

YOUJI HUAXUE SHIYAN

高等学校基础化学实验系列教材



有机化学实验

第二版

赵剑英 胡艳芳 孙桂滨 邢令宝 主编



化学工业出版社

高等学校基础化学实验系列教材

有机化学实验

第二版

赵剑英 胡艳芳 孙桂滨 邢令宝 主编



化学工业出版社

·北京·

本书共分七章,包括有机化学实验的一般知识;有机化合物的物理常数;有机化合物的分离和提纯;有机化合物的合成;有机色谱分离技术;天然有机化合物的提取;综合设计实验。全书有不同层次的合成和设计实验共46个,合成实验等附有红外、紫外或核磁谱图。书后附录列出了进行各类实验可能需要的参考数据,以便查阅。

本书可作为普通高校化学、化工、材料、药学、食品、生物、环境、农业等专业以及相近专业本科生的有机化学实验教材,也可供高等师范院校、高职高专学校的化学化工专业的师生使用。

图书在版编目(CIP)数据

有机化学实验/赵剑英等主编.—2版.—北京:化学工业出版社,2015.9
高等学校基础化学实验系列教材
ISBN 978-7-122-24706-3

I. ①有… II. ①赵… 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(2015)第167632号

责任编辑:宋林青
责任校对:吴静

装帧设计:关飞

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:三河市瞰发装订厂

787mm×1092mm 1/16 印张11 $\frac{3}{4}$ 字数288千字 2015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:22.00元

版权所有 违者必究

高等学校基础化学实验系列教材编写指导委员会

主任：黄家寅

副主任：李悦 董云会 王亦军 王平 曲建华

委员：唐建国 于德爽 王培政 李群 孙典亭

黄志刚 李月云 张慧 赵剑英 汪学军

有机化学实验编写委员会

主编：赵剑英 胡艳芳 孙桂滨 邢令宝

编者：董云会 孟波 林伯群 丁慎德

聂兆广 吕长玮 赵海宁 陈霞

赵义 刘会 李忠芳

前 言

随着有机化学实验技术的不断发展和现代分析方法在有机化学领域的广泛应用，有机化学实验的教学内容、实验方法和手段在不断更新，特别是社会对人才培养的要求越来越高，原有的有机化学实验教材已远远不能满足和适应新世纪人才培养的需要。因此，我们根据教育部关于化学、应用化学、化工、医学、药学、冶金和材料等专业“有机化学”教学大纲中对“有机化学实验”部分的要求和教育部对国家级化学实验教学示范中心建设内容中对有机化学实验的基本要求编写了本实验指导书。在编写过程中参考了国内外出版的同类教材，吸收了山东理工大学和青岛大学近年来有机化学实验教学和教改的经验和成果，还充分考虑了当前我国普通高等院校化学基础课教学现状和不同学科专业对“有机化学实验”的不同要求，对教学内容进行了“精选”、“整合”和“创新”，强调对学生动手能力、创新思维、科学素养等综合素质的全面培养。《有机化学实验》是化学、化工、材料、食品和生物等专业学生的基础实验课，其目的是使学生准确掌握有机化学实验的基本技能，培养学生实事求是的科学态度以及良好的科学素质，使学生既有善于分析和思考问题的头脑，又有勤劳能干会做实验的双手。

本书共有七章，包括有机化学实验的一般知识；有机化合物的物理常数；有机化合物的分离和提纯；有机化合物的合成；有机色谱分离技术；天然有机化合物的提取；综合设计实验。全书有不同层次的合成和设计实验共46个，合成实验等附有红外、紫外或核磁谱图。书后附录列出了进行各类实验可能需要的参考数据，以便查阅。

本书由赵剑英、胡艳芳合编第一章；胡艳芳编写第二章；丁慎德编写第三章；赵剑英编写第四章；邢令宝编写第五章；胡艳芳编写第六章；孙桂滨编写第七章，林伯群辅助部分校对工作；全书由赵剑英负责筹划和统稿，董云会教授为本书编写顾问。

参加本教材编写工作的还有：山东理工大学的孟波、李忠芳、赵义、陈霞、刘会等；青岛大学的林伯群、聂兆广、吕长玮、赵海宁等参与了实验方法探索、资料收集等工作。本教材在编写过程中，得到了山东理工大学和青岛大学有关领导和同行的大力支持，在此深表由衷的谢意。

由于编者水平所限，书中难免还有疏漏和不当之处，敬请读者批评指正。

编者

2015. 6. 1

寄语学生

有机化学是一门以实验为基础的学科。有机化学的许多理论和规律是从实验中总结出来的，同时又依据实验结果对其是否正确做出评价，所以有机化学实验在整个有机化学教学中占有极其重要的地位。本课程的主要目的是在实验原理的基础上，系统训练学生进行有机化学实验的基本技术和技能，精心培养学生独立从事有机化学实验的能力。希望你通过有机化学实验的学习，动手能力、综合分析能力及独立工作能力都能有所提高。

