

高等学校教材

HUAXUE SHIYAN

化学实验

(中)



河北师范大学、衡水学院、邢台学院、石家庄学院合编
申金山 于海涛 王秀玲 主编



化学工业出版社

高等学校教材

化学实验（中）

第二版

河北师范大学、衡水学院、邢台学院、石家庄学院合编
申金山 于海涛 王秀玲 主编



化学工业出版社

· 北京 ·

《化学实验(中)》在介绍有机化学实验基本常识、化学文献简介、有机化学实验基础操作与技术的基础上,选择了48个实验项目,内容涵盖有机物的理化性质与鉴定、物质的提纯与鉴定、有机化合物结构的测定、基础有机合成、多步骤综合性有机合成等。本书注重基本技能训练的同时,强化了专业技能训练,有利于培养学生的实验能力。

本书可作为高等师范院校及理工类院校化学类专业本科生的教材,也可供相关人员参考使用。

图书在版编目(CIP)数据

化学实验(中)/申金山,于海涛,王秀玲主编. —2版.
北京:化学工业出版社,2016.6
高等学校教材
ISBN 978-7-122-26839-6

I. ①化… II. ①申…②于…③王… III. ①化学实
验-高等学校-教材 IV. ①O6-3

中国版本图书馆CIP数据核字(2016)第081927号

责任编辑:宋林青
责任校对:吴静

文字编辑:刘志茹
装帧设计:王晓宇

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)
印装:三河市延风印装有限公司
787mm×1092mm 1/16 印张15¼ 字数395千字 2016年9月北京第2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:32.00元

版权所有 违者必究

前言

《化学实验》(上、中、下)系列教材基于“高等学校基础课实验教学示范中心建设标准”和“厚基础、宽专业、大综合”教育理念的要求,在第一版基础上经充实、重组,重新编写而成。本套教材具有以下特点:

(1) 层次化与整体性统一。教材将化学实验作为一门独立课程设置,其实验内容与教学进度独立于理论课,通过实验室常识、基本操作技术、实验项目等内容的分层次设计,构建一个成熟的、系统完整的实验教学新体系。

(2) 经典性与时代性统一。教材在精选化学学科中一些经典实验内容的同时,选择一些成熟的、有代表性的现代教学科研成果,一方面加强学生实验技术与技能的训练;另一方面强化学生研究和创新能力的培养。

(3) 知识性与实用性的统一。教材既涉及化学实验基础知识和操作训练,又涉及无机物制备、有机物合成、工业品质量检测、环境分析、天然产物提取等应用性内容。

(4) 专业性与师范性的统一。体现师范院校的教师教育及化学学科专业性的特点,在注重化学学科的专业知识、专业技能训练的同时,强化专业知识和技能与其他相关学科知识与技能的联系,强化从专业学习到专业施教的过渡。

本套教材可供高等师范院校及理工科化学专业使用,由河北师范大学、衡水学院、邢台学院、石家庄学院和沧州师范学院共同编写。参加中册编写的有冯玉玲、申金山、于海涛、王秀玲、郑学忠、史兰香、邢广恩。全书最后由申金山通读、定稿。

由于编者水平所限,本书难免有不足之处,敬请读者批评指正。

编 者

2016年6月

第一版前言

根据教育部《高等学校基础课实验教学示范中心建设标准》和“厚基础、宽专业、大综合”教育理念的要求，我们经过大量的调查分析和反复讨论，并借鉴其他高校在化学实验教学改革方面的经验和教训，根据原有高师的无机化学、有机化学、分析化学、物理化学等几大实验的内在规律和联系，经过去粗取精、去旧取新，进行重组、交叉、融会、整合，形成一个包括基础实验、综合实验和研究设计实验三个层次的实验教学体系。

化学基础实验包括基础性的单元操作练习、基本操作训练和一些小型综合性实验以及多步合成实验。通过基础实验使学生掌握基本操作技术、熟悉实验仪器、学会实验方法，为综合实验准备条件、打好基础。综合实验的主要内容是将各分支学科重要知识有机结合在一起，使学生通过综合实验，不仅可以锻炼综合实验技能，而且可以受到科学研究的初步训练，培养科学思维能力。研究设计实验，按照设计实验题目，由教师指导学生自己查阅文献资料，设计实验方案，分析实验结果，得出最后结论。还可将科研成果吸收到教学中来，让学生尽早了解学科发展前沿，培养学生创造性思维和独立开展化学实验的能力。

