

高等学校教材

YOUJI HUAXUE SHIYAN

# 有机化学实验

孔祥文 主编

陈平 贾宏敏 副主编



化学工业出版社

高等学校教材

# 有机化学实验

孔祥文 主编  
陈平 贾宏敏 副主编



化学工业出版社

·北京·

本书是辽宁省有机化学精品课程建设项目和辽宁省教育科学“十一五”规划立项课题“高校精品课程建设的理论与实践研究(JG09DB112)”的研究成果之一。

本书包括有机化学实验的基础知识、基本操作,综合性、研究性、设计性和开放性实验等内容,共列入43个实验以及附录,章后还精选多篇阅读材料,书末有关键词索引。

本书既可作为高等工科院校的化学、应用化学、化工、材料、环境、生物、食品、制药、安全、高分子等本科专业的教材,也可作为其他相关专业的教学用书或参考书。

### 图书在版编目(CIP)数据

有机化学实验/孔祥文主编. —北京:化学工业出版社, 2011.8  
高等学校教材  
ISBN 978-7-122-05714-3

I. 有… II. 孔… 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(2011)第141561号

---

责任编辑:宋林青  
责任校对:蒋宇

文字编辑:糜家铃  
装帧设计:史利平

---

出版发行:化学工业出版社(北京市东城区青年湖南街13号 邮政编码100011)

印刷:北京云浩印刷有限责任公司

装订:三河市前程装订厂

787mm×1092mm 1/16 印张8½ 字数213千字 2011年8月北京第1版第1次印刷

---

购书咨询:010-64518888(传真:010-64519686) 售后服务:010-64518899

网 址: <http://www.cip.com.cn>

凡购买本书,如有缺损质量问题,本社销售中心负责调换。

---

定 价: 16.00 元

版权所有 违者必究

# 前 言

精品课程建设是提高教学质量和培养人才的重要途径。我们从建设高水平师资队伍、更新教学理念、改革教学方法、优化课程内容、加强立体化教材建设和实验室建设等方面对《有机化学》精品课程建设进行了积极的探索与实践，取得了良好的教学效果。本书是辽宁省《有机化学》精品课程建设项目和辽宁省教育科学“十一五”规划立项课题“高校精品课程建设的理论与实践研究(JG09DB112)”的研究成果之一。

本教材旨在通过精选内容、强化操作，使学生掌握一般有机化合物的合成、分离和鉴定的方法，加深对有机化学基本理论、有机化合物性质及变化规律的理解，掌握有机化学实验的基本操作和基本技能，培养学生严谨的科学态度、分析和解决实际问题的能力。

本教材按有机化学实验基础知识、基本操作，综合性、研究性、设计性和开放性实验等部分编写。有机化学实验教学内容改革是精品课程建设的重点和难点，它应以培养具有创新意识和创新精神的高级专门人才为目标和要求，强化经典理论，突出现代前沿。在有机化学实验教学中，应密切联系高新技术领域内最前沿的主题，传递高新技术创新与发展的最新信息；开设综合性、设计性和研究型实验内容，从而有效地激发学生的创新欲望和献身科技的精神，培养学生的创新精神、创新能力；注意将绿色化学的基本理念融入有机化学实验教学中，让学生了解和认识绿色化学，树立绿色意识，紧跟时代前进的步伐，与时俱进。

本教材还精选多篇阅读材料，内容丰富，题材广泛，对提高学生的学习兴趣、培养学生的创新精神和实践能力、促进学生全面发展有着极其重要的作用。

本书既可作为高等工科院校的化学、应用化学、化工、材料、环境、生物、食品、制药、安全、高分子等本科专业的教材，也可作为其他相关专业的教学用书或参考书。

本书由孔祥文教授任主编，负责制定编写大纲、统稿和定稿。参加编写的有：沈阳化工大学的由立新、于秀兰、崔天放、王晓丹、滕雅娣、盛永刚、任保轶；辽宁科技大学的贾宏敏、朱珮珣、吕仁刚、雷芑；辽宁石油化工大学的陈平、吴爽、丛玉凤、高肖汉、刘春生、张晓丽；辽宁工业大学的吴红梅。

