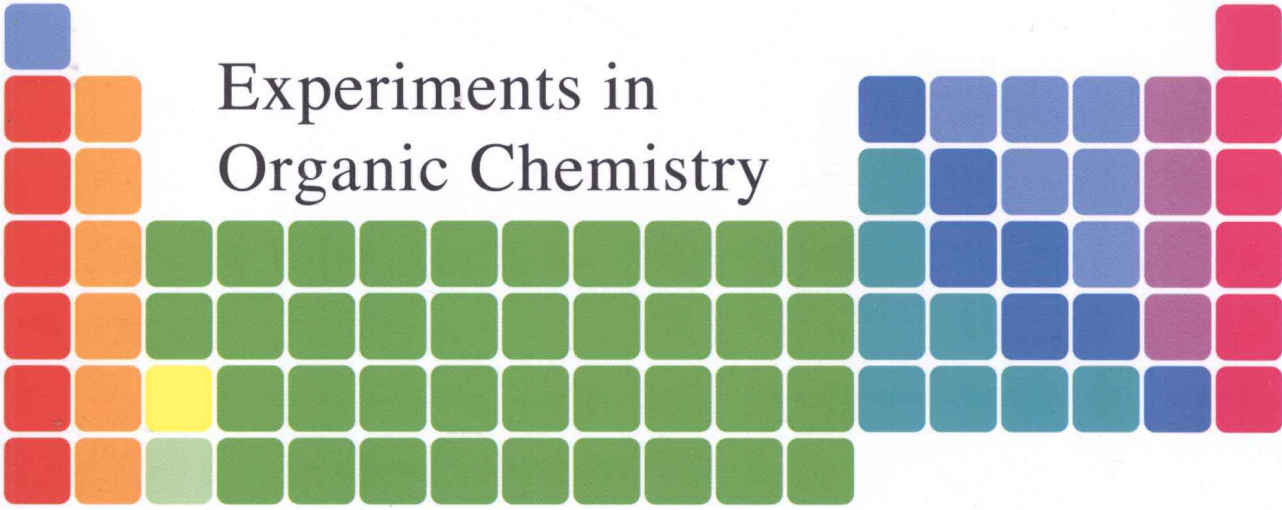


普通高等院校化学化工类系列教材

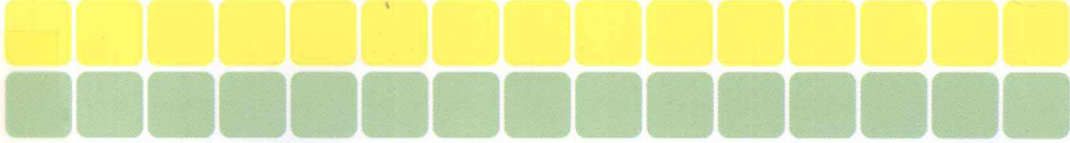
主 编 吴晓艺

副主编 王 铮 厉安昕 唐祝兴

# 有机化学实验



Experiments in  
Organic Chemistry



清华大学出版社

普通高等院校化学化工类系列教材

吴晓艺 主 编

王 铮 厉安昕 唐祝兴 副主编

# 有机化学实验

Experiments in  
Organic Chemistry

清华大学出版社

北京

版权所有,侵权必究。侵权举报电话:010-62782989 13701121933

**图书在版编目(CIP)数据**

有机化学实验/吴晓艺主编.--北京:清华大学出版社,2012.3

(普通高等院校化学化工类系列教材)