本套教材由上、中、下三册组成，教学目标可以归纳为四个方面：使学生养成良好的实验室工作习惯和素养，掌握化学实验的基本操作技术和技能；验证和深化相应化学理论课程的内容；掌握基本的合成与制备、测量与表征方法；培养学生具备独立进行实验研究工作的初步能力。将本科生化学实验教学从一般的知识技能传输和验证性实验层次，提升到有目的地培养创新能力和实践能力的高度。

本教材具有以下特点：

(1) 层次化与整体性统一。化学实验作为一门独立课程设置，其实验内容与教学进度独立于理论课，通过实验内容的分层次设计，构建一个系统、完整的实验教学新体系。

(2) 经典性与现代性统一。教材精选了以往教学中的一些经典实验内容，选择了一些成熟的、有代表性的现代教学科研成果，一方面加强学生实验技术与技能的训练，另一方面强化学生研究和创造能力的培养。

(3) 知识性与实用性的统一。教材既涉及化学实验基础知识和操作训练，又涉及无机物制备、有机物合成、工业品质量检测、环境

分析、天然产物提取等应用性内容。

(4) 学科特点与师范性的统一。体现师范院校的教师教育及化学学科实践性的特点,注重学生创新精神和创新能力的培养。

本教材供高等师范院校及理工科化学专业使用。

本教材由河北师范大学、石家庄学院、保定学院、邢台学院和衡水学院教材编写组编写。参加中册编写的有冯玉玲、贾密英、李春梅、申金山、史兰香、王立平、王秀玲、魏永巨、许明远、邢广恩、张慧姣、赵建录。刘翠格为本书的编写提供了宝贵的意见。全书最后由申金山通读、定稿。

由于编者水平所限,本书难免会有不足之处,希望读者批评指正。

编者

2009年2月

目录

第 1 章 有机化学实验基本知识 / 001

1.1 有机化学实验室安全知识	001
1.1.1 化学药品的危险性	001
1.1.2 药品使用安全规则	003
1.1.3 有机化学药品的处理	004
1.1.4 危险废弃物的处理	004
1.1.5 事故的预防、处理和急救	004
1.2 实验预习、实验记录和实验报告	005
1.2.1 实验预习与实验记录	005
1.2.2 实验报告	006
1.2.3 实验产率的计算	006
1.2.4 实验报告范例	006
1.3 有机化学实验室常用的仪器和设备	008
1.3.1 常用玻璃仪器的用途简介	009
1.3.2 常用玻璃仪器的洗涤和保养	011
1.3.3 循环水真空泵	012
1.3.4 玻璃气流烘干机	013

第 2 章 化学文献简介 / 014

2.1 原始文献	014
2.1.1 国外化学期刊	014
2.1.2 国内化学期刊	016
2.2 检索工具书	017
2.2.1 美国化学文摘	017
2.2.2 科学引文索引	018
2.3 综合资料	018
2.3.1 词典类	018
2.3.2 安全手册	019
2.3.3 百科全书, 大全, 手册, 目录	019
2.3.4 化学丛书, 实验辅助参考书	021
2.4 Internet 上的化学资源	022
2.4.1 国内化学信息网络资源	022

2.4.2 国外化学信息网络资源	023
------------------------	-----

第 3 章 有机实验基本操作和技术

/ 025

3.1 药品的处理	025
3.1.1 处理药品时的安全问题	025
3.1.2 药品的称量和转移	025
3.1.3 过滤	026
3.2 仪器的连接、装配和拆卸	027
3.2.1 仪器的连接	027
3.2.2 仪器的装配	028
3.2.3 仪器装置的拆卸	029
3.3 合成实验中常用的仪器装置	029
3.3.1 回流冷凝装置	029
3.3.2 回流滴加冷凝装置	030
3.3.3 回流分水冷凝装置	030
3.3.4 搅拌装置	030
3.4 有机化学反应过程控制技术	034
3.4.1 加热	034
3.4.2 冷却	036
3.4.3 无水无氧控制	037
3.4.4 光化学合成技术	039
3.4.5 微波合成技术	040
3.4.6 超声合成技术	042
3.5 反应进程的跟踪	043
3.6 物质的分离与提纯	044
3.6.1 萃取	044
3.6.2 重结晶法	047
3.6.3 蒸馏	050
3.6.4 分馏	054
3.6.5 水蒸气蒸馏	056
3.6.6 减压蒸馏	058
3.6.7 色谱技术	064
3.7 干燥	070
3.7.1 干燥剂的分类、性能和应用范围	070
3.7.2 干燥剂的预处理	072
3.7.3 干燥方法	073
3.8 化合物物理常数的测定	074
3.8.1 熔点的测定	074
3.8.2 沸点的测定	077
3.8.3 折射率的测定	078

