

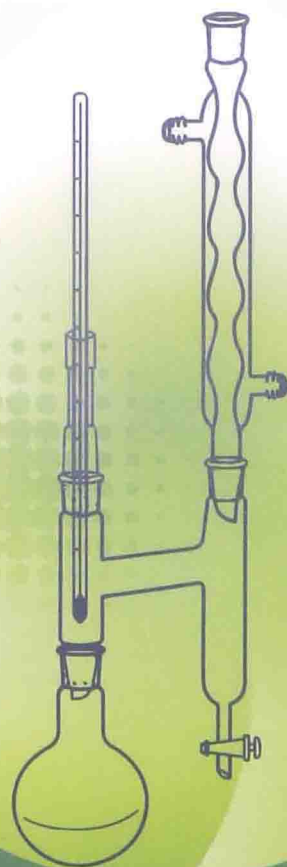
省级实验教学示范中心系列教材

大学化学实验(II)

——有机化学实验

石春玲 主编

田林 吴琼 副主编



化学工业出版社

省级实验教学示范中心系列教材

大学化学实验(Ⅱ)——有机化学实验

石春玲 主编

田 林 吴 琼 副主编



化学工业出版社

· 北京 ·

本书共分为有机化学实验基础知识、有机化合物的性质实验、基础合成实验、天然产物的提取、综合性合成实验和设计性合成实验六大部分，前四部分属于基础实验，加强了典型有机化合物合成实验的内容，压缩了验证性实验。其中合成实验以典型有机反应为基础，融入了一些应用及影响广泛、内容新颖的反应及化合物类型，选择了一些非常规条件下的合成方法，并选用一些近代实验内容，实验中也涉及了具有代表性的天然产物的提取。综合性实验突出了综合训练和应用性，同时兼顾农药、医药、生命科学等专业的教学需要，设计性合成实验仅仅给出了合成提示。每个实验均有化合物的物理常数、e网链接等项目，每个制备实验后面给出了产物的红外谱图，供读者参考。

本书可供高等学校化学及相关专业有机化学实验课程使用，还可供化学、化工、轻工、食品、环境等行业的相关技术及管理工作参考。

图书在版编目 (CIP) 数据

大学化学实验 (II) —— 有机化学实验 / 石春玲主编. — 北京:
化学工业出版社, 2014.9

省级实验教学示范中心系列教材

ISBN 978-7-122-21037-1

I. ①大… II. ①石… III. ①化学实验-高等学校-教材②有
机化学-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 (2014) 第 135588 号

责任编辑: 宋林青

文字编辑: 孙凤英

责任校对: 陶燕华

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: 北京市振南印刷有限责任公司

装订: 三河市宇新装订厂

787mm×1092mm 1/16 印张 10 字数 242 千字 2014 年 10 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: 21.00 元

版权所有 违者必究

《大学化学实验》系列教材编委会

主 编：堵锡华

副主编：陈 艳

编 委(以姓名笔画为序)：

石春玲

冯长君

刘 青

陈 艳

堵锡华

田 林

朱 捷

李 靖

周颖梅

董黎明

史小琴

庄文昌

李鸣建

宫贵贞

蔡可迎

冯 惠

刘 彤

吴 琼

高淑云

《大学化学实验》系列教材共分五册，是根据目前大学基础化学实验改革的新趋势，在多年实践教学经验的基础上编写而成的。本教材自成体系，力求实验内容的规范性、新颖性和科学性，编入的实验项目既强化了基础，又兼顾了综合性、创新性和应用性。教材将四大化学的基本操作实验综合为一册，这样就避免了各门课程实验内容的重复；其他四册从实验(I)~实验(IV)，涵盖了无机化学实验、有机化学实验、分析化学实验、物理化学实验的专门操作技能和基本理论，增加了相关学科领域的新知识、新方法和新技术，并适当增加了综合性、设计性和创新性实验内容项目，以进一步培养学生的实际操作技能和创新能力。

本书是《大学化学实验》系列教材的分册之一，是根据教育部化学和应用化学专业基本教学内容、国家化学基础课实验教学中心及江苏省高校基础课实验教学中心关于有机化学实验课内容的基本要求编写的。

本书按照由浅入深，由一步反应到多步反应的顺序排列，共分为六大部分。

第1章，有机化学实验基础知识，包括：有机化学实验室规则；有机化学实验安全知识；有机化学实验预习、记录和实验报告。

第2章，有机化合物的性质实验，这部分与其他书相比有较大的压缩，仅选取了代表性化合物的性质验证。

第3章，基础合成实验。这是本书的主干部分，在选择内容时，以典型有机化学反应为基础，融入近年来一些应用和影响广泛、内容新颖的有机反应及化合物类型；在编排内容时，以化合物类型为基本顺序，在每个实验的原理部分介绍了这一化合物的一般制备方法(包括实验室或工业合成)、用途及最新进展；涉及了非常规条件的有机合成方法，给出几个基本实验供选择，简单介绍近现代实验技术。