ISBN 978-7-302-28111-5

I. ①有… II. ①吴… III. ①有机化学—化学实验—高等学校—教材 IV. ①O62-33

中国版本图书馆CIP数据核字(2012)第029276号

**责任编辑:**冯 昕

**封面设计:**常雪影

**责任校对:**赵丽敏

**责任印制:**王静怡

**出版发行:**清华大学出版社

**网 址:** <http://www.tup.com.cn>, <http://www.wqbook.com>

**地 址:** 北京清华大学学研大厦 A 座 **邮 编:** 100084

**社 总 机:** 010-62770175 **邮 购:** 010-62786544

**投稿与读者服务:** 010-62776969, [c-service@tup.tsinghua.edu.cn](mailto:c-service@tup.tsinghua.edu.cn)

**质量反馈:** 010-62772015, [zhiliang@tup.tsinghua.edu.cn](mailto:zhiliang@tup.tsinghua.edu.cn)

**印 刷 者:** 北京密云胶印厂

**装 订 者:** 三河市新茂装订有限公司

**经 销:** 全国新华书店

**开 本:** 185mm×260mm **印 张:** 7.75

**字 数:** 185 千字

**版 次:** 2012 年 3 月第 1 版

**印 次:** 2012 年 3 月第 1 次印刷

**印 数:** 1~3000

**定 价:** 20.00 元

---

产品编号: 045751-01

# 前言

有机化学实验是一门重要的基础实践课,其内容包括基本实验操作技术,对有机物物理性质和化学性质的认识,有机物的制备、提取和分离等。

有机化学实验课程的教学目标是使学生系统地理解有机化学实验基本理论,掌握有机化学实验基本操作技术,学会有机物物理常数测定、化学性质鉴别、基本制备方法和分离技术。

本教材主要分为有机化学实验常识、有机化学实验基本操作技术、有机化合物反应及制备实验、综合性实验和实验综合练习 5 个部分。首先从基本操作技术开始,系统地介绍有机化学实验常用的一些重要操作原理和技术,使学生能熟练掌握各项基本操作,从而为后面的实验内容打好基础。有机化合物反应及制备实验是对理论课学习的重要补充,是理解理论课内容的重要手段。综合性实验包括官能团化合物的鉴别、混合物的提取和分离及设计性实验,是综合各项操作技术的实验内容,其中设计性实验通过文献调研、方案设计及实施等科研过程,提高学生实践和创新能力。

本书将基本操作技能训练结合在有机化合物反应及制备中,不单独安排基本操作技能训练,在药品的选择上尽量使用对环境污染小、便宜易得的药品。

本书由沈阳工业大学吴晓艺老师主编,并由沈阳理工大学的王铮老师和唐祝兴老师及沈阳化工大学科亚学院的厉安昕老师共同编写和进行实验校核。参与实验验证和编写工作的还有沈阳工业大学的娄桂艳老师。

由于编者水平有限,书中难免有错误和不妥之处,敬请读者批评和指正。

编 者

2011 年 12 月

# 目录

## 第1章 有机化学实验常识 /1

- 1.1 有机化学实验及其分类 /1
- 1.2 有机化学实验室的安全知识及常见事故的预防和处置 /2
  - 1.2.1 有机化学实验室的安全知识 /2
  - 1.2.2 实验室事故的预防 /2
  - 1.2.3 事故的处理和急救 /4
  - 1.2.4 急救用具 /6
- 1.3 实验室学生守则 /6
- 1.4 实验预习、实验记录和实验报告 /6
  - 1.4.1 实验预习 /6
  - 1.4.2 实验记录 /7
  - 1.4.3 实验报告 /7
  - 1.4.4 实验报告示例 /7
- 1.5 有机化学实验的常用仪器和装置 /10
  - 1.5.1 有机化学实验常用的玻璃仪器 /10
  - 1.5.2 玻璃仪器的连接与装配 /11
  - 1.5.3 有机化学实验常用装置 /13
  - 1.5.4 仪器的选择、装配与拆卸 /16
  - 1.5.5 常用玻璃器皿的洗涤和干燥 /16
  - 1.5.6 常用仪器的保养 /17

## 第2章 有机化学实验基本操作技术 /19

- 2.1 化学试剂的取用 /19
  - 2.1.1 试剂规格 /19
  - 2.1.2 固体试剂的称取 /19
  - 2.1.3 液体试剂的量取 /20
- 2.2 物质的加热 /20
  - 2.2.1 水浴 /20
  - 2.2.2 油浴 /20