3.8.4 旋光度的测定	080
3.8.5 液体密度的测量	083
3.9 有机化合物结构分析方法	084
3.9.1 紫外光谱法	084
3.9.2 红外光谱法	091
3.9.3 核磁共振波谱法	096
3.9.4 质谱法	102
3.10 化学实验微型仪器简介	107
3.10.1 高分子材料制作的微型仪器及其操作	107
3.10.2 微型玻璃仪器	108

第 4 章 有机物的性质与鉴定 / 112

实验 1 烃类性质及鉴定	112
实验 2 含氧有机物性质及鉴定 (一)	116
实验 3 含氧有机物性质及鉴定 (二)	119
实验 4 天然有机物性质及鉴定	124
实验 5 熔点的测定	129
实验 6 有机物沸点的测定	130
实验 7 液态有机化合物折射率的测定	131
实验 8 有机物旋光度的测定	132
实验 9 相对密度的测定	133

第 5 章 物质的提取与鉴定 / 135

实验 10 乙酰苯胺的重结晶	135
实验 11 乙醇-水混合物的蒸馏	136
实验 12 乙醇-水混合物的分馏	138
实验 13 橙油的提取和鉴定	139
实验 14 薄层色谱用氧化铝的活性测定	141
实验 15 柱色谱分离甲基橙与亚甲基蓝	142
实验 16 菠菜色素的提取和分离	144
实验 17 从茶叶中提取咖啡因	146
实验 18 从牛奶中分离酪蛋白和乳糖	147
实验 19 槐花米中芸香苷的提取和鉴定	149
实验 20 米糠中糠醛的提取及检验	150

第 6 章 有机化合物结构的测定 / 152

实验 21 红外光谱法测定有机化合物的结构	152
实验 22 红外光谱法测定药物的化学结构	154
实验 23 有机化合物的吸收光谱及溶剂的影响	155

第7章 基础有机合成 / 158

实验 24	环己烯的制备	158
实验 25	溴乙烷的制备	160
实验 26	1-溴丁烷的制备	162
实验 27	乙醚的制备	164
实验 28	正丁醚的制备	166
实验 29	1, 2-二溴乙烷的制备	168
实验 30	2-甲基-2-丁醇的制备	170
实验 31	己二酸的制备	173
实验 32	食品防腐剂苯甲酸的制备	176
实验 33	阿司匹林的制备	177
实验 34	呋喃甲醇和呋喃甲酸的制备	180
实验 35	安息香的辅酶合成	182
实验 36	2-硝基-1, 3-苯二酚的制备	186
实验 37	肉桂酸的制备	188
实验 38	食品抗氧化剂 TBHQ 的制备	190
实验 39	乙酸乙酯的制备	192
实验 40	乙酰乙酸乙酯的制备	194
实验 41	医药中间体巴比妥酸的制备	198
实验 42	氯噻酮中间体对氯苯甲酰苯甲酸的制备	201
实验 43	无水无氧法合成三苯基甲醇	202
实验 44	微波法合成苯丁醚	204

第8章 多步骤综合性有机合成实验 / 207

实验 45	磺胺药物的合成	207
实验 46	酸碱指示剂甲基橙的合成	216
实验 47	己内酰胺的合成	220
实验 48	扁桃酸的合成与拆分	225

附录 / 229

附录 1	常见有机溶剂物理常数表	229
附录 2	不同温度时水的饱和蒸气压	229
附录 3	常用有机溶剂和试剂的纯化	230
附录 4	试剂的配制	235
附录 5	质谱中常见的中性碎片	238
附录 6	常见碎片离子及其可能来源	240
附录 7	部分元素的天然同位素的精确质量和丰度	240

参考文献 / 241

有机化学实验基本知识

有机化学实验是实验化学的重要组成部分,它以有机化合物和有机反应为对象,以有机化学理论为基础,通过实验印证并深入理解有机化学的理论;使学生系统地掌握有机化学实验的基本方法和操作技能,正确选择目标物的合成、分离与提纯路线和鉴定方法;准确地控制反应条件,熟练地绘制仪器装置图,规范地撰写实验报告;培养学生理论联系实际、严谨求实的科学作风;培养学生的科研能力和创新意识。