第4章，天然产物的提取。有些天然产物可直接作为药物、香料，有些则为新结构药物、农药的研究提供模型化合物，这部分介绍了几种代表性的天然产物的提取。

第5章，综合性合成实验。在选择此部分内容时，突出了综合训练和应用性，兼顾农药、医药、生命科学等专业的教学需要；对于多步反应实验，有些是作为独立的实验给出，以供选做。

第6章，设计性合成实验(亦称文献实验)，给出了层次分明的若干题目，一般给出合成提示，并附以相关文献，由同学们自行设计、确定具体的实验操作步骤，与老师讨论后再进行实验；进行设计性合成实验的目的在于，培养学生的初步科研能力，为将来工作或学习中进行科学研究打下一定的基础，在做开放性实验时也可采用。

在第2章~第5章的内容中，每个制备实验都给出了“物理常数”项，包含有关反应物、中间产物和最后产物的某些物理常数，以帮助观察、理解实验现象和分离纯化步骤中的操作；e网链接则提供一些与实验相关的网络连接，同时还提供了每个产物的红外谱

图，以供学生比对和参考。

我们根据自身的教学积累，并力求参考其他院校的成功经验，在实验内容、实验后的注意事项及其他地方加以体现这些经验积累。

本书的内容远超过目前的教学时数，各校在使用时可以根据自己的专业特点、教学实际情况，选择不同层次的内容。

本书的附录部分，列出了与有机化学实验相关的必要资料、数据及常数等。

本书由石春玲任主编，田林、吴琼任副主编。其中石春玲编写实验 3、实验 14～实验 21、实验 36、实验 45、实验 46、实验 48；陈艳编写 1.1、实验 1、实验 2、实验 7～实验 13、实验 35、实验 43、实验 44、实验 47；田林编写 1.3、实验 5、实验 6、实验 28～实验 34、实验 40～实验 42、实验 50、实验 51；吴琼编写 1.2、实验 4、实验 22～实验 27、实验 37～实验 39、实验 49。

本书除适用于化学化工相关专业的本科学生实验教学外，还可供化学、化工等行业的技术及管理工作者参考。

由于编者水平所限，恳请读者对本书的疏漏、不足之处给予批评指正！

编者
2014 年 4 月

第1章 有机化学实验基础知识	1
1.1 有机化学实验室规则	1
1.2 有机化学实验安全知识	1
1.2.1 有机化学实验室的安全守则	2
1.2.2 有机化学实验室常见事故的预防与处理	2
1.2.3 有机化学实验室的急救器具	4
1.3 有机化学实验预习、记录和实验报告	5
1.3.1 实验预习	5
1.3.2 实验记录	6
1.3.3 实验报告	6
实验报告范例 正溴丁烷的制备	6
第2章 有机化合物的性质实验	10
实验 1 烃及卤代烃的化学性质	10
实验 2 醇、酚、醚的性质	13
实验 3 醛和酮的化学性质	16
实验 4 羧酸及其衍生物的性质	20
实验 5 胺和酰胺的化学性质	23
实验 6 杂环化合物和生物碱的化学性质	26
第3章 基础合成实验	28
实验 7 环己烯的制备	28
实验 8 溴乙烷的制备	32
实验 9 1-溴丁烷的制备	34
实验 10 溴苯的制备	37
实验 11 乙苯的制备	40
实验 12 对甲苯乙酮的制备	43
实验 13 硝基苯的制备	45
实验 14 2-甲基 2-己醇的制备	48
实验 15 二苯甲醇的制备	51
实验 16 无水乙醚的制备	53

实验 17	正丁醚的制备	56
实验 18	水杨醛的制备	59
实验 19	环己酮的制备	62
实验 20	乙酰苯胺的制备	64
实验 21	甲基橙的制备	67
实验 22	呋喃甲醇和呋喃甲酸的制备	70
实验 23	碘仿的制备	73
实验 24	苯频哪醇的制备	76
实验 25	2,4-二羟基苯乙酮的制备	78
实验 26	环己酮肟的制备	81
实验 27	查耳酮的制备	83
实验 28	对硝基苯甲酸的制备	86
实验 29	肉桂酸的制备	88
实验 30	对氨基苯甲酸的制备	92
实验 31	乙酸乙酯的制备	95
实验 32	乙酰乙酸乙酯的制备	98
实验 33	苯甲酸乙酯的制备	102
实验 34	己内酰胺的制备	105