- 2.2.3 空气浴 /21
- 2.2.4 砂浴 /21
- 2.2.5 微波加热 /21
- 2.3 物质的冷却 /22
  - 2.3.1 冰水冷却 /22
  - 2.3.2 冰盐冷却 /22
  - 2.3.3 干冰或干冰与有机溶剂混合冷却 /22
  - 2.3.4 液氮 /23
  - 2.3.5 低温浴槽 /23
- 2.4 物质的干燥 /23
  - 2.4.1 基本原理 /23
  - 2.4.2 液体有机化合物的干燥 /24
  - 2.4.3 固体有机化合物的干燥 /26
  - 2.4.4 气体的干燥 /26
- 2.5 蒸馏和分馏 /27
  - 2.5.1 基本原理 /27
  - 2.5.2 蒸馏装置 /27
  - 2.5.3 蒸馏操作 /28
  - 2.5.4 分馏装置 /29
  - 2.5.5 分馏操作 /29
- 2.6 水蒸气蒸馏 /29
  - 2.6.1 基本原理 /29
  - 2.6.2 水蒸气蒸馏装置 /30
  - 2.6.3 水蒸气蒸馏操作 /31
- 2.7 减压蒸馏 /31
  - 2.7.1 基本原理 /31
  - 2.7.2 减压蒸馏装置 /31
  - 2.7.3 减压蒸馏操作 /33
- 2.8 萃取 /34
  - 2.8.1 基本原理 /34
  - 2.8.2 萃取操作 /35
- 2.9 重结晶 /36
  - 2.9.1 溶剂的选择 /37
  - 2.9.2 固体的溶解 /37
  - 2.9.3 脱色 /37
  - 2.9.4 热过滤 /37
  - 2.9.5 结晶 /38
  - 2.9.6 抽气过滤(减压过滤) /38
- 2.10 升华 /39

- 2.11 色谱分离技术 /39
  - 2.11.1 柱色谱 /40
  - 2.11.2 薄层色谱 /42
  - 2.11.3 纸色谱 /45
- 2.12 熔点的测定 /47
  - 2.12.1 基本原理 /47
  - 2.12.2 基本操作 /48
- 2.13 微量法沸点测定 /50
  - 2.13.1 基本原理 /50
  - 2.13.2 微量法测定沸点的步骤 /50
- 2.14 折光率的测定 /51
  - 2.14.1 基本原理 /51
  - 2.14.2 折光率的测定 /52
- 2.15 旋光度的测定 /53
  - 2.15.1 基本原理 /53
  - 2.15.2 旋光仪的构造和测试原理 /54
  - 2.15.3 旋光度的测定 /56
- 第3章 有机化合物反应及制备实验 /57**
  - 3.1 有机化学基本实验 /57
    - 实验一 工业乙醇的简单蒸馏和分馏 /57
  - 3.2 烃类 /59
    - 实验二 环己烯的制备 /59
  - 3.3 卤代烃 /61
    - 实验三 溴乙烷的制备 /61
    - 实验四 1-溴丁烷的制备 /63
  - 3.4 醚 /65
    - 实验五 正丁醚的制备 /65
  - 3.5 酸 /67
    - 实验六 己二酸的制备 /67
    - 实验七 肉桂酸的制备 /68
  - 3.6 羧酸衍生物 /71
    - 实验八 乙酸正丁酯的制备 /71
    - 实验九 乙酸乙酯的制备 /73
    - 实验十 乙酰水杨酸的制备 /75
    - 实验十一 3-丁酮酸乙酯的制备 /78
    - 实验十二 增塑剂邻苯二甲酸二正丁酯的合成及其酸值的测定 /80
    - 实验十三 乙酸乙烯酯的乳液聚合 /83
  - 3.7 有机含氮化合物 /85

## 实验十四 乙酰苯胺的制备 /85

## 第4章 综合性实验 /88

- 4.1 官能团化合物的鉴别实验 /88
  - 实验十五 银氨溶液实验 /88
  - 实验十六 硝酸银实验 /88
  - 实验十七 Lucas 实验 /89
  - 实验十八 氯化铁实验 /89
  - 实验十九 碘仿实验 /90
  - 实验二十 亚硫酸氢钠实验 /90
  - 实验二十一 氢氧化亚铁实验 /90
- 4.2 混合物的提取和分离 /91
  - 实验二十二 菠菜叶色素的分离 /91
  - 实验二十三 红辣椒中色素的分离 /93
  - 实验二十四 从茶叶中提取咖啡因 /95
- 4.3 设计及研究性实验 /96
  - 设计题目一 由环己醇制备己二酸二酯 /97
  - 设计题目二 制备乙酸异戊酯的实验条件研究 /97
  - 设计题目三 微波辐射法合成药物 /98