1.1 有机化学实验室安全知识

有机化学实验室是一个具有潜在危险性的教学场所,因为实验所用的药品大多是易燃、易爆、有毒、有害的,教学过程中学生的任何不规范操作都有可能导致事故的发生。因此,实验者必须严格遵守操作规程,加强安全防范意识,掌握从事有机化学实验所需的技能,才能避免危险和伤害的发生,安全地得到科学的训练。这就要求每个学生在进入实验室之前,必须学习和熟悉有机化学实验室的安全守则和规章制度。

1.1.1 化学药品的危险性

实验所用的一些化学药品常用易燃、易爆、强氧化性、腐蚀性、毒性、致癌物质等简单的名词标注其危险性。图 1-1 给出了一些常见的危险性标志。



图 1-1 实验室常见危险性标志

(1) 易燃试剂

易燃试剂是指在空气中与氧气或与强氧化剂接触容易燃烧的试剂,分为易燃液体试剂、易燃固体试剂和易自燃试剂三类。

易燃液体试剂除了容易燃烧外,其蒸气还具有不同程度的麻醉作用和毒害作用,而且有些易燃液体试剂的蒸气与空气混合达到一定比例时,一旦遇到火花、火焰或发热物体表面会引起爆炸。常用的易燃液体试剂见表 1-1。

表 1-1 常用的易燃液体试剂

易燃液体试剂	易燃固体试剂	易自燃试剂
乙二胺、乙腈、乙酸乙酯、乙酸丁酯、乙酸异戊酯、乙醚、二甲苯、二硫化碳、二氯乙烯、无水乙醇、甲苯、甲酸乙酯、甲醇、丙烯腈、丙酮、正丁醇、正戊醇、异丙醇、异戊醇、吡啶、苯、苯乙烯、叔丁醇、溴丙烯	乙醇钠、红磷、二硝基苯、硝化棉、二硝基苯酚、2,5-二硝基苯酚、五硫化磷、 α -萘酚、间二硝基苯、 β -萘酚、萘、萘胺、镁带、苯磺酰肼、硫黄、对二氯苯、2,4-二硝基苯肼、三硫化四磷、2,4-二硝基苯酚、联苯、2,6-二硝基苯酚、多聚甲醛、硝基萘、铝粉、5-聚甲醛、硝化纤维、硫化钾、镁粉、硝基苯酚	三乙基铝、三乙基锑、黄磷、三甲基硼、三丁基铝、三乙基铋、三异丁基铝、三乙基磷、丁硼烷、三甲基磷、三乙基硼

使用易燃液体试剂时，应避免明火，要用水浴加热，并严防其溢洒、挥发于室内。储存这类试剂时，要选择阴凉、低温、防晒、通风的库房，同时应隔离火、热、电源等，不能与易爆、氧化性试剂以及酸类物质共同存放。

易燃固体试剂燃点较低，受高热或较强的撞击摩擦或与氧化剂、强酸接触都容易引起剧烈且连续的燃烧甚至爆炸。燃烧的同时放出有毒气体，其粉尘与空气混合，也能形成爆炸性混合物。此类试剂宜储存于阴凉、干燥、通风的库房内，防止日光直射，隔绝火、热、电源等，与氧化剂、酸类、爆炸性试剂分开存放。常用的固体易燃试剂见表 1-1。

易自燃试剂不需要外界明火，其自身有缓慢的氧化作用，在一定温度下与空气接触后，能发生猛烈的氧化作用而燃烧。当环境温度升高或因其自身氧化产生的热量积累达到其燃点时，即可自引燃烧。此类试剂遇氧化剂也能立即燃烧，例如黄磷、硝酸纤维素等能与空气发生剧烈氧化而燃烧。金属烃基化合物，如三乙基铝不但能自燃，遇水会因剧烈分解而燃烧爆炸。含有油脂的试剂在通风不良的情况下也会发生自燃。这类试剂在储存中要注意通风散热，隔绝火、热、电源等，严禁与酚类、氧化剂接触。使用和运输中不得撞击、倾倒、摩擦。