也许，当你走进实验室时，可能会感到脑子里一片混乱，不知如何着手，所以你应该先阅读本书的第一章“有机化学实验的一般知识”，了解有机化学实验课程的基本任务和具体要求，熟悉实验室的安全知识及一般仪器设备。然后通过基础实验，验证各类常见有机物的主要性质和鉴定方法，丰富你的感性认识，巩固和加深有机化学的基本知识；通过合成实验学会一些重要有机物的制备、分离和提纯方法，加深对典型有机反应的理解。通过实验学会正确观察实验现象、合理处理数据、准确描绘仪器装置简图、撰写实验报告、查阅化学手册，具备设计演示实验的初步能力，养成实事求是的科学态度和良好的实验习惯，提高分析问题和解决问题的能力。学生在平时的学习中要从以下几个实验环节中注意培养自己理论联系实际的作风，实事求是、严肃认真的科学态度与良好的习惯。

实验前，必须认真预习有关实验内容，复习有机化学教材中的有关章节，明确实验目的和要求，弄清原理和操作步骤，了解实验的关键及注意事项，订出实验计划并初步预测实验结果，做到心中有数。动手做实验前还应检查实验用品是否齐全，装置是否正确稳妥。

实验时，应严格遵循实验的基本操作规程，及时做好实验记录，凡是观察到的现象和结果以及有关的质量、体积、温度或其他数据，都应立即如实地写在记录本中。

实验完成后，应计算产率，将样品贴好标签，放到指定地方。要认真总结，完成实验报告，如遇实验结果和理论不符，应分析原因或重做实验，得出正确结论，努力提高分析、推理和联想的思维能力。

为了保证同学们的安全以及实验的正常进行，培养良好的实验作风，请遵守实验室规则并深入了解实验室安全知识。

目 录

第一章 有机化学实验的一般知识	1
第一节 实验室守则	1
第二节 实验室的安全常识	2
一、有机实验安全注意事项	2
二、事故的预防和处理	2
第三节 有机化学实验的预习、记录与总结讨论	4
一、实验预习	4
二、实验记录	5
三、总结讨论	5
第四节 有机化学实验常用的玻璃仪器与设备	8
一、常用玻璃仪器	8
二、常用反应装置	10
三、常用工具	16
四、常用电器与设备	16
第五节 有机化学实验的基本操作	21
一、玻璃仪器的洗涤与干燥	21
二、简单玻璃工操作与塞子的配置	21
三、加热和冷却	24
四、干燥与干燥剂的使用	27
五、无水无氧操作	30
六、微量有机合成	30
七、有机光谱分析的样品准备	31
第二章 有机化合物的物理常数	34
实验一 熔点的测定	34
实验二 蒸馏和沸点测定	40
实验三 液体化合物折射率的测定	44
第三章 有机化合物的分离和提纯	48
实验四 重结晶及过滤	48
实验五 萃取和升华	52
实验六 简单分馏	55
实验七 水蒸气蒸馏	57
实验八 减压蒸馏	61
第四章 有机化合物的合成	65
实验九 溴乙烷	65
实验十 正溴丁烷	68

实验十一	叔丁基氯	70
实验十二	环己烯	71
实验十三	正丁醚	73
实验十四	乙酸乙酯	76
实验十五	乙酸正丁酯	79
实验十六	乙酰水杨酸	81
实验十七	环己酮	84
实验十八	苯甲酸	86
实验十九	己二酸	88
实验二十	肉桂酸	91
实验二十一	苯亚甲基苯乙酮	94
实验二十二	苯甲醇和苯甲酸	95
实验二十三	呋喃甲醇和呋喃甲酸	97
实验二十四	甲基橙	98
实验二十五	8-羟基喹啉	101
实验二十六	2,4-二氯苯氧乙酸	103
实验二十七	乙酰苯胺	106
实验二十八	2-甲基-2-己醇	108
实验二十九	苯乙酮	111
实验三十	对甲苯磺酸	113
实验三十一	微波化学	115
第五章	有机色谱分离技术	117
实验三十二	薄层色谱法检验甲基橙纯度	118
实验三十三	薄层色谱法分离和提取菠菜色素	121
实验三十四	柱色谱法分离菠菜色素	124
实验三十五	纸色谱法分离氨基酸	127
实验三十六	气相色谱法测定混合物中环己烷含量	130
实验三十七	高效液相色谱法分离测定芳香烃	133
第六章	天然有机化合物的提取	136
实验三十八	从茶叶中提取咖啡因	136
实验三十九	从红辣椒中提取红色素	139
实验四十	超声波法提取黄连中的黄连素	140
实验四十一	超声波提取裙带菜中多糖	143
第七章	综合设计实验	146
实验四十二	乙酰乙酸乙酯	146
实验四十三	二茂铁、乙酰二茂铁	148
实验四十四	甲基丙烯酸甲酯的自体聚合	151
实验四十五	对溴苯胺	153
实验四十六	氯霉素	155
附录	162
附录 1	常用玻璃仪器的洗涤和干燥	162