在本书编写过程中，我们参阅了国内外的教材和专著，化学工业出版社的编辑对本书的编写给予了大力支持和帮助，在此特致以衷心的感谢。

限于编者的水平，疏漏和不妥之处在所难免，衷心希望各位专家和使用本书的师生予以批评指正，在此我们致以最真诚的感谢！

编 者

2011年5月

# 目 录

<b>第 1 章 有机化学实验的基础知识</b> .....	1
1.1 有机化学实验室守则 .....	1
1.2 实验事故的预防和处理 .....	1
1.2.1 防火、防爆 .....	1
1.2.2 意外事故(紧急)处理 .....	2
1.2.3 三废处理措施 .....	3
1.3 实验预习、实验记录和实验报告 .....	4
1.3.1 实验预习和实验记录 .....	4
1.3.2 实验报告 .....	7
1.4 有机化学实验室的常用仪器、装置和设备 .....	9
1.4.1 玻璃仪器 .....	9
1.4.2 常用有机化学实验装置 .....	10
1.4.3 常用设备 .....	13
1.5 玻璃仪器的洗涤、干燥和保养 .....	15
1.5.1 玻璃仪器的洗涤 .....	15
1.5.2 玻璃仪器的干燥 .....	15
1.5.3 玻璃仪器的保养 .....	16
1.6 有机化合物的结构表征与纯度鉴定常用方法 .....	16
1.6.1 化学方法表征有机化合物的结构 .....	16
1.6.2 物理方法表征化合物的结构 .....	16
1.6.3 有机化合物纯度鉴定常用方法 .....	23
【阅读材料】核磁共振技术的新发展 .....	24
<b>第 2 章 有机化学实验的基本操作</b> .....	26
2.1 简单玻璃工操作 .....	26
2.1.1 煤气灯的使用 .....	26
2.1.2 玻璃工操作 .....	27
实验 1 简单玻璃工操作 .....	28
2.2 熔点测定及温度计校正 .....	29
2.2.1 基本原理 .....	29
2.2.2 测定方法 .....	29
实验 2 熔点测定及温度计校正 .....	32
2.3 沸点的测定 .....	33
2.3.1 基本原理 .....	33
2.3.2 微量法测定沸点的装置 .....	33
2.3.3 测定方法 .....	33
实验 3 沸点的测定 .....	33
2.4 常压蒸馏 .....	34
2.4.1 基本原理 .....	34
2.4.2 实验装置 .....	35
2.4.3 操作方法 .....	35
实验 4 常压蒸馏及沸点的测定 .....	36

2.5 分馏 .....	37
2.5.1 基本原理 .....	37
2.5.2 分馏装置 .....	37
2.5.3 分馏操作 .....	37
实验 5 分馏 .....	38
2.6 水蒸气蒸馏 .....	38
2.6.1 基本原理 .....	38
2.6.2 水蒸气蒸馏装置 .....	39
2.6.3 水蒸气蒸馏操作 .....	39
实验 6 水蒸气蒸馏 .....	40
2.7 减压蒸馏 .....	41
2.7.1 基本原理 .....	41
2.7.2 减压蒸馏装置 .....	41
2.7.3 减压蒸馏操作 .....	43
实验 7 减压蒸馏 .....	44
2.8 萃取 .....	44
2.8.1 基本原理 .....	45
2.8.2 操作 .....	45
实验 8 从茶叶中萃取咖啡因 .....	47
2.9 干燥 .....	48
2.9.1 基本原理 .....	48
2.9.2 固体的干燥 .....	49
2.9.3 液体的干燥 .....	50
2.9.4 气体的干燥 .....	51
2.10 重结晶 .....	52
2.10.1 基本原理 .....	52
2.10.2 重结晶装置与操作 .....	52
实验 9 乙酰苯胺的重结晶 .....	53
2.11 升华 .....	54
2.11.1 基本原理 .....	54
2.11.2 升华操作方法 .....	55
实验 10 樟脑的常压升华 .....	56
2.12 薄层色谱 .....	57
2.12.1 基本原理 .....	57
2.12.2 操作步骤 .....	58
实验 11 对硝基苯胺和邻硝基苯胺的薄层色谱分析 .....	59
实验 12 甲基橙和荧光黄的分离鉴定 .....	60
2.13 柱色谱 .....	61
2.13.1 基本原理 .....	61
2.13.2 吸附剂和洗脱剂 .....	61
2.13.3 柱色谱操作 .....	62
实验 13 柱色谱分离植物色素 .....	63
2.14 纸色谱 .....	64
实验 14 氨基酸的纸色谱 .....	64
2.15 折射率 .....	66
实验 15 折射率的测定 .....	66
<b>【阅读材料】 中药提取新技术在实际生产中的应用 .....</b>	<b>69</b>