第4章 天然产物的提取 108

实验 35	从茶叶中提取咖啡因	108
实验 36	银杏叶中黄酮类成分的提取	111

第5章 综合性合成实验 113

实验 37	双酚 A 的合成	113
实验 38	N,N' -二环己基碳酰亚胺 (DCC) 的制备	115
实验 39	葡萄糖酸锌的制备	118
实验 40	对氨基苯甲酸乙酯的制备	121
实验 41	对氨基苯磺酰胺的制备	124
实验 42	硝苯地平的合成	127
实验 43	香豆素的合成	130
实验 44	巯基乙酸铵的制备	133
实验 45	四氯合铜二乙基铵盐的合成与热致变色实验	135
实验 46	鲁米诺的合成与化学发光	137

第6章 设计性合成实验 140

实验 47	吲哚-3-甲醛的合成设计	140
实验 48	2-环己氧基乙醇的合成设计	140
实验 49	聚己内酰胺的合成设计	141
实验 50	苯巴比妥的合成设计	141

实验 51 2-庚酮的合成设计	142
附录	143
附录 1 常用元素的相对原子质量	143
附录 2 常用酸碱相对密度及组成表	143
附录 3 常用恒沸混合物的组成和恒沸点	147
附录 4 常用有机溶剂的物理常数	148
附录 5 红外光谱中的一些特征吸收频率	148
附录 6 有机化合物手册中常见的英文缩写 (部分)	149
参考文献	150

第 1 章

有机化学实验基础知识

有机化学实验是有机化学教学的重要组成部分，有机化学实验教学的基本任务是使学生验证、巩固和加深所学的有机化学基本知识，训练学生正确掌握有机化学实验操作技能，培养学生观察、分析和解决问题的能力，养成实事求是的科学态度和严谨的工作作风。我们首先介绍有机化学实验的基础知识，学生在进行有机化学实验以前应该熟悉这部分内容。

1.1 有机化学实验室规则

为保证有机化学实验正常、有效、安全地进行，保证实验课的教学质量，学生必须遵守有机化学实验室规则。

① 认真学习有机化学实验室规则，了解有机化学实验室的安全知识及有机化学实验的基本要求。

② 切实做好实验前的一切准备工作，包括认真预习实验内容，查阅相关的文献资料，明确实验的目的和要求，了解实验的基本原理、步骤和操作技术，熟悉实验中所用药品、仪器，写出实验预习报告，没有达到预习要求者不得进行实验。

③ 实验操作严格按操作规程进行，如有改变，需征求任课教师同意，实验中要精神集中、认真仔细观察实验现象，积极思考，忠实记录，如遇实验结果和理论不符应分析原因或重做实验。

④ 实验过程中保持实验室的环境卫生，棉花、火柴梗、用过的滤纸等固体废物应放在垃圾桶内，不得丢入水槽；废酸、废碱等液体废物应倒在指定的废液桶内，废溶剂倒在指定的密封容器中回收。

⑤ 爱护公物。公用仪器、药品用完后要放回原处，并保持原样。如有损坏应及时报告指导教师，办理登记、赔偿、换领手续。

⑥ 实验完成后，将个人实验台面打扫干净，仪器洗净、挂放好，拔掉电源插头，经指导教师检查在记录本上签字后方可离开实验室。

⑦ 学生轮流做值日。值日生负责整理共有仪器和药品，打扫实验室，倒净垃圾桶和废液缸，检查水、电、气及门窗是否关好，经实验室管理人员认可后方可离开。

⑧ 实验后按照实验记录和数据独立完成实验报告，不得拼凑或抄袭他人数据。实验报告按照教师要求认真书写，并及时上交。

1.2 有机化学实验安全知识

在有机化学实验中，所用药品大部分都是易燃、易爆、有毒、有腐蚀性的，所用的仪器大部分也都是易破碎的玻璃制品，因此，在有机化学实验室中安全知识尤为重要。进入有机

化学实验室后，必须深刻认识到其潜在的危险性，做实验时要细致认真，严格遵守操作规程，切忌粗心大意，违反操作规定，酿成不必要的事故。下面介绍有机化学实验室的安全守则和常见事故的预防和处理。

1.2.1 有机化学实验室的安全守则

① 进入有机实验室工作，必须穿实验服，穿能够盖住脚面的舒适平底鞋，有条件情况下戴橡胶手套及防尘口罩，尽量减少皮肤的裸露面积，这样可以有效避免皮肤的灼伤和有毒气体对呼吸道的刺激。