附录 2	常用溶剂的沸点、溶解性和毒性	164
附录 3	关于有毒化学药品的知识	167
附录 4	危险化学品药品的使用与保存	169
附录 5	常用试剂的性质与制备纯化	170
附录 6	有机化学实验常用资料文献与网络资源	173
参考文献	180
181	
182	
183	
184	
185	
186	
187	
188	
189	
190	
191	
192	
193	
194	
195	
196	
197	
198	
199	
200	
201	
202	
203	
204	
205	
206	
207	
208	
209	
210	
211	
212	
213	
214	
215	
216	
217	
218	
219	
220	
221	
222	
223	
224	
225	
226	
227	
228	
229	
230	
231	
232	
233	
234	
235	
236	
237	
238	
239	
240	
241	
242	
243	
244	
245	
246	
247	
248	
249	
250	
251	
252	
253	
254	
255	
256	
257	
258	
259	
260	
261	
262	
263	
264	
265	
266	
267	
268	
269	
270	
271	
272	
273	
274	
275	
276	
277	
278	
279	
280	
281	
282	
283	
284	
285	
286	
287	
288	
289	
290	
291	
292	
293	
294	
295	
296	
297	
298	
299	
300	

第一章 有机化学实验的一般知识

第一节 实验室守则

有机化学实验中经常用到一些易燃、易爆的药品（如乙醇、苯和乙醚等）和腐蚀性的药品（如浓硫酸、浓硝酸、浓盐酸、烧碱等），实验过程中经常使用玻璃器皿、燃气、电器设备等。因此，在实验过程中要时刻注意安全问题，特别是对于刚刚接触有机化学实验的低年级学生，更要认真做好课前预习，了解所做实验中用到的物品和仪器的性能、用途及可能出现的问题和预防措施，并严格按照操作规程进行实验，确保实验的顺利进行。

① 熟悉实验室水、电、燃气的阀门以及消防器材、洗眼器与紧急淋浴器的位置和使用方法。熟悉实验室安全出口和紧急情况时的逃生路线。

② 掌握实验室安全与急救常识。进入实验室应穿实验服并根据需要佩戴防护眼镜。实验服要长袖和过膝，不准穿短裤、拖鞋或凉鞋进行实验。书包、衣物及与实验无关物品应放在远离实验台的衣物柜中。要保持实验室的良好秩序，不允许在实验室听耳机、打电话、吸烟或进食。

③ 实验前认真预习，了解实验目的、原理、合成路线以及实验过程可能出现的问题，查阅有关文献，明确各化合物的物理化学性质，最后写出预习报告。

④ 实验开始前先检查仪器是否完好无损（如玻璃器皿是否破裂，接口是否结合紧密，电器线路、接地是否完好等），装置是否正确。

⑤ 严格按照实验步骤进行实验，注意观察实验现象并如实记录。

⑥ 严防水银等有毒物质流失而污染实验室，破损温度计及发生意外事故要及时向老师报告并采取必要的措施；重做实验必须经实验指导教师批准；损坏仪器、设备应如实说明情况并按规定予以赔偿。

⑦ 保持实验室桌面、地面、水池清洁，废纸、火柴杆等杂物不要扔进水槽以免堵塞，废弃有机溶剂要倒入指定的回收瓶，废液及废渣不许倒进水池，必须倒在指定的废液缸中，实验开始前和结束后要清洁自己的实验台，离开时要将公用仪器摆放整齐。

⑧ 保持实验台整洁，取用试剂要小心，防止试剂洒在实验台上，洒落的试剂要及时处理；称量纸要预先准备好，称量后要将自己的称量纸带走，天平（或台秤）归零；防止皮肤直接接触实验试剂，否则应及时清洗。

⑨ 节约水、电、燃气及其他消耗品，严格控制试剂用量；公用仪器和试剂用完要放回原处，不得将实验所用仪器、试剂带出实验室。

⑩ 实验结束后，应将自己位置的实验台整理好，关闭水、电、燃气，认真洗手，实验记录交教师审阅、签字后方可离开实验室。值日生要做好清洁卫生工作，检查实验室安全，关好门、窗，检查水、电、燃气阀门，待老师检查同意后方可离开实验室。

第二节 实验室的安全常识

一、有机实验安全注意事项

有机化学实验除了实验中经常使用易燃、易爆、有毒和腐蚀性的药品以及易碎的玻璃仪器外，反应产生的副产物和性质尚不清楚的产物也存在较高的危险性。如果操作不当，有可能发生着火、爆炸、割伤、烧伤或中毒等事故。但是只要采取适当的防护措施，严格遵守操作规程，这些事故就可以不发生或少发生；即使发生事故，也能够及时得到妥善处理。因此，所有参与实验的人员都要掌握必要的安全常识并在实验过程中随时保持警惕，对实验室内的异常现象（包括声音、气味等）要保持警觉，及时查明原因并正确处理。