<b>第3章 有机化合物的合成与鉴定</b> .....	72
实验 16 环己烯的制备及产品分析 .....	72
实验 17 正溴丁烷的制备及产品的分析检测 .....	73
实验 18 乙酸正丁酯的制备及纯度检测 .....	75
实验 19 肉桂酸的制备 .....	76
实验 20 乙酰苯胺的制备及纯度检测 .....	78
实验 21 苯甲醇和苯甲酸的制备 .....	80
实验 22 3-丁酮酸乙酯的制备 .....	82
实验 23 甲基橙的制备 .....	83
实验 24 甲基叔丁基醚的制备 .....	85
实验 25 季铵盐的制备 .....	86
实验 26 环己醇的制备 .....	87
实验 27 7,7-二氯双环 [4.1.0] 庚烷的制备 .....	88
实验 28 黄连中黄连素的提取及紫外光谱分析 .....	90
实验 29 无水乙醇及绝对无水乙醇的制备 .....	92
实验 30 阿司匹林的制备 .....	94
实验 31 苯甲酸乙酯的制备 .....	96
<b>第4章 研究、设计性实验</b> .....	99
实验 32 无机离子显色剂 7-(4-安替吡啉偶氮)-8-羟基喹啉合成及与铜的显色反应 .....	99
实验 33 三组分(环己醇、苯酚、苯甲酸)的分离 .....	101
实验 34 阳离子/非离子二元表面活性剂复配体系对 3,4-二羟基 苯基荧光酮与钼(VI)显色反应的增敏性能研究 .....	103
实验 35 人工合成香料——乙酸苜酯的制备 .....	105
实验 36 多酸催化乙酸酯类化合物的制备研究 .....	106
实验 37 反丁烯二酸的制备研究 .....	107
实验 38 油田水缓蚀剂的制备与评价 .....	108
【阅读材料】 莫瓦桑的故事 .....	110
<b>第5章 开放性实验</b> .....	112
实验 39 植物生长调节剂的合成研究 .....	112
实验 40 己二酸绿色合成方法的探索 .....	113
实验 41 用水作溶剂合成内消旋 3,3'-二吡咯戊烷的方法 .....	114
实验 42 微波作用下 2-甲基苯并咪唑的合成 .....	115
实验 43 对氨基苯磺酸的微型合成实验 .....	117
【阅读材料】 利用化工节能新技术实现多晶硅绿色制造 .....	119
<b>附录</b> .....	121
附录 1 常用元素的相对原子质量 .....	121
附录 2 常见的二元共沸物的组成 .....	121
附录 3 常见的三元共沸物组成表 .....	122
附录 4 常用酸和碱的性质 .....	122
附录 5 常用酸碱溶液的相对密度及组成 .....	122
附录 6 常见有机物的物理常数 .....	124
附录 7 常见有机化合物的毒性 .....	126
附录 8 各种气体和蒸气在空气中的爆炸极限 .....	127
附录 9 有机化学实验常用资料文献与网络资源 .....	127
<b>关键词索引</b> .....	129

# 第1章 有机化学实验的基础知识

## 1.1 有机化学实验室守则

为保证有机化学实验课正常、有效、安全的进行，保证实验课的教学质量，培养良好的实验习惯，学生必须遵守下列守则。

### (1) 实验前

进行有机化学实验之前，必须认真阅读理论教学相关内容及参考资料，完成实验预习，按要求写好实验预习报告，方可进行实验。没有达到预习要求者，不得进行实验。

### (2) 实验中

进入实验室应熟悉实验室环境，清楚水、电、气总阀门位置，灭火器材的放置地点和使用方法。实验前应清点仪器，如发现破损或缺少应向指导教师报告，并按规定补领。正确安装实验装置，经指导教师检查合格后，方可开始实验。在操作前，应明确每一步操作的目的、意义，实验中的关键步骤及难点，了解所用药品的性质及应注意的安全问题。

实验时保持安静，遵守实验纪律，不得擅自离开。严禁在实验室内吸烟和进食。实验中严格按操作规程操作，变更实验内容必须经指导教师同意，方可改变。实验中要认真操作、仔细观察实验现象，如实做好记录并不得涂改。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。

在实验过程中保持实验室的整洁，注意节约水、电、煤气。公用器材用完后应放回原处，并保持原样。药品用完后，应及时将盖子盖好。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。废液应倒在指定容器内（易燃液体除外），固体废物应倒在垃圾桶内，不得丢入水槽，以免堵塞下水道。

### (3) 实验后

实验完毕后，将个人实验台面打扫干净，玻璃仪器洗净后放回原处。请指导老师检查、签字后方可离开实验室。值日生负责整理公用器材，打扫实验室，关闭水、电、煤气总阀，经指导教师同意后才能离开。

## 1.2 实验事故的预防和处理

### 1.2.1 防火、防爆

有机化学实验中使用的有机试剂和溶剂大多都易燃、易爆。着火是有机实验室经常发生的事故之一，为了防止着火，实验中应注意以下几点。

① 易燃、易挥发的化学药品不能用敞口容器加热和放置。

② 尽量防止或减少易燃物气体的外逸，从蒸馏装置接收瓶出来的尾气出口应远离火源。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，但与水发生剧烈反应者除外。