## 第5章 实验综合练习 /100

- 综合练习一 /100
- 综合练习二 /102
- 综合练习三 /104
- 综合练习四 /105
- 综合练习五 /107

## 附录 A 常用试剂的配制 /109

## 附录 B 乙醇溶液的密度和百分组成 /112

## 附录 C 常用洗涤液的配制 /113

## 参考文献 /114



# 有机化学实验常识

## 1.1 有机化学实验及其分类

有机化学是一门实验科学,有机化学的理论在大量实验的基础上产生,并接受其检验而得到发展和逐步完善。有机化学实验课的基本任务在于:

- (1) 印证有机化学理论并加深对理论的理解;
- (2) 训练有机实验的基本操作能力;
- (3) 培养理论联系实际、严谨求实的实验作风和良好的实验习惯;
- (4) 培养学生的初步科研能力,即根据原料及产物的性质正确选择反应路线和分离纯化路线、正确控制反应条件、准确记录实验数据及对结果综合整理分析的能力。

从实验目的考虑,有机化学实验可分为有机分析实验、有机合成实验、分离纯化实验及理论探讨性实验。

(1) 有机分析实验:

- ① 常数测定实验,以确定化合物的物理常数为目的,一般不涉及化学反应;
- ② 化学性质实验,以确定化合物是否具有某种性质或某种官能团为目的;
- ③ 波谱实验,通过测定化合物的某种特征吸收,或化合物分子受到高能量电子束的轰击时裂解的碎片来确定化合物的结构特征。

(2) 有机合成实验:以通过化学反应获得反应产物为目的。

(3) 分离纯化实验:以从混合物中获得某种预期成分为目的,一般不发生化学变化。

(4) 理论探讨性实验:如反应动力学、反应机理、催化机理、反应过渡态研究等。

其中有机合成和分离纯化实验也合称为制备实验,一次具体的实验往往涉及两三类实验,例如通过有机合成得到的产物、副产物、未反应的原料、溶剂、催化剂等的混合物,需进行分离纯化才能得到较纯净的产物,最后还需要通过适当的有机分析实验来鉴定产物。

有机化学实验中反复使用、具有固定规程和要点的操作单元称为基本操作。复杂的实验是基本操作的组合,因此,基本操作能力训练是有机化学实验课程的核心任务。为训练基本操作能力而专门设计的实验称为基本操作实验。

有机实验的成功与否包括两个方面:一是实验的结果(例如预期的现象是否出现,预期的产品是否得到以及产品的质量 and 收率等);二是操作条件控制的准确性和记录的完整性。一般说来后者更为重要,因为实验结果不理想可以通过改变实验条件而逐步达到成功,而条件控制不准确则是一笔“糊涂账”,无法再现实验结果。

## 1.2 有机化学实验室的安全知识及常见事故的预防和处置

由于有机化学实验所用的药品多数是有毒、可燃、有腐蚀性或有爆炸性的,所用的仪器大部分是玻璃制品,所以,在有机化学实验室工作,若粗心大意,就容易发生事故,如割伤、烧伤,乃至火灾、中毒或爆炸等,因此,必须认识到化学实验室是具有潜在危险的场所。然而,只要我们重视安全问题,提高警惕,实验时严格遵守操作规程,加强安全措施,事故是可以避免的。下面介绍实验室的安全守则和实验室事故的预防与处理。

### 1.2.1 有机化学实验室的安全知识

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,在征得指导教师同意之后,方可进行实验。

(2) 实验进行时,不得离开岗位,要注意反应进行的情况和装置有无漏气或破裂等现象。

(3) 当进行有可能发生危险的实验时,要根据实验情况采取必要的安全措施,如戴防护眼镜、面罩或橡皮手套等,但不能戴隐形眼镜。

(4) 使用易燃、易爆药品时,应远离火源。实验试剂不得入口。严禁在实验室内吸烟或吃食物。实验结束后要细心洗手。

(5) 熟悉安全用具如灭火器材、砂箱以及急救药箱的放置地点和使用方法,并妥善保管。安全用具和急救药品不准移作他用。

### 1.2.2 实验室事故的预防

#### 1. 火灾的预防

实验室中使用的有机溶剂大多数是易燃的,着火是有机实验室常见的事故之一,应尽可能避免使用明火。

防火的基本原则有下列几点。

(1) 在操作易燃的溶剂时要特别注意:

① 应远离火源。

② 勿将易燃液体放在敞口容器(如烧杯)中直火加热。

③ 加热必须在水浴中进行,切勿使容器密闭,否则易造成爆炸。当附近有露置的易燃溶剂时,切勿点火。

(2) 养成在进行易燃物质实验时,应先将酒精一类易燃物质搬开的习惯。

(3) 蒸馏装置不能漏气,如发现漏气,应立即停止加热,检查原因。若因塞子被腐蚀,则待冷却后,才能换掉塞子。接收瓶不宜用敞口容器如广口瓶、烧杯等,而应用窄口容器如三角烧瓶等。从蒸馏装置接收瓶排出尾气的出口应远离火源,最好用橡皮管引入下水道或室外。

(4) 回流或蒸馏低沸点易燃液体时应注意:

① 放数粒沸石或素烧瓷片或一端封口的毛细管,以防止暴沸。若在加热后才发现未放这类物质时,绝不能急躁,不能立即揭开瓶塞补放,而应停止加热,待被蒸馏的液体冷却后才能加入,否则,会因暴沸而发生事故。

② 严禁直接加热。

③ 瓶内液体量不能超过瓶容积的 2/3。

④ 加热速度宜慢,不能快,避免局部过热。总之,蒸馏或回流易燃低沸点液体时,一定要谨慎,不能粗心大意。

(5) 用油浴加热蒸馏或回流时,必须特别注意避免由于冷凝用水溅入热油浴中致使油外溅到热源上而引起火灾的危险。通常发生危险的原因,主要是橡皮管套进冷凝管不紧密,开水阀过快,水流过猛把橡皮管冲出来,或者由于套不紧漏水。所以,要求橡皮管套入冷凝管侧管时要紧密,开水阀时动作也要慢,使水流慢慢通入冷凝管内。

(6) 当处理大量的可燃性液体时,应在通风橱中或在指定地方进行,室内应无火源。

(7) 不得把燃着或者带有火星的火柴梗或纸条等乱抛乱掷,也不得丢入废物缸中,否则会发生危险。

## 2. 爆炸的预防

在有机化学实验中,预防爆炸的一般措施如下:

(1) 蒸馏装置必须安装正确,不能造成密闭体系,应使装置与大气相连通;减压蒸馏时,不能用三角烧瓶、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,否则易发生爆炸,而应选用圆底烧瓶作为接收瓶或反应瓶。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。

(2) 切勿使易燃易爆的气体接近火源,有机溶剂如醚类和汽油一类物质的蒸气与空气相混合时极为危险,可能会由一个热的表面或者一个火花、电花而引起爆炸。

(3) 使用乙醚等醚类时,必须检查有无过氧化物存在,如果发现有过氧化物存在,应立即用硫酸亚铁除去过氧化物后,才能使用,同时应在通风较好的地方或在通风橱内进行。

(4) 对于易爆炸的固体,如重金属乙炔化物、苦味酸金属盐、三硝基甲苯等都不能重压或撞击,以免引起爆炸,对于这些危险的残渣,必须小心销毁。例如,重金属乙炔化物可用浓盐酸或浓硝酸使它分解,重氮化合物可加水煮沸使其分解等。

(5) 勿使卤代烷与金属钠接触,因反应剧烈易发生爆炸。钠屑必须放在指定的地方。

## 3. 中毒的预防

大多数化学药品都具有一定的毒性。主要是通过呼吸道和皮肤接触对人体造成危害,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,尤其是有毒物品。做完实验后,应洗手后再吃东西。任何药品不能用嘴尝。

(2) 剧毒药品应妥善保管,不得乱放,实验中所用的剧毒物质应有专人负责收发,并向使用者提示必须遵守的操作规程。实验后的有毒残渣必须妥善有效地处理,不准乱丢。

(3) 有些剧毒物质会渗入皮肤,因此,接触这些物质时必须戴橡皮手套,操作后应立即

洗手,切勿让毒品沾及五官或伤口。例如,氰化钠沾及伤口后就会随血液循环至全身,严重的会造成中毒死伤事故。

(4) 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内进行,使用后的器皿应及时清洗。在使用通风橱时,实验开始后不要把头伸入橱内。