实验室的安全关系到每个人的生命安危，无论是刚进实验室的新同学，还是有多经验的教师和技术人员，都要随时注意，麻痹不得。必须指出的是，对于安全性不确定的实验一定要做好防护工作，不允许存在任何侥幸心理。对实验内容的无知以及实验过程中的急躁情绪往往会酿成实验事故，危害自己和他人的安全。

进入实验室要做好个人的防护，建议穿白色实验服，便于及时发现沾上的药品，更好地起到保护作用。实验进行时经常注意仪器有无漏气、碎裂，反应进行是否正常，蒸馏、回流和加热用仪器，一定要和大气接通。凡可能发生危险的实验，应采取必要的防护措施，在操作时应加置防护屏或戴防护眼镜、面罩和手套等。熟悉消防器材如石棉布、沙箱、灭火器以及急救箱的放置地点和使用方法。

二、事故的预防和处理

1. 预防事故的发生

实验中如果按照操作规程操作，多数事故是可以预防的。

① 实验中使用的有机溶剂大多易燃，如乙醚、苯、乙醇、丙酮等，不能用烧杯等敞口容器盛装，更不能直接加热易燃液体。装有易燃有机溶剂的容器不得靠近火源，数量较多的易燃有机溶剂，应放在危险药品柜内。而蒸馏乙醚或二硫化碳时应采用水浴加热，并远离火源。

② 易燃有机溶剂（特别是低沸点易燃溶剂）室温时具有较大的蒸气压，当空气中混杂的易燃有机溶剂的蒸气达到某一极限时，遇有明火即发生燃烧爆炸。有机溶剂蒸气都比空气的相对密度大，会沿着桌面或地面飘移至较远处，或沉积在低洼处；因此，切勿将易燃溶剂倒入废液缸内，用过的溶剂要设法回收。倾倒易燃溶剂应远离火源，最好在通风橱中进行。蒸馏易燃溶剂（特别是低沸点易燃溶剂，如乙醚）时，整套装置切勿漏气，接收器支管应与橡皮管相连，使余气通往水槽或室外。

③ 使用易燃、易爆气体（如氢气、乙炔等时），要保持室内空气流通，严禁明火并应防止一切火星的发生，如由于敲击、电器的开关等所产生的火花，有些机械搅拌器的电刷也极易产生火花，应避免使用。禁止在此环境内使用移动电话。

④ 常压蒸馏操作时，蒸馏装置不能完全密闭。减压蒸馏时，要用圆底烧瓶或吸滤瓶作接收器，不可用锥形瓶，否则由于受力不均可能发生炸裂。回流或蒸馏液体时应放沸石或在搅拌下进行，以防溶液因过热暴沸而冲出。若在加热后发现未放沸石，则应停止加热，待稍冷后再放，否则在过热溶液中加入沸石会导致液体迅速沸腾，冲出瓶外而引起火灾。不要用火焰直接加热烧瓶，而应根据液体沸点高低使用石棉网、油浴或水浴。冷凝水要保持畅通，

若冷凝管忘记通水，大量蒸气来不及冷凝而逸出，也易造成火灾。

⑤ 有些有机化合物遇氧化剂时会发生猛烈爆炸或燃烧，操作时应特别小心；存放试剂时，应将氯酸钾、过氧化物、浓硝酸等强氧化物和有机药品分开。金属钠、钾遇水容易起火爆炸，不能露置在空气中，应保存在石蜡或煤油中；用过的残渣必须及时回收，或用乙醇处理。

⑥ 开启存有挥发性药品的瓶塞和安瓿时，必须注意瓶内所盛物品的性质，充分冷却，然后开启（开启安瓿时需要用布包裹）；开启时瓶口须指向无人处，以免液体喷溅伤人。如遇瓶塞不易开启时，切不可用火加热或乱敲瓶塞。

⑦ 有些实验可能生成有危险性的化合物，操作时需特别小心。有些类型的化合物具有爆炸性，如叠氮化物、干燥的重氮盐、硝酸酯、多硝基化合物等，使用时需严格遵守操作规程。有些有机化合物如醚或共轭烯烃，久置后会生成易爆炸的过氧化物，须特殊处理后才能应用。

⑧ 有毒试剂应根据其性质认真操作，妥善保管。实验室所用的剧毒品应由专人负责收发，并向使用者提出必须遵守的有关操作规程。实验后的有毒残渣必须妥善处理。在接触固体或液体有毒物时，必须戴橡皮手套，操作后立即洗手。

⑨ 在反应过程中可能生成有毒或有腐蚀性气体的实验，应在通风橱中进行。

⑩ 使用电器时，应防止人体与电器导电部分直接接触，不能用湿的手接触插头。为了防止触电，仪器装置和设备的金属外壳应连接地线。实验后应先切断电源，再将连接电源的插头拔下。