④ 实验室不得存放大量易燃、易挥发性物质。装有易燃液体的容器周围不得有明火。

⑤ 有煤气的实验室，应经常检查管道和阀门是否漏气。

⑥ 点燃酒精灯后，不得擅离岗位，离开前必须熄灭灯火。

⑦ 蒸馏乙醚、酒精、石油醚、苯等沸点低于  $80^{\circ}\text{C}$  的液体时，应采用水浴，不能用明火直接加热。

⑧ 使用油浴时应防止冷水溅入而引起爆溅，发生灼伤或引起火灾。

一旦发生着火，应沉着冷静地及时采取正确措施，控制事故的扩大。第一，立即熄灭附近所有火源，切断电源，移开未着火的易燃物。第二，根据易燃物的性质和火势采取适当的方法进行扑救。有机物着火不能用水浇，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；油类着火，要用沙或灭火器灭火，或者撒上干燥的碳酸氢钠粉末；电器着火，应切断电源，然后用二氧化碳灭火器灭火，但不能使用泡沫灭火器，因为泡沫可导电，有漏电危险；钾、钠着火不可用水灭火，否则会加剧火情，应用干燥的细沙覆盖灭火。小火可用湿布、石棉布或者黄沙盖熄；火势较大时，应用灭火器灭火。

实验室常用的灭火器有二氧化碳、四氯化碳、干粉及泡沫等灭火器。干粉灭火器可扑灭一般火灾，还可扑灭油、气等燃烧引起的失火；二氧化碳灭火器用于油脂、电器及较贵重的仪器着火时使用。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。不管采用哪一种灭火器，都是从火的周围开始向中心扑灭。

在有机化学实验室中，发生爆炸事故一般有两种情况。一是某些化合物容易发生爆炸。如重金属乙炔化物、过氧化物、芳香族多硝基化合物等，在受热或撞击时均会发生爆炸。另外，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。还有，醚类和汽油类的蒸气与空气相混时，容易引起爆炸。二是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 实验装置切勿造成密闭体系，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。反应过于剧烈时，应严格控制加料速度和反应温度，必要时采用冷却措施，使反应平缓进行。

③ 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进行实验。

④ 蒸馏时不能将液体蒸干，以免局部过热或产生过氧化物而发生爆炸。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。

## 1.2.2 意外事故（紧急）处理

### (1) 防中毒

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以下几点。

① 称量药品时不得直接用手接触，必须戴橡皮手套，操作后立即洗手。任何药品不得入口。

② 使用和处理有毒或腐蚀性物质时，应在通风橱中进行，尽可能避免蒸气外逸，并戴好防护用品。

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。

### (2) 防灼伤

皮肤接触了高温、低温或腐蚀性物质（如强酸、强碱等）后均可能被灼伤。为避免灼伤，在接触这些物质时，应戴上橡胶手套和防护眼镜。一旦发生灼伤时应按下列要求处理。

① 碱灼伤：先用大量的水冲洗，再用1%~2%的乙酸溶液冲洗，然后再用水冲洗，最后涂上烫伤膏。

② 酸灼伤：先用大量的水冲洗，然后用5%的碳酸氢钠溶液清洗，最后涂上烫伤膏。

③ 被热水烫伤后一般在患处涂上红花油，然后擦烫伤膏。

④ 眼睛被药品灼伤时，应立即用大量的水冲洗，并及时去医院治疗。

### (3) 防割伤

有机实验中主要使用玻璃仪器。为避免割伤，应注意以下几点。

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，应用水、甘油等润滑后，逐渐旋转插入。

② 用铁架台固定玻璃仪器时，用力要适度，以防玻璃破裂，割伤皮肤。

③ 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熔或用砂轮打磨，使其呈圆滑状。

发生割伤后，应将伤口处的玻璃碎片取出，挤出污血后用生理盐水将伤口洗净，涂上红药水，用纱布包好伤口。若伤口较深、流血不止时，应在伤口上方约5~10cm处用绷带扎紧或用双手掐住，然后再进行处理或送往医院。

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%乙酸溶液、饱和硼酸溶液、5%碳酸氢钠溶液、2%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、创可贴等急救用具。

## 1.2.3 三废处理措施

有机化学实验教学不仅要训练并提高学生的实验操作技能，更要培养学生的科学实验方法。有机化学实验中常常用到种类繁多的毒害性大、易挥发的有机物，产生毒性较大且对环境污染严重的废气、废液、废渣。如果不引起重视或处理不当，不仅会影响人体健康，还会对环境产生污染。

### (1) 废气处理

废气的处理可以用适当的液体吸收剂来进行。常用的液体有水、酸性溶液、碱性溶液、氧化剂和有机液体，可以净化 $\text{SO}_2$ 、 $\text{NO}_2$ 、 $\text{HCl}$ 、 $\text{Cl}_2$ 、 $\text{NH}_3$ 、汞蒸气、酸雾和有机蒸气等。另外，可以用活性炭、浸渍活性氧化铝、分子筛等固体吸收剂来净化废气中低浓度的污染物质，如芳香烃、甲醇、乙醇、甲醛、氯仿、四氯化碳、胺类物质，以及 $\text{CO}$ 、 $\text{CO}_2$ 、 $\text{H}_2\text{S}$ 等。