#### 4. 触电的预防

使用电器时,应防止人体与电器导电部分直接接触,不能用湿手或用手握湿的物体接触电插头。为了防止触电,装置和设备的金属外壳等都应连接地线,实验后应切断电源,再将连接电源的插头拔下。

### 1.2.3 事故的处理和急救

#### 1. 火灾的处理

实验室一旦失火,室内全体人员应积极而有秩序地参加灭火,一般采用如下措施:一方面防止火势扩展——立即关闭煤气灯,熄灭其他火源,拉开室内总电闸,搬开易燃物质;另一方面立即灭火。有机化学实验室灭火,常采用使燃着的物质隔绝空气的办法,通常不能用水,否则,可能会引起更大的火灾。在失火初期,不能用口吹,必须使用灭火器、砂、毛毡等。若火势小,可用数层湿布把着火的仪器包裹起来。如在小器皿内着火(如烧杯或烧瓶内),可盖上石棉板或瓷片等,使之隔绝空气而灭火,绝不能用口吹。

如果油类着火,要用砂或灭火器灭火,也可撒上干燥的固体碳酸氢钠粉末。

如果电器着火,首先应先切断电源,然后再用二氧化碳灭火器或四氯化碳灭火器灭火(注意:四氯化碳蒸气有毒,在空气不流通的地方使用有危险),因为这些灭火剂不导电,不会使人触电。绝不能用水和泡沫灭火器灭火,因为水能导电,会使人触电甚至死亡。

如果衣服着火,切勿奔跑,应立即倒地打滚,邻近人员可用毛毡或棉胎一类东西盖在其身上,使之隔绝空气而灭火。

总之,当失火时,应根据起火的原因和火场周围的情况,采取不同的方法灭火。无论使用哪一种灭火器材,都应从火的四周开始向中心扑灭,把灭火器的喷出口对准火焰的底部。在抢救过程中切勿犹豫。

#### 2. 玻璃割伤

玻璃割伤是常见的事故,受伤后要仔细观察伤口处有没有玻璃碎粒,如有,应先把玻璃碎粒取出。若伤势不重,先进行简单的急救处理,如涂上万花油,再用纱布包扎;若伤口严重,流血不止时,可在伤口上部约 10 cm 处用纱布扎紧,减慢流血,压迫止血,然后到医院就诊。

#### 3. 药品的灼伤

皮肤接触腐蚀性物质可能被灼伤,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方法处理。

### 1) 酸灼伤

皮肤上——立即用大量水冲洗,然后用5%碳酸氢钠溶液洗涤,涂上油膏,并将伤口扎好。

眼睛上——抹去溅在眼睛外面的酸,立即用水冲洗,用洗眼杯或将橡皮管套上水龙头用慢水对准眼睛冲洗,之后到医院就诊,或者再用稀碳酸氢钠溶液洗涤,之后滴入少许蓖麻油。

衣服上——依次用水、稀氨水和水冲洗。

地板上——撒上石灰粉,再用水冲洗。

### 2) 碱灼伤

皮肤上——先用水冲洗,然后用饱和硼酸溶液或1%醋酸溶液洗涤,再涂上油膏,并包扎好。

眼睛上——抹去溅在眼睛外面的碱,用水冲洗,再用饱和硼酸溶液洗涤,之后滴入蓖麻油。

衣服上——先用水洗,然后用10%醋酸溶液洗涤,再用氢氧化铵中和多余的醋酸,最后用水冲洗。

### 3) 溴灼伤

如溴沾到皮肤上,应立即用水冲洗,涂上甘油,敷上烫伤油膏,将伤处包好。如眼睛受到溴的蒸气刺激,暂时不能睁开时,可将眼睛对着盛有酒精的瓶口片刻,偶尔睁开一下,以缓解眼部刺激。