② 了解实验室内水、电、气的开关位置，灭火器材和急救箱的摆放地点和使用方法，严格遵守实验室的安全守则，若发生意外事故及时处理并报请老师做进一步的处理。

③ 有机实验室中严禁吸烟、饮水和吃各种食物，防止火灾和食物中毒。

④ 做有机实验前，一定养成在实验台的右上角放上一块湿抹布的良好习惯，尤其是有明火加热的实验，这个细节更加重要。

⑤ 完成每次有机实验离开实验室前，必须用肥皂或洗手液洗净双手后，方可离开。

1.2.2 有机化学实验室常见事故的预防与处理

(1) 火灾的预防与处理

有机实验室中所用的有机试剂大部分具有易燃性，因此着火是有机实验室中最常见的事故之一，为避免发生火灾，必须注意以下事项。

① 不能用敞口容器加热和放置易燃、易挥发的化学试剂。加热时，应根据实验要求和物质的特点选择正确得当的加热方法。当附近有露置的易燃溶剂时，切勿点火。

② 蒸馏或者回流有机物时应加入沸石，防止暴沸。装置不能漏气也勿密闭，否则容易发生爆炸。蒸馏装置接收瓶逸出的尾气出口应远离明火，最好用橡皮管通入下水道。

③ 油浴加热时，必须注意避免冷凝水溅入热的油浴中导致油溅到热源上而引起火灾。

④ 尽量防止或减少易燃气体的逸出。当处理大量易燃物时，须远离明火，并在通风橱中进行相关操作，注意室内通风。

⑤ 不得把燃着或带火星的火柴或纸条到处乱抛乱扔，更不得将其丢入废液缸中，以免发生火灾。

⑥ 实验室不得存放大量易燃、易挥发性的物质，并需要注意通风。

实验室中如果遇到火灾，应根据起火原因和火势情况，沉着冷静处理，控制事故的扩大，一般采取以下几种措施。

① 首先，为防止火势扩展，应立即熄灭附近所有火源，切断电源，移走未着火的可燃物。

② 根据火势情况，立即灭火：若火势较小，可以用湿抹布或者砂灭火；若火势较大，就必须用灭火器进行灭火。有机物着火，切勿用水浇方式灭火，否则会引起更大的火灾；油类物质着火，可以用砂或灭火器进行灭火，也可以撒上干燥的碳酸氢钠粉末进行灭火；电器着火，应立即切断电源，然后用四氯化碳灭火器或者二氧化碳灭火器进行灭火，其中最常使用二氧化碳灭火器，因为四氯化碳蒸气有毒，在空气流通性差的地方使用相当危险。

③ 如果火势通过以上方式还控制不住，应立即拨打火警电话 119。

(2) 爆炸的预防与处理

对有机实验室中的爆炸事故应以预防为主，一旦发生爆炸危险时，首先要沉着冷静，然后根据情况进行险情排除或及时安全撤离，并及时报警。一般对于爆炸预防主要采取如下几种措施。

① 搭置实验装置时，不能造成密闭体系，应注意保持装置与大气相通。在操作过程中如遇到堵塞情况，应立即停止加热，将堵塞排除后方可继续加热。

② 对反应过于剧烈的实验，应严格控制反应加料的速度和顺序，并注意观察及控制反应的温度，保证反应平稳进行。

③ 很多化合物容易发生爆炸，例如过氧化物、重金属乙炔化物、芳香族多硝基化合物等，在受热或者受到碰撞时都有可能发生爆炸。含过氧化物的乙醚在蒸馏时有爆炸的危险，乙醇和浓硝酸的混合也会引起特别强烈的爆炸。醚类和汽油类的蒸气和空气相混合时极其危险，可能会由一个热的表面或者一个电花、火花而引起剧烈爆炸。所以对于这类易燃易爆物质，切勿接近明火，且需注意减少摩擦，更不能重压或猛烈撞击。

④ 蒸馏操作时，不管是减压蒸馏还是常压蒸馏，均需要注意不能将液体蒸干，以免由于局部过热而发生爆炸。减压蒸馏时，需要注意不能使用平底烧瓶、锥形瓶等薄壁不耐压的容器作为反应容器或接收瓶，操作时候最好能戴上防护眼镜。

(3) 中毒的预防和处理

大多数有机化学品都具有一定的毒性，为防止中毒，应尽力做好预防工作，通常有如下几种防护措施。

① 实验前，必须做好充分的预习，了解实验中所要用到的各类药品的性能、危害性及防护措施。称量时，应使用药匙等工具，最好能佩戴乳胶手套，在通风橱中进行，尽量避免药品与皮肤及五官的直接接触，尤其注意避免药品与伤口的接触。