### (2) 废水（液）处理

对于酸含量小于5%的酸性废水或碱含量小于3%的碱性废水,可采用浓度相当的碱或酸进行中和处理。含酚废水可采用二甲苯通过萃取法进行处理。对于可燃烧的废液,且燃烧时不产生有毒气体,又不造成危险,可采用燃烧方法。另外,对废水中溶解的有机物可通过氧化还原法处理,如漂白粉可处理含酚废水;FeSO<sub>4</sub>可用于除去废水中的汞。

### (3) 废渣处理

废渣主要采用掩埋法处理。有毒废渣需先进行化学处理后深埋在远离居民区的指定地点,以免污染地下水。

另外,对于难以处理的有害废物可报送环保部门进行统一处理。

## 1.3 实验预习、实验记录和实验报告

有机化学实验是一门综合性较强的理论联系实际课程,是培养学生独立工作能力的重要环节。正确、完整地实验预习、实验记录和实验报告,也是一次很好的训练过程。

### 1.3.1 实验预习和实验记录

#### (1) 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。预习时要反复阅读实验相关内容,领会实验原理,了解实验步骤和注意事项。一般来说,实验预习的具体内容包括以下几方面。

- 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:写出主反应和副反应,并简单叙述操作原理。
- ③ 主要试剂及产物的物理常数。
- ④ 实验用的仪器及药品:规格、型号、用量,过量原料的过量百分数,计算理论产量。
- ⑤ 画出主要反应的仪器装置图,并标明仪器名称。
- ⑥ 本次实验所涉及的相关单元操作内容;反应及产品纯化过程的流程图。
- ⑦ 关键操作步骤与难点,实验过程中的安全问题。

以1-溴丁烷的制备为例,实验预习格式如下。

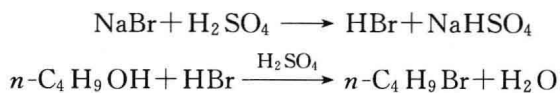
### 1-溴丁烷的制备

#### 【实验目的】

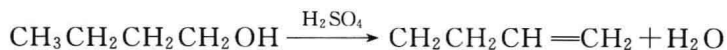
- (1) 了解从正丁醇制备1-溴丁烷的原理及方法;
- (2) 初步掌握回流、气体吸收装置及分液漏斗的使用。

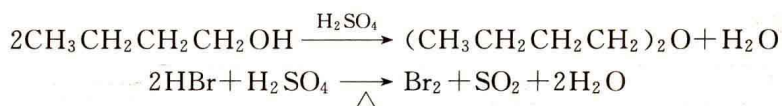
#### 【实验原理】

主反应:



副反应:





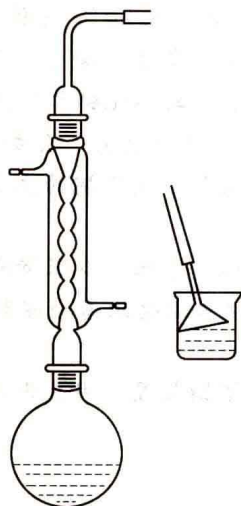
## 【主要试剂及产物的物理常数】

名称	相对分子质量	相对密度	熔点/°C	沸点/°C	溶解度 (g/100mL 溶剂)
正丁醇	74	0.81	-89.5	117.2	水中 7.9
溴化钠	103				水中 79.5(0°C)
硫酸	98	1.83	10.38	340(分解)	水中∞
1-溴丁烷	137	1.28	-112.4	101.6	水中不溶

