磁铁组成。首先将软铁放入装有欲搅拌的反应物容器中,然后将容器放在内有旋转磁场的搅拌器托盘上,接通电源后,内部磁场不断旋转变换而使容器内软铁随之旋转,从而达到搅拌的目的。

磁力搅拌器有温度和转速控制装置,使用时要缓慢旋转,用后应把旋钮调回原位,并注意防潮防腐。

5. 烘箱

实验室使用的烘箱一般为恒温鼓风干燥箱,主要用于烘干玻璃仪器及烘干无腐蚀、加热不分解的固体药品。挥发性易燃物及用酒精、丙酮淋洗过的玻璃仪器切勿放入烘箱,以免发生爆炸。

使用烘箱时应注意温度的调节与控制。干燥玻璃仪器时应将水沥干,从上到下依次放入,温度一般控制在 100~200°C 之间,干湿仪器应分开放置。

6. 热气流烘干机

它是干燥玻璃仪器的一种高效干燥设备。用时把玻璃仪器倒挂其上,经过滤的洁净热风被送到玻璃仪器的内部而使其干燥。与烘箱相比,热气流烘干机有节电、可供急时之需和干燥后仪器不留水渍的优点。设有冷、热风档,干燥好的热玻璃仪器可用冷风冷却,便于拿取使用。设备上有自动恒温装置,可按需要选用不同温度。但高温部分只限急需时使用,连续使用不要超过 1h,以防烧毁。

7. 电热套

电热套实际上是一只改装的小电炉,其外壳由金属制成,内部是用玻璃纤维织物包裹的电热丝盘旋制成半球形或圆锥形,刚好使烧瓶套入,电热丝下面填充了玻璃棉等保温材料。通电后即可加热。电热套具有使用方便、容易控制温度、加热均匀、不易使有机溶剂着火等优点,有 50~3000mL 各种不同规格,可根据不同需要加以选用,是一种比较理想的加热设备。

8. 真空泵

真空泵是用以产生真空的抽气设备,常用的有机械泵、扩散泵和吸附泵等,在真空度要求不高时一般使用旋片式真空泵。

旋片式真空泵的抽气效率较高,极限真空度可达 5×10^{-7} 托 (1 托 = 133.322Pa)。使用前应加入真空泵油,检查电动机的旋转方向是否与皮带轮方向一致。泵的进气口处要安上保护系统。保护系统一般由石蜡、氢氧化钠、氯化钙、硅胶干燥塔和冷阱组成。使用时要特别注意泵的防腐蚀和防污染,否则将影响泵的抽气效率。同时还要防止玻璃屑或其它异物进入泵内。

9. 悬挂式酒精喷灯

它是一种使酒精气化燃烧加温的设备,温度可高达 800~1000℃。悬挂式酒精喷灯由贮筒、底座、预热杯、灯体、喷火管、喷嘴和手轮组成,如图 1-3 所示。

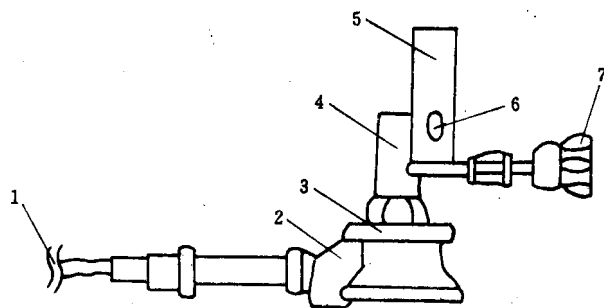


图 1-3 酒精喷灯

1—与贮筒连接管;2—底座;3—预热杯;4—灯体;5—喷火管;6—喷嘴;7—手轮

悬挂式酒精喷灯的使用方法:

- (1)检查各连接处无渗漏后,在贮筒内装入酒精。
- (2)旋开贮筒下的铜直阀,使酒精经过橡皮管流入灯体。用通针捅喷嘴小孔,以防堵塞。
- (3)在预热杯内加入酒精后,用火点燃杯内酒精。当酒精将要烧尽时,开启手轮,使喷火管内喷出火焰。
- (4)缓慢旋转手轮,调到所需大小火焰后,便可进行实验操作。

(5)停止使用时,关闭手轮和贮筒下的铜直阀即可。

注意:点燃的酒精喷灯不可无人看管,周围不准放易燃物;喷灯不要放在木制桌面上;在操作过程中要注意贮筒内酒精是否用完,防止事故发生。

10. 钢瓶

钢瓶是一种在加压下贮存或运送气体的容器,材质有铸钢、低合金钢和玻璃钢。使用钢瓶时应注意以下事项:

(1)钢瓶禁止混用。根据钢瓶外涂的颜色和封闭螺纹的不同而彼此相区分,一般可燃性气体钢瓶封闭螺纹是反向的(向左),而不燃性气体则是正向的(向右)。钢瓶标色见表 1-1。