② 在反应过程中，可能生成有毒或有腐蚀性的气体，该类实验应加气体吸收装置，并在通风橱中进行。在使用通风橱时，应注意不要把头伸入通风橱内。

③ 在有机化学实验中，不准用嘴吸吸量管，减压抽滤时也绝对不允许使用嘴吸气，以免吸入有毒化学品，导致中毒。

④ 有些剧毒物质例如氰化物等，接触皮肤会渗入皮肤导致中毒，因此接触该类有毒物质时，需佩戴橡胶手套小心取用。做完所有有机实验，离开实验室时，均应用肥皂或洗手液将手洗净，方可离开。

假如已经发生中毒事件，应采取如下措施进行处理。

① 药品溅入口中尚未吞下时，应立即吐出，并用大量水冲洗口腔。

② 如已吞下，应根据毒物性质服以不同的解毒剂，并立即送往医院。

a. 吞食酸中毒：先饮用大量水，然后服用氢氧化铝膏、鸡蛋清、牛奶，不要吃呕吐剂。

b. 吞食碱中毒：先饮用大量水，然后服用醋、酸果汁、鸡蛋清、牛奶，不要吃呕吐剂。

c. 吞食刺激性及神经性毒物中毒：先服用牛奶或鸡蛋清使之冲淡缓和，再用一大匙硫酸镁（大约 30g）溶于一杯水中，服下催吐。有时也可以使用手指伸入喉部促使快速呕吐。

d. 吸入有毒气体中毒：将中毒者迅速转移至室外，解开衣领和纽扣。如果是吸入少量氯气或者溴中毒者，可以用稀碳酸氢钠溶液漱口。

(4) 灼伤的预防和处理

人体皮肤接触高温或强酸、强碱、溴等腐蚀性物质后均可能被灼伤。为了避免灼伤事故

的发生, 实验室应避免皮肤与上述可能引起灼伤的物质直接接触, 取用该类物质时, 最好戴橡胶手套和防护眼镜。

假如发生灼伤事件, 应采取如下措施。

- ① 被高温灼伤: 用大量水冲洗后, 在伤口处涂抹红花油, 然后擦烫伤膏。
- ② 被强碱灼伤: 先用大量水冲洗, 然后用 1%~2% 的醋酸或硼酸溶液冲洗, 再用水冲洗, 最后涂上烫伤膏。
- ③ 被强酸灼伤: 先用大量水冲洗, 然后用 1%~2% 的碳酸氢钠溶液冲洗, 最后涂上烫伤膏。
- ④ 被溴灼伤: 应立即用大量水冲洗, 然后用酒精擦洗或者用 2% 的硫代硫酸钠溶液擦洗至灼伤处呈白色, 最后涂上甘油或者鱼肝油软膏并加以按摩。
- ⑤ 眼睛被药品灼伤: 应立即用洗眼杯盛大量水冲洗眼内眼外, 如被酸灼伤, 可以用 1% 的碳酸氢钠溶液冲洗, 如被碱灼伤, 也可以用 1% 的硼酸溶液清洗。

上述各种急救方法, 仅为暂时减轻痛苦的初步处理, 如果伤势较重, 在迅速急救后, 应迅速送往医院接受专业治疗。

(5) 玻璃割伤的预防和处理

有机实验中使用的仪器多为玻璃制品, 所以操作马虎, 很容易发生割伤事件。使用玻璃仪器防止割伤最根本的原则是不能对玻璃仪器的任何部位施加过度的压力。具体操作时, 应注意以下几点。

- ① 新割断的玻璃管口处特别锋利, 很容易割伤手部, 因此使用时, 应将其锋利边口, 用火烧至熔融, 或者用锉刀将其锉成圆滑状, 使之光滑后才可使用。
- ② 用玻璃管或者温度计插入塞子或者橡皮管时, 应用水、甘油等作为润滑剂, 并慢慢旋转, 不可强行插入或拔出, 用力部位也不可离塞子太远。

假如发生割伤事件, 应仔细检查, 及时处理。

- ① 伤口较浅。应及时挤出污血, 检查伤口处是否有玻璃碎片, 如果有玻璃碎片应及时用消毒过的镊子将其取出, 并用生理盐水洗净伤口, 涂上碘伏, 再贴上“创可贴”。
- ② 伤口较深。如果静(动)脉血管被割破, 伤口较深, 流血不止时, 应首先止血, 止血方法为: 立即用绷带在伤口上部约 5~10cm 处扎紧或者用双手掐住该位置, 迅速送往医院救治。

(6) 触电的预防和处理

进入实验室后, 应首先了解灭火器、石棉布、水电开关及实验室总电闸的位置, 掌握它们各自的使用方法。使用电器时, 应检查线路连接是否正确, 防止人体与导电部分直接接触, 决不能用湿手或者手握潮湿物体触碰带电插头。为了防止触电, 装置和设备的金属外壳都应接地线, 实验结束后应立即切断电源, 再拔电源插头, 最后关冷凝水。值日生做完实验后, 要关掉所有水闸和电闸, 才可离开实验室。