## 【计算】

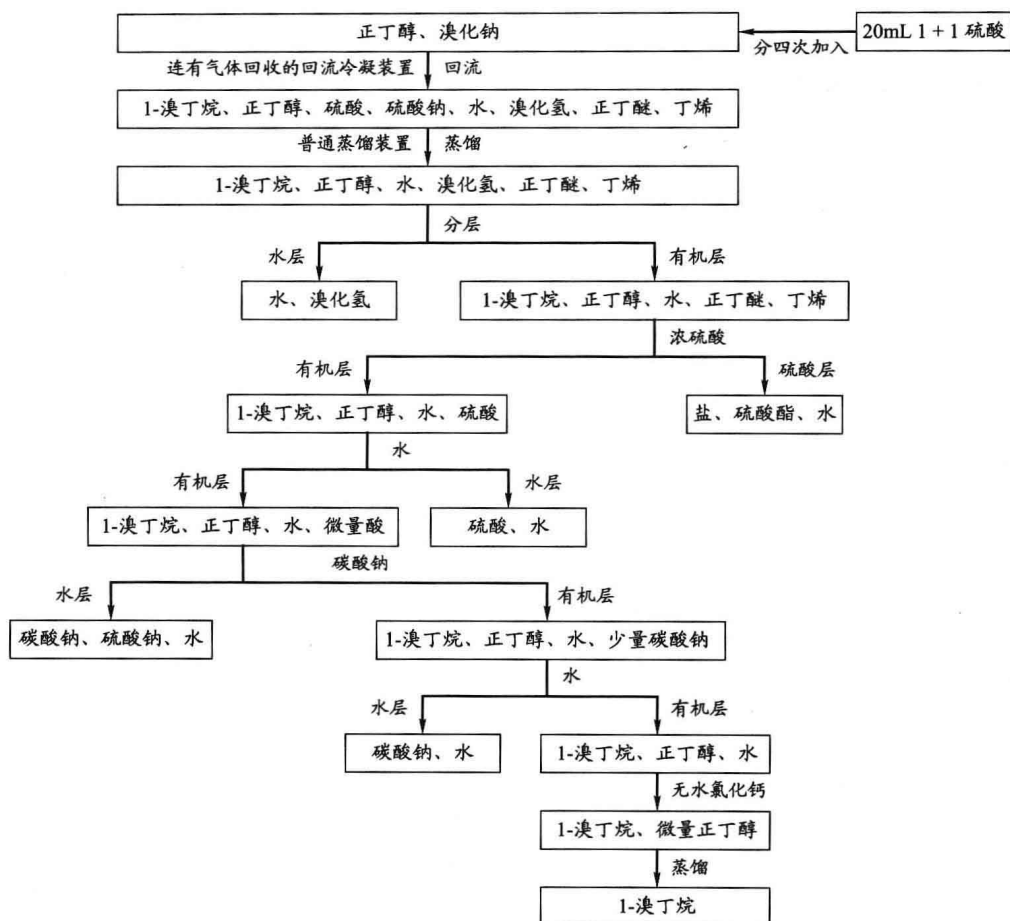
名称	实际用量	理论用量	过量	理论产量
正丁醇	6.2mL (5g, 0.068mol)			
溴化钠	8.3g(0.08mol)	0.068mol	18%	
硫酸	10mL(0.18mol)	0.068mol	165%	
1-溴丁烷		0.068mol		9.32g

## 【实验装置图】



连有气体回收的回流冷凝装置

## 【实验流程】



## 【实验步骤】

## 1. 投料

50mL 圆底烧瓶中加入 6.2mL 正丁醇、8.3g 溴化钠和 1~2 粒沸石。小锥形瓶内加入 10mL 水，边振荡边加入 10mL 浓硫酸。安装冷凝管，将稀释的硫酸从冷凝管上端加入烧瓶，充分振荡，混合均匀（硫酸在反应中与溴化钠作用生成氢溴酸，氢溴酸与正丁醇作用发生取代反应生成 1-溴丁烷。硫酸用量和浓度过大，会加快副反应进行；若硫酸用量和浓度过小，不利于主反应的发生，即氢溴酸和 1-溴丁烷的生成）。

## 2. 加热回流

以电加热套加热至沸腾，调整加热套电压，以保持沸腾而又平稳回流，并不时加以摇动烧瓶促使反应完成，反应约 30min（注意调整距离和摇动烧瓶的操作）。

## 3. 分离粗产物

待反应液冷却后，改回流装置为蒸馏装置（用直形冷凝管冷凝），蒸出粗产物（注意判断粗产物是否蒸完）。

## 4. 洗涤粗产物

将馏出液移至分液漏斗中，静置分层后，将产物转入另一干燥的分液漏斗中，用 3mL 浓硫酸洗涤，除去粗产物中少量未反应的正丁醇及副产物正丁醚、1-丁烯、2-丁烯，尽量分去硫酸层（下层）。有机相依次用 10mL 水（除硫酸）、5mL 10% 碳酸钠溶液（中和未除尽

的硫酸)和10mL水(除残留的碱)洗涤后,转入干燥的锥形瓶中,加入1~2g无水氯化钙干燥,间歇摇动锥形瓶,直到液体清亮为止。

#### 5. 收集产物

将干燥的产物移至小蒸馏瓶中,用电加热套加热蒸馏,收集99~102℃的馏分。

实验关键步骤:

- (1) 投料时应严格按教材上的顺序;投料后,一定要混合均匀。
- (2) 反应时,保持回流平稳进行,防止导气管发生倒吸。
- (3) 洗涤粗产物时,注意正确判断产物的上下层关系。
- (4) 干燥剂用量合理。

#### (2) 实验记录

实验记录是科学研究的第一手资料,实验记录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。记录时务必实事求是,能准确反映实验事实,内容要简明扼要,条理清楚。记录过程中不能涂抹或用橡皮擦掉,写错可以用笔画掉。每位学生应有一本实验记录本,预先编好页码,不能撕下记录本的任何一页。记录直接写在预习报告本上,不能随便记在一张纸上。

有机化学实验记录的格式与内容如下所示:

实验名称 \_\_\_\_\_

年 月 日

时间	操作步骤及现象

### 1.3.2 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包括实验目的与要求、实验原理、试剂及产物的物理常数、试剂的规格与用量、实验步骤与现象、产率计算、实验讨论等。

以1-溴丁烷的制备为例,格式如下。

## 1-溴丁烷的制备

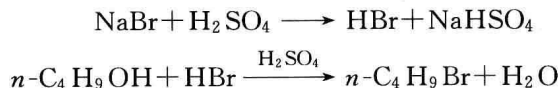
### 【实验目的】

- (1) 了解从正丁醇制备1-溴丁烷的原理及方法;