(2) 易爆试剂

一些试剂能与水或其他物质发生爆炸性的反应，因而具有爆炸性的危险。如金属钠和水剧烈反应，金属钾与水发生爆炸性的反应。有些化合物具有爆炸的危险性和它们自身的结构有关。这些化合物分子中通常含有多个氧原子或氮原子，因而能够发生分子内氧化还原反应，或产生像氮气这样的稳定分子。在干燥的状态下，这些化合物对撞击震动较敏感，具有爆炸性的危险。例如多硝基化合物、苦味酸、炔银等炔金属、叠氮化合物、重氮化合物、过氧化物、过氯酸盐等。

易爆试剂应储存于顶部带有通风口的铁柜（壁厚大于 1mm）中，并不停地排气。严禁在化学实验室存放大于 20L 的瓶装易爆液体。需冷藏的，要存放于防爆冰箱内。

(3) 氧化剂

在有机化学实验室里，漂白粉、过氧化氢、过酸、高锰酸钾等都是很强的氧化剂。氧化剂与纸张等易燃物质接触易使其着火，因此也是相当危险的。硫酸、硝酸既有很强的腐蚀性，也有很强的氧化性。

(4) 腐蚀性试剂

这类试剂多数自身不易燃烧，具有强烈的腐蚀性。在腐蚀过程中产生大量的热或腐蚀性的有毒气体，引起人体机能障碍、溃疡、坏死等。有些腐蚀性试剂如发烟硝酸、发烟硫酸、过氧酸等，不仅具有强烈的腐蚀性，而且具有很强的氧化性，一旦与刨花、木屑等易燃物接触，可立即引起燃烧。腐蚀性试剂应储存于阴凉、干燥、通风、35℃以下的房间内，需与氧化剂、易燃、爆炸性试剂隔离存放。酸性与碱性的腐蚀性试剂，有机与无机腐蚀性试剂应分开储存。在储藏或搬运时应避免撞击或震动，还要注意防潮、避光、防冻、防热等。处理或

使用腐蚀性试剂时，一定要戴上防护手套，一旦溅到皮肤上，应立即用大量的水冲洗干净。

无机酸中的硫酸、盐酸、氢溴酸、磷酸、氢氟酸、氟硅酸、高氯酸和硝酸，有机酸中的羧酸、磺酸都是具有腐蚀性的。苯酚也是相当危险的，能导致皮肤灼伤，它的有毒蒸气能够被皮肤吸收。无机碱中的氢氧化钠、氢氧化钾这样的强碱，硫酸钠、硫酸钾这样的弱碱都具有腐蚀性，有机碱中的胺、羟胺、吡啶等也都具有腐蚀性。

液溴是非常危险的药品，它能导致皮肤、眼睛的灼伤，因此一定要在通风橱中使用。此外，由于它的密度较大，当用滴管转移时，即使不挤乳胶头，都可能因其重力而滴下来，因此，使用时要特别小心。

氯化亚砷、酰氯、无水氯化铝以及其他一些试剂，因能与水反应放出氯化氢气体，也具有腐蚀性，并会对呼吸系统产生严重的刺激。

(5) 有害和有毒试剂

有害和有毒的区别仅仅是程度而已，可以说大多数有机化合物都是有害的，那些危害程度很高的试剂被认为是有毒的试剂。有毒、有害的试剂必须在通风橱里使用，例如，苯、溴、硫酸二甲酯、氯仿、己烷、碘甲烷、汞盐、甲醇、硝基苯、苯酚、氰化钾、氰化钠等。中毒有急性中毒与慢性中毒之分，急性中毒一般很快就被察觉，例如受浓氨水刺激而感到窒息，需迅速采取相应的措施。而慢性中毒一般不易察觉，长时间处于这种环境中会导致对身体长期伤害的积累，更需要格外小心，尽量避免长期接触，且一定要在通风橱里使用。

使用通风橱时，尽量将通风橱前面的活动玻璃拉得低一些，这样便会有强劲的气流带走有毒的蒸气或烟雾。总之，如果实验中确实需用一些剧毒药品，一定要事先认真阅读并理解指导老师的讲解以及实验室安全知识，并要知道一旦发生危险应该如何处置。

(6) 致癌物质

健康的人体细胞长期受某些药品的作用会产生肿瘤。然而，从受药品作用到在人体中产生肿瘤可能需要几年、几十年的时间，因此它们的危害并不是立即发生的。在处理这类药品时，要格外仔细、小心。

被认为是致癌物质的化合物或衍生物包括：碘甲烷、过氧化物、硫酸二甲酯、甲醛、己烷、苯、芳香胺、苯肼、多环芳烃（蒽、菲等）、硝基化合物、偶氮化合物、重铬酸盐、硫脲、盐酸氨基脲、氯乙烯以及多卤代烃如四氯化碳、氯仿等。