如有触电事故发生, 应设法立即使触电者脱离电源, 然后对严重者做人工呼吸, 同时立即送医院抢救。

1.2.3 有机化学实验室的急救器具

(1) 消防器材

二氧化碳灭火器, 干粉灭火器, 四氯化碳灭火器, 砂桶, 湿抹布, 毛毡, 喷淋设备等(表 1-1)。

表 1-1 有机实验室常用灭火器的类型及适用范围

灭火器类型	主要内置成分	适用范围
二氧化碳灭火器	液态二氧化碳	适用于电器设备灭火或者小范围的油类及忌水化学品的灭火
泡沫灭火器	硫酸铝和碳酸氢钠	适用于油类物质着火,但污染严重,后处理麻烦
干粉灭火器	碳酸氢钠等盐类物质 与适量的防潮剂和润滑剂	适用于油类、可燃性气体、电器设备、精密仪器、图书文件等物品的早期火灾
四氯化碳灭火器	液态四氯化碳	适用于电器设备灭火,小范围的汽油、丙酮等灭火,不能用于金属钠、钾的着火。四氯化碳蒸气有毒,在空气流通性差的地方使用相当危险
酸碱灭火器	硫酸和碳酸氢钠	适用于非油类和电器设备着火的初期火灾

(2) 急救药箱

创可贴, 纱布, 绷带, 胶布, 剪刀, 镊子, 消毒棉花, 洗眼杯, 碘酒, 碘伏, 1%~2%的硼酸溶液, 1%~2%的醋酸溶液, 3%双氧水, 2%的硫代硫酸钠溶液, 1%~2%的碳酸氢钠溶液, 70%酒精, 氢氧化铝膏, 红花油, 药用蓖麻油, 硼酸膏, 烫伤膏, 凡士林, 磺胺药粉, 甘油或者鱼肝油软膏, 云南白药等。

1.3 有机化学实验预习、记录和实验报告

有机化学实验是一门理论联系实践的综合性较强的课程, 对培养学生的独立工作能力具有重要的意义。我们对实验预习、实验记录和实验报告等有机化学实验的三个环节提出了基本要求, 以保证学生能够达到有机化学实验的教学目的。

1.3.1 实验预习

为了使实验能够达到预期的效果, 在实验之前要做好充分的预习和准备工作。

实验预习的主要方法如下。

(1) 预习时应有安全意识

有机化学实验在实施的过程中经常会用到易燃、腐蚀性强、有毒性的化学药品, 因此在预习的过程中要注意预习实验过程中所遇到的药品的理化性质, 正确使用药品, 避免因使用不当造成危险。

(2) 预习时应有疑问精神

例如在预习正丁醚的制备实验中, 细心的同学应该注意到, 在搭建实验装置时要求分水器中放入 $(V-V_0)$ mL 的水, V_0 是怎么得出的? 为什么 V_0 比理论计算出的数值要稍大? 带着这样的疑问去预习实验能够让我们更全面地理解实验原理。

(3) 预习时应有记录

预习的目的是使同学们能够做到实验目的明确、实验原理清楚、熟悉实验内容和方法、牢记实验条件和实验中有关的注意事项。在此基础上简明扼要地写出预习记录。

预习记录应该包括以下几个方面。

① 实验目的与要求。

② 反应原理, 用反应式表示主反应和副反应, 并简要画出反应机理。

③ 原料、产物和副产物的物理常数; 试剂的规格, 原料的用量 (单位: mol)。

④ 正确而清楚地画出装置图，简述实验步骤和操作原理；做合成实验时，应画出粗产物纯化的流程图。

⑤ 实验中可能出现的问题，尤其是安全问题，要写出防范措施和解决办法。

⑥ 学生在预习实验过程中遇到的疑问点要记录，在老师授课的过程中以便针对疑问点来提问。

1.3.2 实验记录

实验过程中要精力集中，仔细观察实验现象，实事求是地记录实验数据，积极思考，发现异常现象应仔细查明原因，或请指导教师帮助分析处理。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。因此必须对实验的全过程进行仔细观察和记录。特别对如下内容要及时并如实地记录：①加入原料的量、顺序、颜色；②随温度的升高，反应液颜色的变化、有无沉淀及气体出现；③产品的量、颜色、熔点、沸点等数据。实验记录时要与实验步骤一一对应，内容要简明准确，书写清楚。

1.3.3 实验报告

实验报告应该是整个实验过程的真实写照。实验报告的首要考查点应该是真实性，包括实验过程的真实性、实验数据的真实性。一份不具有真实性的实验报告写得再好也要以零分计，这样既可以督促学生认真做实验，也能培养学生严谨的科学态度。一份真实的实验报告同样有着质量上的优劣，一份完整的实验报告应该包括以下九部分：实验目的、实验原理、实验仪器及药品（药品包括物化性质）、实验装置图、实验步骤及观察现象、粗产品的纯化、产率计算、思考题、实验小结。