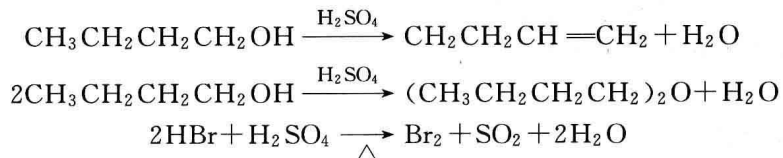
(2) 初步掌握回流、气体吸收装置及分液漏斗的使用。

### 【实验原理】

主反应：



副反应：



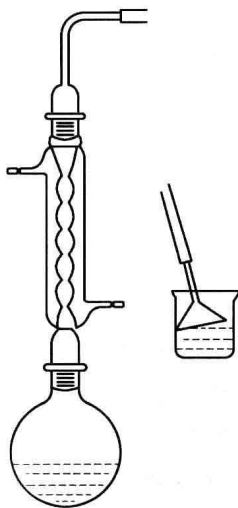
### 【主要试剂及产物的物理常数】

名称	相对分子质量	相对密度	熔点/°C	沸点/°C	溶解度 (g/100mL 溶剂)
正丁醇	74	0.81	-89.5	117.2	水中 7.9
溴化钠	103				水中 79.5(0°C)
硫酸	98	1.83	10.38	340(分解)	水中∞
1-溴丁烷	137	1.28	-112.4	101.6	水中不溶

### 【主要试剂规格及用量】

正丁醇 6.2mL (5g, 0.068mol), 溴化钠 (无水) 8.3g (0.08mol), 浓硫酸 ( $d=1.84$ ) 10mL (0.18mol), 10% 碳酸钠水溶液, 无水氯化钙。

### 【实验装置图】



### 【实验步骤及现象】

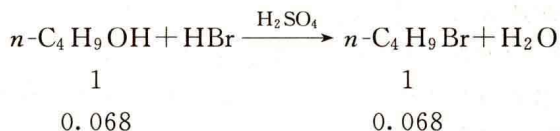
时间	步 骤	现 象
9:00	50mL 圆底瓶中加 6.2mL 正丁醇、8.3g 溴化钠和 1~2 粒沸石	NaBr 部分溶解
9:15	小锥形瓶内加入 10mL 水, 边振荡边加入 10mL 浓硫酸	放热

续表

时间	步 骤	现 象
9:30	安装冷凝管,将稀释的硫酸从冷凝管上端加入烧瓶,充分振荡,混合均匀	
9:45	冷凝管顶部安装气体吸收装置,开启冷凝水,用加热套小火加热回流 30min	NaBr 逐渐溶解,瓶中液体由一层变为三层,上层开始极薄,中层为橙黄色,随着反应进行,上层越来越厚,中层越来越薄,最后消失。上层颜色由淡黄→橙黄
10:20	冷却 5min,改成蒸馏装置,加沸石,蒸出 1-溴丁烷	开始馏出液为乳白色油状物,后来油状物减少,最后馏出液变清(说明 1-溴丁烷全部蒸出),冷却后,蒸馏瓶内析出结晶(NaHSO <sub>4</sub> )
11:00	粗产物用 3mL 浓硫酸洗涤	放热。产物在上层(清亮),硫酸在下层,呈棕黄色
11:10	10mL 水洗,5mL 10%NaHCO <sub>3</sub> 洗,10mL 水洗	两层交界处有絮状物产生又呈乳浊状
11:30	将粗产物转入小锥形瓶中,加 2g 无水氯化钙干燥	开始浑浊,最后变清
11:40	产品滤入 30mL 蒸馏瓶中,加沸石蒸馏,收集 99~102℃ 馏分	98℃ 开始有馏出液(3~4 滴),温度很快升至 99℃,并稳定于 101~102℃,最后升至 103℃,温度下降,停止蒸馏,冷却后,瓶中残留有约 0.5mL 的黄棕色液体
12:00	产物称重	得 6.0g,无色透明

**【产率计算】**

理论产量: 其它试剂过量, 理论产量按正丁醇计:



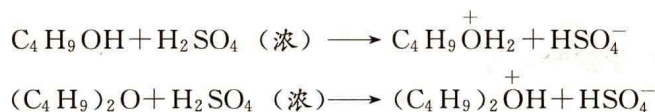
即 1-溴丁烷为  $0.068 \times 137 = 9.32\text{g}$

$$\text{百分产率} = \frac{\text{实际产量}}{\text{理论产量}} \times 100\% = \frac{6.0\text{g}}{9.32\text{g}} \times 100\% = 64\%$$