(7) 刺激性和催泪试剂

许多有机化合物对眼睛、皮肤和呼吸道有相当的刺激性。应当尽量避免与这些试剂或其蒸气接触。下列物质应在通风橱中使用：芳香醛和脂肪族醛， α -卤代羰基化合物，异硫氰酸酯，氯化亚砷以及羧酸的酰氯、卤化苄等。

许多有机化合物，除了具有刺激性外，还具有相当强的味道或不愉快的气味，通常是具有恶臭味。例如：吡啶、苯乙酸、硫酸二甲酯、正丁酸以及许多含硫化合物。这些化合物都应在通风橱中使用。

1.1.2 药品使用安全规则

① 不论做性质实验还是合成实验，都必须严格按所规定的药品剂量进行实验，不得随意改动，以免影响实验效果，甚至导致实验事故的发生。

② 用滴管（或移液管）吸取液体药品时，滴管一定要洁净，以免污染药品。

③ 固体药品应用洁净、干燥的药匙取用，用后应将药匙擦拭干净。专匙专用。

④ 量取药品时，如若过量，其过量部分可供他人使用，不可随意丢弃，更不可倒入原

试剂瓶中, 以免污染药品。

- ⑤ 取完药品后应立即盖好瓶盖, 放回原处。
- ⑥ 公用药品必须在指定地点使用, 不可挪为己用。
- ⑦ 实验过程中, 未经指导教师允许不得擅自量取药品重做实验。
- ⑧ 使用有毒、强腐蚀性等药品时, 必须严格按照有关规定操作。

1.1.3 有机化学药品的处理

有机化学药品因其毒性、腐蚀性、易燃易爆而十分危险。在有机化学实验室里最危险的是火, 许多有机化合物在遇到明火时就会燃烧甚至爆炸, 特别像酒精、乙醚等低沸点溶剂。一场严重的溶剂火灾会在几秒内使实验室的温度升高到 100°C 以上, 这是极其危险的。

有条件的有机化学实验室里最好不使用明火。要加热反应混合物或溶剂, 最好使用水浴、油浴、电热套等。如在有机实验室中需用酒精灯加热, 操作时一定要防止火灾的发生, 在点燃酒精灯之前, 一定要检查周围有没有易燃的液体敞口放置。同样, 在转移、倾倒易燃液体时, 也要检查周围有没有明火。有机溶剂的蒸气压一般比空气大, 因此千万不要随意将液体, 特别是易燃溶剂倒入下水道或排水沟。

为防止吸入有机化合物的蒸气, 有机实验室里应该安装可靠的通风设备。使用一些特别有毒的药品, 或进行易放出挥发性气体或毒性蒸气的反应时, 必须在通风橱内完成。

应该避免药品与皮肤接触, 一些腐蚀性的酸液和药品很容易通过皮肤进入体内。在进行实验室常规性工作时, 最好戴上橡胶、塑料手套, 可以减少药品与皮肤接触的危险。当使用一些腐蚀性或有毒性的药品时, 一定要戴上厚一点的橡胶、塑料手套。

1.1.4 危险废弃物的处理

一般实验室都有明文规定处理化学药品废弃物的具体程序和步骤, 必须严格遵守这些规定。

(1) 固体废弃物

有机化学实验室里的固体废弃物常分为: 干燥的固体试剂、色谱分离用的吸附剂、用过的滤纸片、测定熔点的废玻璃管和一些碎玻璃等。除非这些固体是有毒性的或极易回收的, 一般都是放入指定的盛放没有危险的废弃物的容器里。毒性废弃物应放入有特别标志的容器里。一些特殊的有毒化学试剂在丢弃前应经过适当处理, 以减小其毒性。

(2) 水溶性废弃物

无毒的、中性的、无味道的一些水溶性物质可以直接倒入水槽流入下水道。强酸性或强碱性物质在丢弃之前应被中和, 并且用大量水冲洗干净。任何能与稀酸或稀碱反应的物质, 都不能随便倒入下水道。

(3) 有机溶剂

在有机化学实验室, 有机溶剂的处理一直是一个主要的问题。它们通常是不溶于水的, 有很高的易燃性。废弃的有机溶剂不能倒入下水道, 应倒入贴有合适标签的容器, 集中起来, 由专门的处理公司处理。