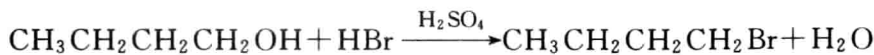
实验报告范例 正溴丁烷的制备

【实验目的与要求】

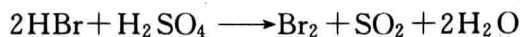
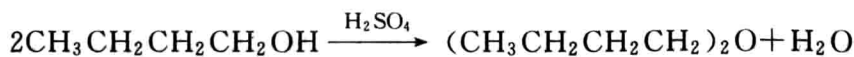
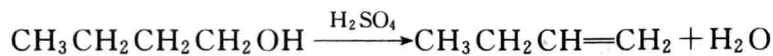
1. 学习由正丁醇与氢溴酸反应制备正溴丁烷的合成原理；
2. 掌握实验室制备正溴丁烷的实验方法；
3. 掌握回流反应及气体吸收装置的安装和使用。

【实验原理】

主反应：



副反应：



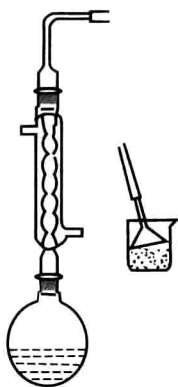
【仪器、试剂与材料】

1. 仪器：圆底烧瓶 100mL、球形冷凝管、干燥管、普通漏斗 75cm、烧杯 500mL、分液漏斗 125mL、直形冷凝管、磁力搅拌加热器。

2. 试剂和材料: 浓硫酸 (C. P.), 正丁醇 (C. P.), 溴化钠 (C. P.), 无水氯化钙 (C. P.), 饱和碳酸钠溶液。

试剂名称	相对分子质量	熔点/°C	沸点/°C	相对密度 d_4^{20}	水溶性
正丁醇	74.12	-88.9	117.7	0.8098	微溶于水
98%硫酸	98.08	—	338	1.84	与水互溶
正溴丁烷	137.03	-112.4	101.3	1.270~1.276	不溶于水