2. 实验事故的处理

如果操作不慎，造成实验事故，切不要惊慌，只要采取正确的处理方法，可以防止事故扩大，下面介绍实验室经常遇到的一些事故的预防及处理方法。

① 割伤是实验中最常见的事故之一。为了避免割伤应注意以下几点：玻璃管或玻璃棒折断时不能用力过猛，以防破碎。截断后断面锋利，应在小火上烧熔使之变圆滑；将玻璃管或温度计插入塞子或橡皮管中时，应先检查塞孔大小是否合适，再涂点水或甘油润滑后，用布裹住逐渐旋转而入，同时拿玻璃管的手应靠近塞子，否则易使玻璃管折断，引起严重割伤；打扫桌面上碎玻璃及毛细管时，要小心以避免划伤。发生割伤事故要及时处理，取出伤口内的玻璃碴，用水洗净伤口，用创可贴贴紧或涂以碘酒消毒后包扎，严重者要送医院治疗。

② 皮肤接触火焰或灼热物体（如烧热的铁圈、煤气灯管、玻璃管等）会造成灼伤，可涂以凡士林或烫伤膏，重伤者要请医生处理。如遇化学试剂灼伤，要根据不同情况采取不同的处理方法：因酸或碱灼伤时，应先用大量水冲洗，酸灼伤再用1%碳酸氢钠溶液冲洗，碱灼伤再用1%硼酸溶液冲洗，最后用水冲洗片刻，涂少量油脂；如酸引起的灼伤特别严重，应立即用水冲洗后用乙醇或2%硫代硫酸钠溶液洗至患处不再有黄色，再用甘油按摩，保持皮肤滋润；试剂溅入眼内，应立即用水冲洗15min，并尽快送医院治疗。

③ 着火是有机实验室内经常面临的危险。如发生着火事故，切勿惊慌，实验室起火一般是由少量溶剂引起的，刚开始很容易控制，只要处理得当，一般不会造成严重的危害。水一般不能用来扑灭有机物着火，因为有机物往往比水相对密度小，泼水后不但不会熄灭，有机物反而漂浮在水面上燃烧。少量溶剂着火，可用湿布或石棉布盖灭；如火势较大，首先要切断电源，关闭燃气开关，移开未着火的易燃物，然后根据易燃物的性质设法扑灭。油脂、电器及贵重仪器等着火时，要用二氧化碳灭火器灭火，灭火后不留痕迹，使用时应打开灭火器上

面开关,对准火源喷射,要注意手不能握住喇叭筒,以免冻伤。泡沫灭火器虽具有较好的灭火性能,但喷出大量碳酸氢钠和氢氧化铝,会给后处理带来困难。如遇金属钠着火,要用细沙或石棉布扑灭。衣服着火时,不要在室内乱跑,应就近用水扑灭或卧倒打滚,闷熄火焰。

④ 在实验时也可能发生爆炸事故,应引起高度重视。为杜绝事故,应注意下列几点:使用易燃易爆物(如乙炔、氢气、过氧化物、重氮盐等)或遇水易爆炸的物质(如钠,钾等),应严格按操作规程进行;浓硝酸、高氯酸和过氧化氢等氧化剂与有机物接触,极易引起爆炸,使用时应特别小心;有的放热反应过于猛烈,生成大量气体,可能引起爆炸,所以应根据不同情况,采取控制加料速度、冷冻或防护措施(如防护面罩、安全瓶等);常压蒸馏或加热回流时,切勿在封闭系统内进行,并经常检查仪器各部分有无堵塞现象。减压蒸馏时,不得使用受压不均的仪器(如锥形瓶等),必要时要戴上防护面罩;发现燃气管、阀门漏气时,应立即关闭总阀门,打开窗户,并通知有关人员进行修理。

⑤ 化学试剂大多具有毒性,可引起急性或慢性中毒。产生中毒的主要原因是皮肤或呼吸道接触有毒试剂所引起。为了防止中毒,除了保持室内通风,勤洗手外,还要注意下列几点:称量任何化学试剂都应使用药勺等工具移取,不得用手直接接触,更不能触及伤口。若试剂沾在皮肤上应及时用水冲洗干净;处理有毒物质(如氰化物、汞化物、硫酸二甲酯、有机磷和生物碱等)和腐蚀性物质(如溴、卤化氢、硫酸和硝酸等)应在通风橱中进行,并戴上防护眼镜和橡皮手套;对沾染过有毒物质的仪器、用具以及因打破温度计而洒出的水银,要采取适当的方法及时处理。若出现中毒症状,应到空气新鲜的地方休息,严重者应及时送医院治疗。

第三节 有机化学实验的预习、记录与总结讨论

一、实验预习

有机化学实验课是一门带有综合性的理论联系实际课程,同时也是培养学生独立工作能力的重要环节。每个学生都必须准备一本实验记录本,并编上页码,不能用活页本或零星纸张代替。不准撕下记录本的任何一页。如果写错了,可以用笔勾掉,但不得涂抹或用橡皮擦掉。文字要简练明确,书写整齐,字迹清楚。写好实验记录是从事科学实验的一项重要训练。在实验记录本上做预习、实验记录和总结讨论。实验完成后立即将实验记录本与产物(合成实验)一同交给教师评阅。