1.1.5 事故的预防、处理和急救

实验室里, 一旦发生事故, 一定要知道怎么做, 这一点很重要。无论发生什么事故, 一定要反应果断, 并立即告诉实验指导老师。如果自己不能离开或者正处理事故, 也要让其他人报告实验指导老师, 然后再由指导老师组织安排必要的措施。

(1) 烫伤、灼伤、割伤的预防与处理，触电的处理，实验室消防以及实验室急救药箱等内容参见本套教材上册 2.2.4 节和 2.2.5 节。

(2) 爆炸

为防止爆炸事故的发生，通常应注意以下几点。

① 常压操作时，安装仪器的全套装置必须与大气相通，切勿在密闭系统内进行加热或反应。在反应过程中应随时注意检查仪器装置的各部分有无堵塞现象。

② 减压蒸馏时，不得使用机械强度差的仪器（如锥形瓶、平底烧瓶、薄壁试管等）。实验中应随时注意体系压力的变化。

③ 易燃有机溶剂（特别是低沸点易燃溶剂）在室温下即具有较大的蒸气压。空气中易燃有机溶剂的蒸气达到某一极限时，遇明火即会发生燃烧爆炸。因此，实验室内应保持空气畅通，量取易燃溶剂时应远离火源，最好在通风橱中进行。某些常用易燃溶剂蒸气爆炸极限如表 1-2 所示。

表 1-2 常用易燃溶剂蒸气爆炸极限

名称	沸点/℃	闪点/℃	爆炸极限/(% (体积分数))
甲醇	64.65	11	6.72~36.50
乙醇	78.3	12	3.28~18.95
乙醚	34.6	-45	1.85~36.5
丙酮	56.5	-17.5	2.55~12.80
苯	80.1	-11	1.41~7.10

④ 某些易燃、易爆气体在空气中达到某一极限时，遇到明火即会发生爆炸燃烧，因此在使用时不但要保持良好的通风，严禁明火，而且还应防止一切火花的产生，如因敲击、鞋钉摩擦、静电摩擦、电器开关等产生的火花。某些易燃气体的爆炸极限如表 1-3 所示。

表 1-3 某些易燃气体的爆炸极限

气体	爆炸极限/(% (体积分数))	气体	爆炸极限/(% (体积分数))
氢气	4.10~24.20	甲烷	4.5~13.1
一氧化碳	12.50~24.20	乙炔	2.50~80.00
氨	15.50~27.00	丙烷	2.37~9.50

⑤ 有些类型的有机化合物（如干燥的重氮盐、叠氮化物、硝酸酯、多硝基化合物等）具有爆炸性，使用时必须严守操作规程；有些有机物（如乙醚）久置后可能生成易爆炸的过氧化物，需经特殊处理后方可使用。

⑥ 存放药品时应将氧化剂（如浓硝酸、氯酸钾、过氧化物等）与有机药品分开存放，以免发生爆炸或燃烧。

1.2 实验预习、实验记录和实验报告

1.2.1 实验预习与实验记录

有机化学实验是一门理论联系实际的综合性课程，也是培养学生独立工作的重要环节，因此，要达到实验的预期效果，必须在实验前认真预习好有关实验内容，做好实验前的准备工作。实验预习与记录的要求详见本套教材上册 1.2 化学实验的学习方法。

1.2.2 实验报告

实验报告是对实验的概括和总结。因此,做完实验后,除了整理归纳实验数据(包括写出产物的状态、产量、产率和实际测得的物性,如熔程、沸程等)、回答指定的思考题外,还必须根据实验的具体情况就产品的质量、产量及实验过程中出现的问题进行分析,以总结经验教训,进而对实验提出改进意见,这是把感性认识上升为理性认识的不可缺少的必要环节。

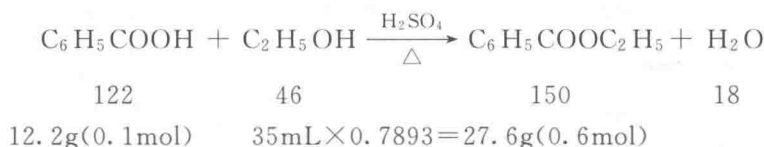
1.2.3 实验产率的计算

实验的产率是指实际产量与理论产量的百分比值。即

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

理论产量的计算是根据反应方程式,以相对用量最少的原料为基准,按其全部转化为产物来计算的。例如:

用 12.2g 苯甲酸、35mL 乙醇和 4mL 浓硫酸一起回流,得到 12g 苯甲酸乙酯,计算其产率:



根据反应式,按加料量可知乙醇是过量的,故应以苯甲酸为基准计算理论产量,即 0.1mol 苯甲酸理论上应生成 0.1mol 苯甲酸乙酯,即: $0.1 \times 150 = 15\text{g}$, 故

$$\text{产率} = 12/15 \times 100\% = 80\%$$

在有机化学实验中,产率通常不可能达到 100%,其原因如下。

- ① 可逆反应:有机化学反应在一定条件下建立了平衡,反应物不可能完全转化成产物。
- ② 有机反应往往比较复杂,副反应多,因此在发生主反应的同时,一部分原料消耗在副反应中。

③ 分离提纯过程中不可避免的机械损失。

为了提高产率,通常采用增加某种原料用量的办法。至于使哪种原料过量,则视其价格、反应完成后是否容易除去或回收、是否有利于减少副反应等情况而定。

1.2.4 实验报告范例

实验二 溴乙烷的制备

一、实验目的

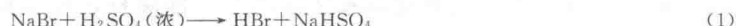
1. 了解以醇为原料制备饱和一卤代烃的实验原理和方法。
2. 掌握低沸点化合物蒸馏的基本操作。
3. 熟练掌握分液漏斗的使用方法和常压蒸馏操作。

二、实验原理

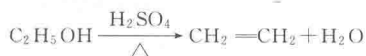
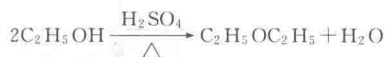
通过乙醇、溴化钠和硫酸作用制备溴乙烷为 $\text{S}_{\text{N}}2$ 反应,因溴乙烷的沸点很低(38.4°C),在制备时可采用不断地从反应体系中蒸出生成的溴乙烷的方法,使反应向生成物方向移动。

在该制备实验中,硫酸的存在是反应的重要条件,过量的硫酸有利于加速反应,但硫酸浓度太大又会诱发一系列的副反应。

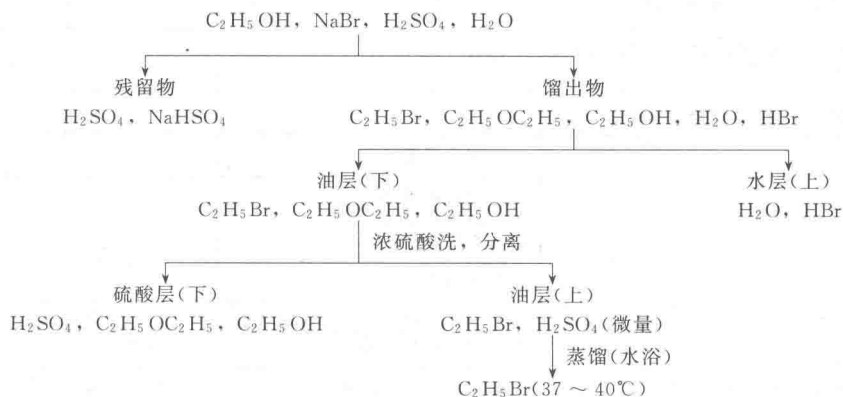
主反应:



副反应：



三、实验步骤流程



四、药品用量、规格及主要仪器

药品：乙醇（95%）	7.9g	10mL	0.165mol
溴化钠（无水）	13g		0.126mol
浓硫酸（ $d=1.84$ ）		19mL	0.34mol
饱和硫酸氢钠溶液			

主要仪器：圆底烧瓶（100mL、50mL各一个）；75°弯管；直形冷凝管；接引管；三角烧瓶；分液漏斗；烧杯等。
主要原料及主、副产物的物理常数：

名称	相对分子质量	相对密度	熔点/℃	沸点/℃	折射率	溶解度/g·100g 溶剂 ⁻¹		
						水	乙醇	乙醚
乙醇	46	0.79	-117.3	78.4	1.3611	∞	∞	∞
溴化钠	103					79.5 (0℃)	微溶	—
硫酸	98	1.84	10.38	340		∞	0	0
溴乙烷	109	1.46	-118.6	38.4	1.4239	1.06 (0℃)	∞	∞
硫酸氢钠	120		58.5			50 (0℃)	—	—
乙醚	74	0.71	-116	34.6	1.3526	100 (100℃)		
乙烯	28		-169	-103.7		7.5 (20℃)	∞	∞

五、仪器装置图