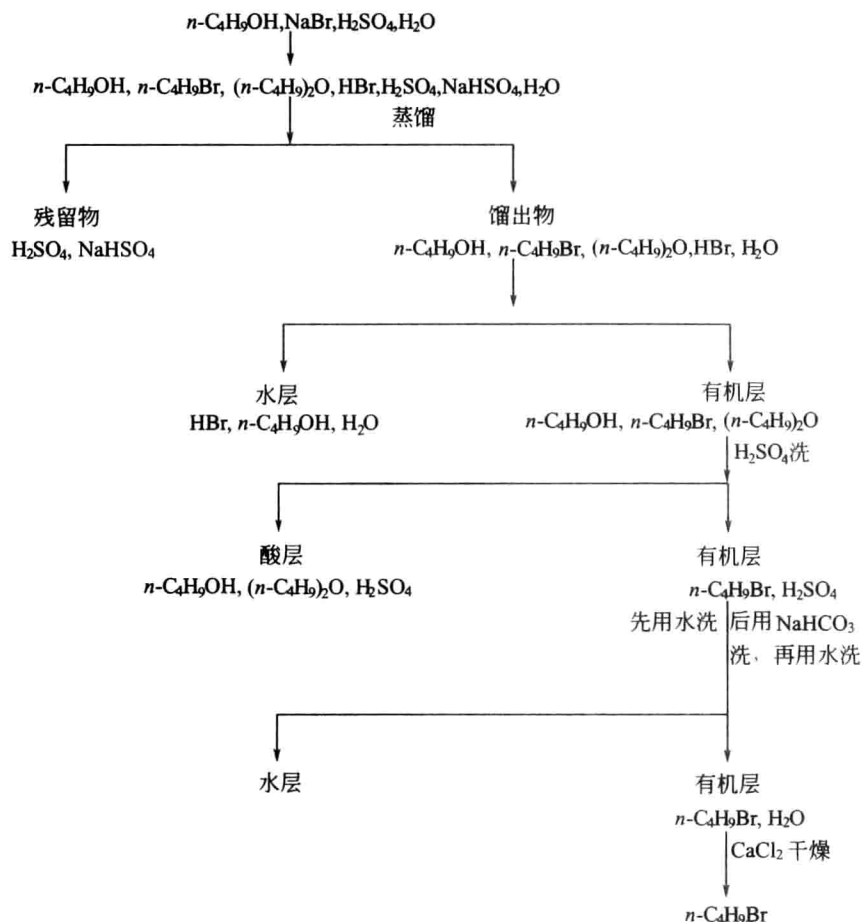
【实验装置图】



【实验步骤】

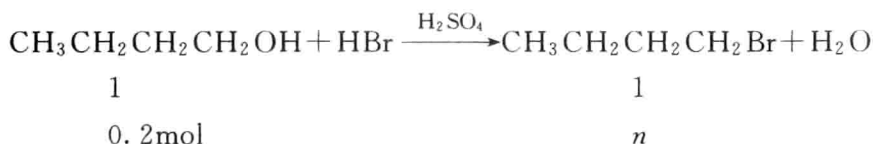
实验步骤	实验现象及解释
1. 向 150mL 圆底烧瓶中分别倒入 20mL 水、29mL 浓硫酸, 振摇后冷却。	放热, 烧瓶烫手。
2. 冷却后, 按顺序向反应体系里加入 18.5mL 正丁醇和 25g 溴化钠, 振摇, 加入 2~3 粒沸石。	不分层, 有许多溴化钠未溶。瓶中已出现白雾状溴化氢。 $\text{NaBr} + \text{H}_2\text{SO}_4 \longrightarrow \text{HBr} + \text{NaHSO}_4$
3. 装冷凝管、气体吸收装置, 电热套小火加热 1h。	沸腾, 瓶中白雾状溴化氢增多。并从冷凝管上升, 被气体吸收装置吸收。瓶中液体由一层变为三层, 上层开始极薄, 中层为橙黄色, 上层越来越厚, 中层越来越薄, 最后消失。上层颜色由淡黄变成橙黄。 $\text{NaBr} + \text{H}_2\text{SO}_4 \longrightarrow \text{HBr} + \text{NaHSO}_4$ $\text{CH}_3\text{CH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{OH} + \text{HBr} \xrightarrow{\text{H}_2\text{SO}_4} \text{CH}_3\text{CH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{Br} + \text{H}_2\text{O}$ (主要反应) $\text{CH}_3\text{CH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{OH} \xrightarrow{\text{H}_2\text{SO}_4} \text{CH}_3\text{CH}_2\text{CH}=\text{CH}_2 + \text{H}_2\text{O}$ (副反应) $2\text{CH}_3\text{CH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{OH} \xrightarrow{\text{H}_2\text{SO}_4} (\text{CH}_3\text{CH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2)_2\text{O} + \text{H}_2\text{O}$ (副反应) $2\text{HBr} + \text{H}_2\text{SO}_4 \longrightarrow \text{Br}_2 + \text{SO}_2 + 2\text{H}_2\text{O}$ (次要反应)
4. 稍冷后, 将实验装置改成蒸馏装置, 加入 2~3 粒沸石, 蒸出有机相。	馏出液一开始浑浊, 片刻后反应液分层。瓶中上层越来越少, 最后消失, 等馏出液不再有油珠出现时, 表明反应液中有有机相已经全部蒸出。
5. 粗产物依次用 15mL 水、10mL 浓硫酸、15mL 水、15mL 饱和碳酸氢钠溶液、15mL 水洗涤。	用浓硫酸洗涤时, 滴加浓硫酸时发现浓硫酸落在下层证明上层为有机相。用饱和碳酸氢钠洗涤时, 分层时中间会有絮状物, 加些食盐水可破乳。
6. 将粗产物放入 50mL 干燥的锥形瓶中, 加入 2g 无水氯化钙干燥 0.5~1 h。	粗产物呈乳浊状, 稍摇后透明。
7. 产物滤入 30mL 蒸馏瓶中, 加入沸石 2~3 粒, 蒸馏收集 99~103°C 之间的馏分。	99°C 以前的馏出液较少, 大部分集中在 101~102°C 之间, 最后升至 103°C, 温度下降, 瓶中残余很少液体, 停止蒸馏。
正溴丁烷的质量: 18g	产率: 66%

【实验流程图】



【产率计算】

因为其他试剂过量，理论产量应以正丁醇为标准进行计算。



正溴丁烷的理论产量：

$$n = 0.2\text{mol}$$

$$m = 137\text{g/mol} \times 0.2\text{mol} = 27.4\text{g}$$

正溴丁烷的产率：

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

【思考题】

1. 本实验中硫酸的作用是什么？硫酸的用量和浓度过大或过小有什么不好？

答：硫酸的作用是反应物、催化剂。过大时，反应生成大量的 HBr 逸出，且易将溴离子氧化为溴单质；过小时，反应不完全。

2. 反应后的产物中可能含有哪些杂质？各步洗涤的目的何在？用浓硫酸洗涤时为何需用干燥的分液漏斗？