要达到实验的预期效果,必须在实验前认真地预习好有关实验内容,做好实验前的准备工作。实验前的预习,归结起来是看、查、写。

看:仔细地阅读与本次实验有关的全部内容,不能有丝毫的马虎和遗漏。

查:通过查阅手册和有关资料来了解实验中要用到或可能出现的化合物的性能和物理常数。

写:在看和查的基础上认真地写好预习笔记。

合成实验的预习笔记包括以下内容:

① 实验目的和要求。

② 实验原理和反应式(主反应,主要副反应)。

③ 主要试剂和产物的物理常数。

④ 原料用量(质量、体积、物质的量),计算过量试剂的过量百分数,计算出理论产量。

⑤ 正确而清晰地画出实验装置图（用铅笔作图并标明装置名称）。

⑥ 用图表形式表示整个实验步骤的流程。

⑦ 有必要时对将要做的实验中可能会出现的问题（包括安全和实验结果）要写出防范措施和解决办法。

——理论产量及产率计算：有机化学反应中，理论产量是根据反应方程式计算得到的产物的数量，即原料全部转化成产物，同时在分离和纯化过程中没有损失的产物的数量。产量（实验产量）是指实验中实验分离获得的纯粹产物的数量。产率是指实验得到的纯粹产物的量和计算的理论产量的比值，即

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

计算过程中应注意：

① 参加反应的物质有两种或两种以上者，应以物质的量最少的物质为基准来计算理论产量和产率。

② 不能用催化剂、引发剂来计算理论产量。

③ 有些反应某种产物以几种异构体形式存在时，产物的理论产量以各种异构体的理论产量之和计算，实际产量也是以各种异构体实际产量之和来计算。

二、实验记录

实验时应认真操作，仔细观察，积极思考，并且应不断地将观察到的实验现象及测得的各种数据及时、如实地记录在记录本上。实验记录应包括以下内容：

① 每一步操作所观察到的现象，如是否放热、颜色变化、有无气体产生、分层与否、温度、时间等，尤其是与预期相反或与教材、文献资料所述不一致的现象更应如实记载。

② 实验中测得的各种数据，如沸程、熔点、相对密度、折射率、称量数据（质量或体积）等。

③ 产品的色泽、晶形等。

④ 实验操作中的失误，如抽滤中的失误、粗产品或产品的意外损失等。

三、总结讨论

实验结束后，除了整理报告，写出产物的产量、产率、状态和实验测得的物性，如沸程、熔程、折射率等数据，以及回答指定的问题外，还要根据实验进行的情况，分析实验中出现的问题，整理归纳实验结果，写出自己实验的心得体会和对实验的意见、建议。通过讨论来总结和巩固在实验中所学的理论和技术，进一步培养分析问题和解决问题的能力，这是把直接的感性认识提高到理性思维阶段的必要步骤，也是科学实验中不可缺少的一环。

实验报告的内容大致有如下几项，以乙酸乙酯为例。

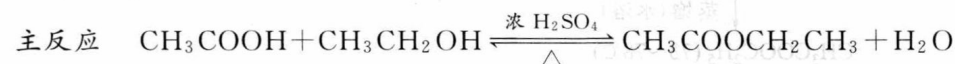
实验××—乙酸乙酯的制备

1. 目的和要求

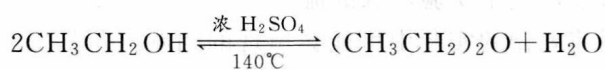
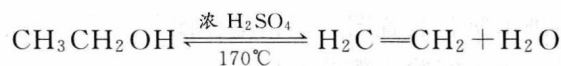
① 掌握酯化反应原理，以及由乙酸和乙醇制备乙酸乙酯的方法。

② 学会回流反应装置的搭制方法；复习洗涤、干燥、蒸馏等基本操作。

2. 反应式



副反应



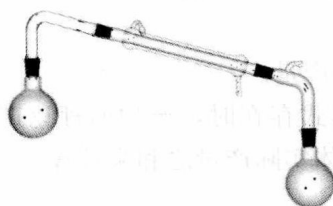
3. 主要物料用量及计算

名称	实际用量			理论量	过量	理论产量
冰醋酸	15g	14.3mL	0.25mol	0.25mol		
95%乙醇	18.4g	23mL	0.37mol	0.25mol	48%	
浓硫酸	13.8g	7.5mL	0.14mol			
乙酸乙酯						22g