**【讨论】**

(1) 在回流过程中, 瓶中液体出现三层, 上层为 1-溴丁烷, 中层可能为硫酸氢正丁酯, 随着反应的进行, 中层消失表明正丁醇已转化为 1-溴丁烷。上、中层液体为橙黄色, 可能是由于混有少量溴所致, 溴是由硫酸氧化溴化氢而产生的。

(2) 反应后的粗产物中, 含有未反应的正丁醇及副产物正丁醚等。用浓硫酸洗可除去这些杂质。因为醇、醚能与浓 H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 作用生成盐而溶于浓 H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 中, 而 1-溴丁烷不溶。



(3) 本实验最后一步, 蒸馏前用折叠滤纸过滤, 在滤纸上沾了些产品, 建议不用折叠滤纸, 而在小漏斗上放一小团棉花, 这样简单方便, 而且可以减少损失。

**1.4 有机化学实验室的常用仪器、装置和设备****1.4.1 玻璃仪器**

有机化学实验常用的玻璃仪器, 可分为普通玻璃仪器和标准磨口玻璃仪器两类。

**(1) 普通玻璃仪器**



普通玻璃仪器有量筒、分液漏斗、锥形瓶、烧杯、玻璃漏斗、布氏漏斗、吸滤瓶等，如图 1-1 所示。

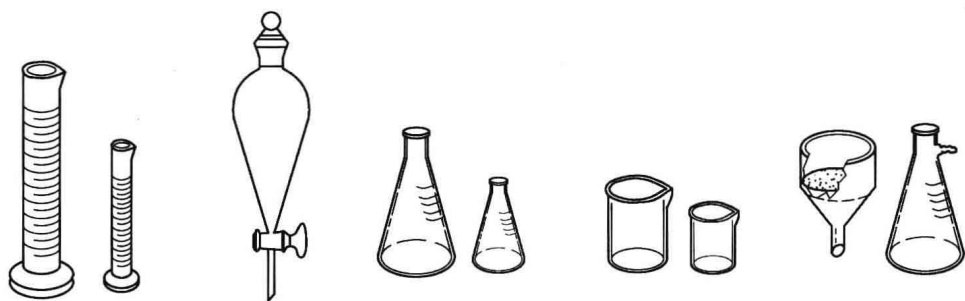


图 1-1 普通玻璃仪器

## (2) 标准磨口玻璃仪器

标准磨口玻璃仪器有圆底烧瓶、三口烧瓶、分液漏斗、滴液漏斗、冷凝管、蒸馏头、接管等，如图 1-2 所示。

在有机化学实验中广泛使用的带有标准磨口的玻璃仪器，总称为标准磨口仪器。标准磨口仪器的形状、用途与普通仪器基本相同，只是具有国际通用的标准磨口和磨塞，便于仪器的互换、安装与拆卸，通用性强，仪器的利用率高。这样既可免去配塞子及钻孔等手续，又可以防止因使用橡皮塞而造成反应体系污染。

标准磨口仪器按磨口最大端直径的毫米数分为 10, 14, 19, 24, 29, 34, 40, 50 等八种。也有用两个数字表示磨口大小的，如 10/19 表示此磨口最大直径为 10mm，磨口面长度为 19mm。相同编号的磨口和磨塞可以紧密相接，因此可按需要选配和组装各种形式的配套仪器进行实验。

使用标准磨口仪器时必须注意以下事项。

- ① 磨口处必须保持洁净，若粘有固体物质则使磨口对接不紧密，导致漏气，甚至损坏磨口。
- ② 用后应拆卸洗净，否则放置后磨口连接处常会粘住而难以拆开。
- ③ 一般使用时磨口无需涂润滑剂，以免造成污染。若反应物中有强碱，则应涂润滑剂，防止磨口连接处因碱腐蚀而发生粘连。
- ④ 安装时应注意磨口编号，装配要正确、整齐，使磨口连接处不受应力，否则仪器易折断或破裂。

## 1.4.2 常用有机化学实验装置

### (1) 回流装置

室温下，有些反应速度很慢或难以进行。为了加快反应速度，常常需要使反应物较长时间保持沸腾。在这种情况下，就需要使用回流冷凝装置，使蒸气不断地在冷凝管内冷凝而返回反应器中，以防止反应瓶中物质逸失。图 1-3(a)是普通加热回流装置；图 1-3(b)是防潮加热回流装置；图 1-3(c)是带有气体吸收的回流装置，适用于回流时有水溶性气体（如 HCl、HBr、SO<sub>2</sub> 等）产生的实验；图 1-3(d)为回流时可以同时滴加液体的装置，用于某些进行剧烈、发热很大的反应，可将一种试剂逐渐滴加进去而对反应加以控制。

回流加热前应先放入沸石，根据瓶内液体的沸腾温度，可选用水浴、油浴或石棉网直接加热等方式。直立的冷凝管夹套中自下而上通入冷水，使夹套充满水，水流速度不必很快，