表 1-1 气体钢瓶的标色

气体类别	瓶身色	横条颜色	标字颜色
氮	黑	棕	黄
二氧化碳	黑	—	黄
氧	天蓝	—	黑
氢	深绿	红	红
氯	草绿	白	白
氨	黄	—	黑

(2)存放在阴凉、干燥、远离热源处。牢固直立;并用链子加固,或者平放储存。

(3)取气必须通过减压阀。当瓶中剩余量约 0.5% 时,应停止使用。

(4)使用可燃性气体时一定要装防止回火装置。

(5)氧气瓶的阀门上、螺旋线处不能涂油脂。

(6)钢瓶搬运时,要装上瓶帽,轻拿轻放,保护好钢瓶。钢瓶应定期检查。

11. 实验室小型工具箱

实验室小型工具箱一般配有锤子、钳子、螺丝刀、试电笔、三角锉刀(平锉或小砂轮片)、圆锉、打孔器、剪刀等小型工具。

第四节 玻璃仪器的洗涤和干燥

一、玻璃仪器的洗涤

进行化学实验时,为避免杂质进入反应体系,影响反应条件及实验现象的观察,必须使用清洁的玻璃仪器。仪器的清洗应在每次实验之后立即进行。这是因为一方面清楚当时污物的性质,以便采取合适的方式清除;另一方面也为下一次实验做好准备。

玻璃仪器的一般清洗方法是:选择合适的毛刷,将毛刷和仪器用水打湿后,用毛刷沾上去污粉刷洗仪器内外壁(磨口瓶不宜用去污粉,以免损坏磨口),当玻璃仪器上污物除去后,再用

自来水冲洗干净。若要求洁净程度很高时,还需用少量蒸馏水淋洗二三次。

一个洗净的玻璃仪器其瓶壁上应不挂水珠,若有水珠时,需重新洗涤。应该指出的是,洗涤后的仪器不能用抹布、滤纸等擦干。

有些反应残余物用去污粉不易洗净,可根据污物的具体情况采用价格较低或回收的有机溶剂浸泡,或用稀酸、碱液来清洗,但不能盲目使用,以免造成浪费和事故(例如残留溴的仪器,若用丙酮清洗将会产生强力催泪剂——溴化丙酮)。仪器壁上的陈迹可以采用洗液浸泡后清洗除去(洗液的配制方法参见附录)。

二、仪器的干燥

进行有机化学实验所使用的仪器除需清洁外,常常还需要干燥。水的存在有时会影响化学反应的速度或产率,有时甚至使化学反应无法进行。对于一般无水要求的实验,只需将仪器倒置晾干便可使用;而对于绝对无水的实验,则需将仪器置烘箱中或热气流烘干器上烘干。若需急用,可将洗净的仪器用少量乙醇或丙酮荡洗,再用吹风机吹干。必须特别指出的是,无论用何种方法干燥的仪器,都必须让仪器冷至室温时才能取出,否则热的仪器聚冷时,水气将在器壁上凝聚。

第五节 玻璃仪器的选择与安装

一、仪器的选择

有机化学实验装置是由许多玻璃仪器和配件组成,各种仪器有不同的规格、性能和用途,因此要根据实验的要求来选择合适的仪器。

1. 蒸馏烧瓶

蒸馏烧瓶应是圆底形的,分长颈式和短颈式两种。长颈式适用于蒸馏沸点较低的化合物,短颈式适用于蒸馏沸点较高(120°C 以上)的化合物。蒸馏沸点在 120°C 以上的液体时,最好选择硬质玻璃制品。

选用蒸馏烧瓶的大小应由待蒸馏液体的体积来决定,通常所蒸馏的液体的体积应占蒸馏烧瓶的 $1/3\sim 2/3$ 。如果装入的液体过多,沸腾时液体可能冲出,或者液体泡沫被蒸气带出混入馏出液中;如果装入的液体量太少,相对地会有较多的液体残留在瓶内蒸不出来。

2. 冷凝管

常见的冷凝管有直形、球形、蛇形和空气冷凝管,各有其用途。

回流一般采用球形冷凝管,蒸馏用直形或空气冷凝管。当蒸馏液体的沸点在 140°C 以下时用直形冷凝管;当蒸馏液体的沸点超过 140°C 时则使用空气冷凝管。在液体沸点很低的情况下,或大量蒸馏低沸点液体而需要加快蒸馏速度时,可选用蛇形冷凝管。使用蛇形冷凝管时要垂直安装,切不可斜装,否则将会使冷凝液停留在蛇形冷凝管内阻塞通路,使蒸馏烧瓶内的压力增大而发生事故。

3. 温度计

实验室用得最多的是膨胀式玻璃温度计,有酒精温度计和水银温度计之分。每种温度计都

有多种测量范围,要根据待测物的温度来选择温度计,不要超出温度计的测量范围。

二、仪器的安装

仪器安装的一般方法如下:

- (1)根据实验要求选择干净合适的仪器,并做好安装前的一切准备工作。
- (2)选择主要仪器的位置,根据热源的高低给予固定。然后将与主体相接的其他仪器按一定的顺序逐个安装起来,一般是先下后上,从左到右。拆卸时按相反的顺序逐个的拆卸。
- (3)铁夹的双钳应贴有橡皮或绒布,或缠上石棉绳、布条等,以免损坏仪器。
- (4)安装好的仪器应该是严密、正确、整齐、稳妥和安全。常压下进行的反应装置应与大气相通,不能形成封闭体系。

第六节 有机化学实验报告的基本要求

实验报告是总结实验进行的情况、分析实验中出现的問題、整理归纳实验结果的必不可少的环节,也是把直接的感性认识提高到理性思维阶段的有效措施。因此,必须认真地写好实验报告。

有机化学实验报告一般包括:(一)目的要求;(二)反应原理;(三)原料用量及规格;(四)物理常数;(五)仪器装置;(六)实验步骤;(七)实验记录;(八)产率计算;(九)问题讨论等九个部分。其中(一)至(六)部分是在实验前要完成的,(七)是实验时进行的,(八)和(九)是在实验后完成的。现将实验报告的九个部分的具体内容和作用分别介绍如下:

(一)目的要求

只有明确实验的目的和具体要求,才能更好地理解实验操作及其依据,做到胸中有数、有的放矢,达到预期的实验效果。

(二)反应原理

通常以反应方程式表示主反应和副反应,必要时写出反应机理。这样可以帮助我们判断反应进行情况,选择合适的反应条件和仪器装置,掌握操作中的关键环节。

(三)原料用量及规格

原料用量通常用质量和摩尔数表示,若为液体还须换算出相应的体积。这样可以清楚地看出原料中哪一个过量及过量多少,便于计算理论产量和产率,同时对液体药品也便于量取。

(四)物理常数

以表格形式从理化常数手册中查出原料、中间产物、产物和副产物的物理常数,通过这些数据可以确定仪器装置,控制反应条件,选择分离和提纯产品的方法,鉴定物质的纯度和计算产率。

(五)仪器装置

根据反应原理、物理常数和原料用量等选择合适的仪器,设计出正确的实验装置,并认真地绘制实验所需的主要仪器装置图。这是正确使用仪器和科学地进行实验操作的重要环节,因为只有正确的装置才能顺利地进行实验操作,巩固和加深对有机化学知识的了解和掌握。

(六)实验步骤

根据文献或讲义上的实验操作扼要地写出实验步骤。这是进行实验时的操作规程,掌握好反应的关键和应注意的问题,防止操作步骤的遗漏、颠倒等错误的出现。步骤中的文字有的可用符号简化,例如加热 Δ 、沉淀 $\downarrow$ 、气体逸出 $\uparrow$ 等。

(七)实验记录

及时、准确和工整地记下原料的用量和规格,实验中自己所控制的条件(如温度、压力、催化剂、时间等),出现的各种现象(如颜色的变化、温度的升降、气味的产生和消除、沉淀和溶解等)及产品和副产品的质量(如颜色、沸点或熔点、结晶形状等),并对实验中发生的现象加以解释。

如实、及时地作好实验记录是十分重要的,因为它既可训练学生们真实、正确地反映客观实际的能力和培养分析、综合问题的能力,又便于检查实验成功和失败的原因,培养实事求是的科学态度和严谨的学风。

(八)产率计算

实验时实际得到的纯粹产物的量叫实际产量,简称产量,理论产量是假定反应物完全转化成产物而根据反应方程式计算出来的产量。在有机反应中,由于存在副反应、反应进行不完全以及分离提纯过程中引起的损失等原因,实际产量往往低于理论产量。产率又称得率,是指实验结果所得到的实际产量与理论产量的比值,常用百分比表示。

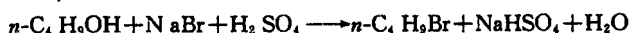
$$\text{产率} = \frac{\text{实际产量}}{\text{理论产量}} \times 100\%$$

为了提高产率,常常增加某一些反应物的用量,因此在计算理论产量时,应以其中参加反应的物质摩尔数最小的为基准物质进行计算(催化剂、引发剂用量很少,不能作计算基准)。

例如,在正溴丁烷的制备中,用 6.2mL 正丁醇与 8.3g 溴化钠及 10mL 浓硫酸($d_4^{20} 1.84$)共热制得 6.5g 正溴丁烷,试计算其产率。

从手册上查得(或从试剂瓶上标签得知)正溴丁烷的相对密度为 0.81,浓硫酸($d_4^{20} 1.84$)含量为 98%,这样便可得出:

反应方程式:



相对分子质量	74	103	98	137
摩尔数	1	1	1	1
实际用量(g)	5	8.3	18.4	
相应摩尔数	0.068	0.08	0.18	