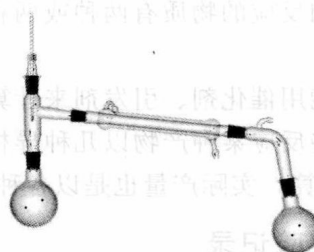
4. 实验装置图



回流反应装置

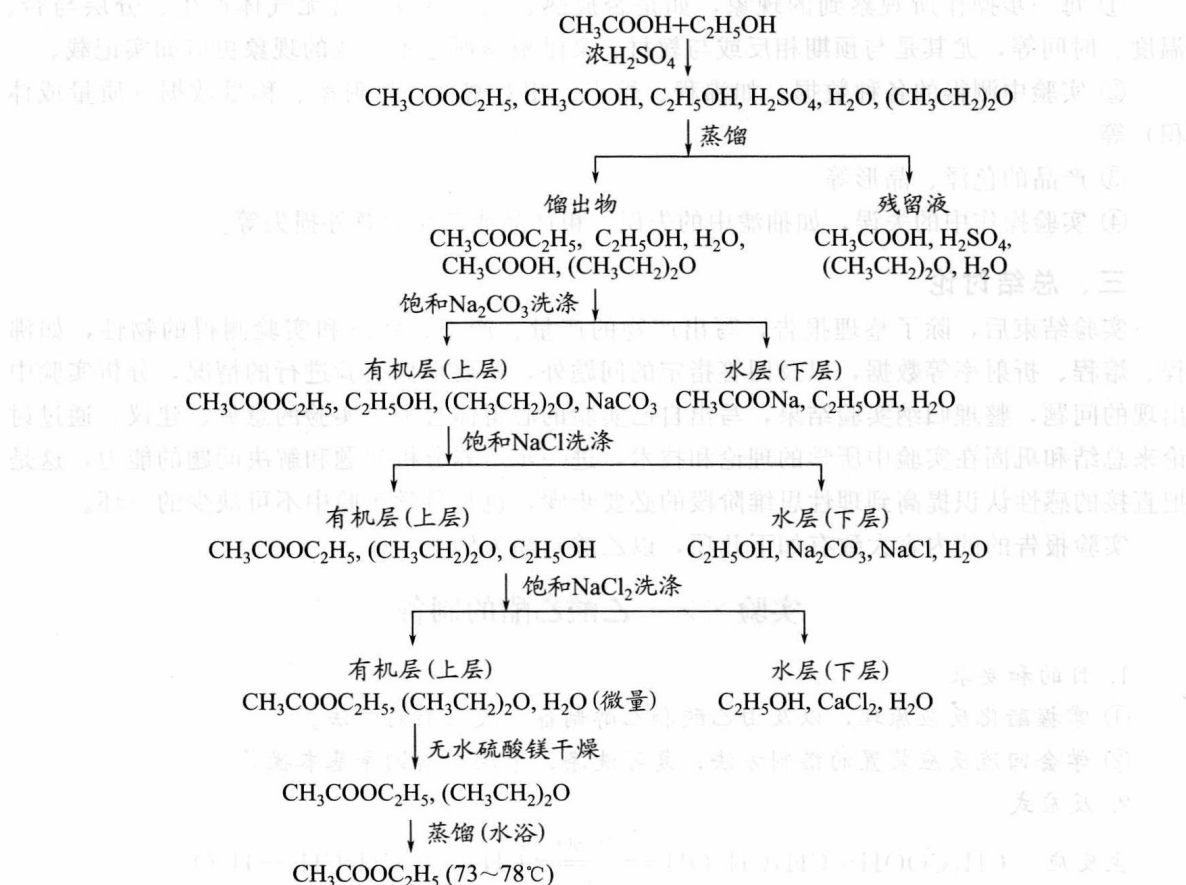


简单蒸馏装置



普通蒸馏装置

5. 实验步骤流程



6. 实验记录

时间	步骤	现象	备注
8:30	安装反应装置		
8:45	圆底烧瓶中加入 14.3mL 冰醋酸、23mL95% 乙醇, 在摇动中慢慢加入 7.5mL 浓硫酸	所用试剂均为无色液体, 混合后仍为无色, 加热	
8:55	加入几粒沸石, 装上回流冷凝管, 水浴加热		
9:20		水浴沸腾, 溶液沸腾, 冷凝管内有无色液体回流	
9:50	沸腾回流 0.5h 后, 稍冷	烧瓶内液体无色	
10:00	加入沸石, 改为蒸馏装置, 水浴加热蒸馏		
10:10		液体沸腾, 收集馏出液至不再有液体蒸出	有机相蒸出
10:25	停止加热	烧瓶内剩余液体为无色, 蒸出液体为无色透明有香味液体	
10:30	向蒸出液体中加入饱和 Na_2CO_3 , 用 pH 试纸检验上层有机层	有气泡冒出, 液体分层, 上下层均为无色透明液体, 用试纸检验呈中性	中和醋酸
10:45	转入分液漏斗分液, 静置	上层: 无色透明液体; 下层: 无色透明液体	有机相在上层
10:50	取上层, 加入 10mL 饱和氯化钠洗涤	上层: 无色透明液体; 下层: 略显浑浊白色液体	洗去碳酸根
11:00	取上层, 加入 10mL 饱和氯化钙洗涤	上层: 无色透明液体; 下层: 略显浑浊白色液体	
11:10	取上层, 加入 10mL 饱和氯化钙洗涤	上层: 无色透明液体; 下层: 无色透明液体	
11:15	取上层, 转入干燥的锥形瓶, 加入 2g 无水 CaCl_2 干燥 30min	粗产物无色澄清透亮, CaCl_2 沉于锥形瓶底部	
11:45	产物滤入 50mL 圆底烧瓶, 加入沸石	无色液体	
11:50	安装好蒸馏装置, 水浴加热		
12:05	收集 73~78°C 馏分	液体沸腾, 70°C 有液体馏出, 体积很少, 液体稍浑浊, 73°C 开始换锥形瓶收集, 长时间稳定于 74~76°C, 升至 78°C 后下降	
12:25	停止蒸馏 观察产物外观, 称取质量	烧瓶中液体很少 无色液体, 有香味, 锥形瓶质量 31.5g, 共 43.2g, 产品质量为 11.7g	