上述各种急救法,仅为暂时减轻疼痛的措施。若伤势较重,在急救之后,应速送医院诊治。

## 4. 烫伤

轻伤者涂以玉树油或鞣酸油膏,重伤者涂以烫伤油膏后送医院诊治。

## 5. 中毒

溅入口中而尚未咽下的毒物应立即吐出来,用大量水冲洗口腔;如已吞下,则应根据毒物的性质服解毒剂,并立即送医院急救。

### 1) 腐蚀性毒物

对于强酸,先饮大量的水,再服氢氧化铝膏、鸡蛋白;对于强碱,也要先饮大量的水,然后服用醋、酸果汁、鸡蛋白。不论酸或碱中毒都需灌注牛奶,不要吃呕吐剂。

### 2) 刺激性及神经性中毒

先服牛奶或鸡蛋白使之缓和,再服用硫酸铜溶液(约30g溶于一杯水中)催吐,有时也可以用手指伸入喉部催吐,之后立即到医院就诊。

### 3) 吸入气体中毒

将中毒者移至室外,解开衣领及纽扣。吸入大量氯气或溴气者,可用碳酸氢钠溶液漱口。

### 1.2.4 急救用具

消防器材：泡沫灭火器、四氯化碳灭火器(弹)、二氧化碳灭火器、砂、石棉布、毛毡、棉胎和手提式花洒。

急救药箱：碘酒、双氧水、饱和硼砂溶液、1%醋酸溶液、5%碳酸氢钠溶液、70%酒精、玉树油、烫伤油膏、万花油、药用蓖麻油、硼酸膏或凡士林、磺胺药粉、洗眼杯、消毒棉花、纱布、胶布、绷带、剪刀、镊子、橡皮管等。

## 1.3 实验室学生守则

(1) 实验前须认真预习有关实验内容,明确实验目的和要求,了解实验原理、反应特点、原料和产物的性质及可能发生的事,写好预习报告。

(2) 实验中要集中思想,认真操作,仔细观察,如实记录,不做与该次实验无关的事。

(3) 遵从教师指导,严格按规程操作,未经教师同意,不得擅自改变药品用量、操作条件和操作程序。

(4) 保持实验台面、地面、仪器及水槽的整洁。所有废弃的固体物应丢入废物缸,不得丢入水槽,以免堵塞下水道。

(5) 爱护公物,节约水、电、煤气。不得私自将药品、仪器带出实验室。

(6) 实验完毕,清洗仪器并收好,清理实验台面,经教师检查合格后方可离开实验室。

(7) 值日生须做好地面、公共台面、水槽的卫生并清理废物缸,检查水、电、煤气,关好门窗,经检查合格后方可离开。

## 1.4 实验预习、实验记录和实验报告

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3部分:实验预习、实验记录及课后实验报告。

### 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,简单叙述操作原理。

(3) 按实验报告要求填写主要试剂及产物的物理和化学性质。

(4) 画出主要反应装置图。

(5) 写出操作步骤。

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,实验中有那些安全问题。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,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、产品的量和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,要简明扼要,条理清楚。记录直接写在实验报告上。不要随便记在一张纸上,课后再抄入报告。

### 1.4.3 实验报告

实验报告在课后完成。内容包括:

(1) 对实验现象逐一作出正确的解释。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,实际产量也是异构体实际产量之和。计算公式如下:

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

(3) 填写物理常数的测试结果。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。此部分内容可写在思考题中,总结出问题,并给出解答。

实验报告要求条理清楚,文字简练,图表清晰、准确。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。

下面给出实验报告的格式。

### 1.4.4 实验报告示例

#### 实验题目: 1-溴丁烷的制备

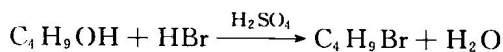
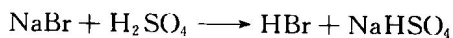
实验目的:

1. 学习由醇制备溴代烷的原理和方法。

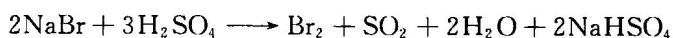
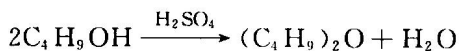
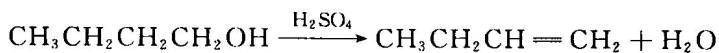
2. 初步掌握带有有害气体吸收的加热回流装置的基本操作,进一步巩固蒸馏装置和分液漏斗的使用方法。

实验原理:

主反应:



副反应:



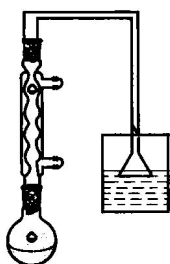
主要试剂及产物物理常数:

试剂名称	相对分子质量	熔点/°C	沸点/°C	相对密度	相对折光率	溶解度/(g/100 mL 溶剂)
乙醇	46	-117	78.4	0.79	1.3993	水中∞
溴化钠	103				1.4398	水中 79.5(0°C)
硫酸	98	10.38	340(分解)	1.83		水中∞
溴乙烷	109	-118.6	38.4	1.46		水中 1.06(0°C), 醇中∞
硫酸氢钠	120					水中 50(0°C), 100(100°C)
乙醚	74	-116	34.6	0.71		水中 7.5(20°C), 醇中∞
乙烯	28	-169	-103.7			

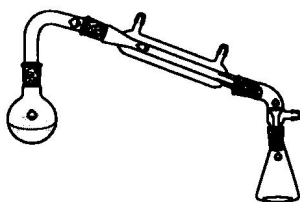
主要试剂的规格及用量:

试剂名称	规格	实际用量			理论量/mol	过量/%	理论产量
		/g	/mL	/mol			
95%乙醇	分析纯	8	10	0.165	0.126	31	
溴化钠	分析纯	13		0.126			
硫酸	98%, 分析纯		19	0.34	0.126	170	
溴乙烷					0.126		13.4g

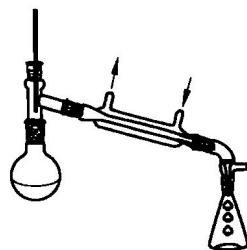
仪器装置:



(a) 加热回流装置



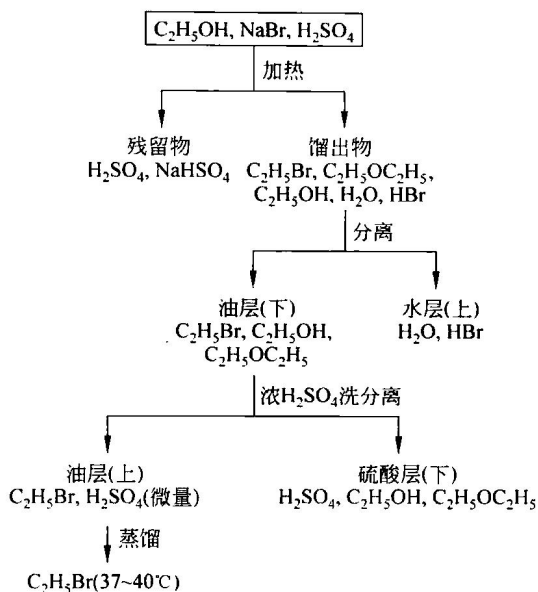
(b) 反应装置



(c) 蒸馏装置



## 实验流程图：



## 实验记录：

时间	步骤	现象	备注
8:30	安装反应装置		接收器中盛 20 mL 水,用冷水冷却
8:45	在烧瓶中加入 13 g 溴化钠,然后加入 9 mL 水,振荡使其溶解	固体成碎粒状,未全溶	
8:55	再加入 10 mL 95%乙醇,混合均匀		
9:00	振荡冷却下逐渐滴加 19 mL 浓硫酸,同时用水浴冷却	放热	
9:10	加入几粒沸石开始加热		
9:20		出现大量细泡沫	
9:25		冷凝管中有馏出液,乳白色油状物沉在水底	
10:15		固体消失	
10:25	停止加热	馏出液已无油滴,瓶中残留物冷却成无色结晶	用试管盛少量水试验,是 NaHSO <sub>4</sub>
10:30	用分液漏斗分出油层		油层 8 mL
10:35	油层用冰水冷却,滴加 5 mL 浓硫酸,振荡后静置	油层(上)变透明	
10:50	分去下层硫酸		
11:05	安装好蒸馏装置		接收瓶 53.0 g
11:10	加热油层,蒸馏		
11:18	开始有馏出液	38°C	
11:33	蒸馏完毕	39.5°C	接收瓶 + 溴乙烷 63.0 g, 溴乙烷 10 g