7. 产率计算

$$\text{产率} = \frac{11.7}{0.25 \times 88} \times 100\% = 53.2\%$$

8. 主要物料及产物的物理常数

名称	相对分子质量	性状	折射率	相对密度	熔点/°C	沸点/°C	溶解度/ $\text{g} \cdot (100\text{mL 溶剂})^{-1}$		
							水	醇	醚
冰醋酸	60.05	无色液体	1.3698	1.049	16.6	118.1	∞	∞	∞
乙醇	46.07	无色液体	1.3614	0.780	-117	78.3	∞	∞	∞
乙酸乙酯	88.10	无色液体	1.3722	0.905	-84	77.15	8.6	∞	∞

9. 讨论

本次实验的产物产量和质量基本上合格。本次实验因为是采用回流反应法, 并没有达到

理论的 120°C ，所以对产量会有一些影响；但是保证反应回流 0.5h，加上蒸出有机物的过程实际上也是有利于反应的正向进行，所以总的来说反应产率还是可以的。

洗涤过程中因为多次洗涤，可能会给产品带来一定的损失。

相关步骤的衔接还不是很好，时间没有统筹安排好，如最后的蒸馏装置可以提前搭建好，洗涤操作还不是很熟练，今后要引起注意。

第四节 有机化学实验常用的玻璃仪器与设备

有机反应较为复杂，所用玻璃仪器的品种和规格较多，因此在实验前应注意仪器的选择与安装。较常见的玻璃仪器、金属用具和其他一些主要仪器设备分别介绍如下。

一、常用玻璃仪器

1. 标准磨口玻璃仪器

有机实验中通常使用标准磨口玻璃仪器，也称磨口仪器。它与相应的普通玻璃仪器的区别在于各接头处加工成通用的磨口，即标准磨口。内外磨口之间能互相紧密连接，因而不需要软木塞或橡皮塞。这不仅可节约配塞子和钻孔的时间，避免反应物或产物被塞子所沾污；而且装配容易，拆洗方便，并可用于减压等操作，使工作效率大大提高。

图 1-1 为常用的标准磨口玻璃仪器简图。通常标准口有 10、14、19、24、29 和 34 等多种编号，这些数字系指磨口最大端直径 (mm)。

编号不同的磨口无法直接相连，但借助于两端不同编号的磨口接头 (变径) 则可使之连接，通常用两个数字表示变径的大小，如接头 14×19 ，表示该接头的一端为 14 号磨口，另一端为 19 号磨口。半微量仪器一般为 10 号和 14 号磨口，常量仪器磨口为 19 号以上。

(1) 使用标准磨口玻璃仪器时注意事项

① 磨口必须洁净，不得沾有固体物质，否则会使磨口对接不紧密，导致漏气甚至损坏磨口。

② 用后应立即拆卸洗净，否则，放置太久磨口的连接处会粘连，很难拆开。特别是蒸馏沸点较高液体后 (如呋喃甲醇、苯胺等)，蒸馏头与蒸馏瓶经常粘在一起。

③ 一般使用时磨口无需涂润滑剂，以免沾污反应物或产物，若反应物中有强碱，则应涂润滑剂，以免磨口连接处因碱腐蚀而粘连，无法拆开。对于减压蒸馏，所有磨口应涂润滑剂 (如凡士林、真空脂等) 以达到密封的效果。

④ 安装磨口仪器时，应注意整齐、端正，磨口要对齐，松紧适度。使磨口连接处不受歪斜的应力，否则仪器易破裂。

⑤ 洗涤磨口时，应避免用去污粉擦洗，以免损坏磨口。

(2) 常用磨口玻璃仪器简介

① 烧瓶 有机反应一般在烧瓶内进行，在烧瓶外部往往需要加热或冷却，反应时间也较长。为了满足实验的需要，实验室有多种烧瓶以备使用，例如圆底烧瓶的瓶口比较结实耐压，在回流、蒸馏及有机反应实验中经常使用，梨形烧瓶适用于半微量操作；实验涉及搅拌和回流等较复杂操作时，应选用多口烧瓶，如两颈瓶、三颈瓶和四颈瓶。三颈瓶，又称三口瓶，中间瓶口可安装电动搅拌器，两个侧口装球形冷凝管、滴液漏斗或温度计等。若三颈瓶上再装一个 Y 形加料管就可以代替四颈瓶。以前常压蒸馏时常用蒸馏烧瓶，现在可由圆底