

有机化学实验

李兆陇 阴金香 林天舒 编

清华大学出版社

内 容 提 要

本书按照国家教育部审定的高等学校化学学科化学实验教学基本内容编写。

本书分为有机化学实验一般知识和有机化合物合成实验两大部分。有机化合物合成实验列入 67 个,包含了常量实验、半微量实验和少量微量实验操作步骤。

本书全部实验采用标准磨口玻璃仪器进行,大部分实验使用电磁搅拌,保留了少量使用电动搅拌的实验,并加强了谱学技术在合成有机化合物鉴定上的应用。书末附有有机化学文献介绍及一些常用的数据表。

本书可作为普通高等学校理科、工科及师范院校的化学、化工和应用化学专业的教材,也可供相关专业的科研人员参考。

图书在版编目(CIP)数据

有机化学实验/李兆陇,阴金香,林天舒编.—北京:清华大学出版社,2000
ISBN 7-302-04156-3

有... . 李... 阴... 林... .有机化学-化学实验 .062-3

中国版本图书馆 CIP 数据核字(2000)第 79123 号

出版者:清华大学出版社(北京清华大学学研大厦,邮编 100084)

<http://www.tup.tsinghua.edu.cn>

印刷者:北京密云胶印厂

发行者:新华书店总店北京发行所

开 本:787×960 1/16 印张:13.5 字数:288 千字

版 次:2001 年 4 月第 1 版 2003 年 6 月第 3 次印刷

书 号:ISBN 7-302-04156-3/O·252

印 数:6001~7500

定 价:16.00 元

前 言

清华大学化学系复系以来,由邢玉芳和单德芳教授编著的《有机化学实验》讲义已由我校十余届学生使用。随着有机化学实验技术的不断发展以及现代分析手段在有机化学领域的广泛应用,有机化学实验的教学内容和手段已经发生了较大变化。由于“211”工程的支持,以及清华大学争办世界一流大学的“985”建设项目的实施,有机化学实验的教学条件、教学仪器和设备不断更新和完善。原有的实验教材已远远不能满足和适应新世纪有机化学实验教学的要求。在学校“985”教材建设项目的支持下,我们在原实验讲义的基础上,参考近年来国内外出版的同类教材,在编排体系和实验内容上进行了较大的修改和补充。

有机化学实验的基础知识和基本操作是有机化学实验的重要组成部分,目前有机化学实验独立设课。本书在简要介绍基本理论的基础上,对实验方法和基本操作做了较为详尽的介绍。为了加强对学生的严格操作训练,加深学生对操作原理和操作要点的理解和实践,在基本操作章节后附有单元操作训练和思考题。各校可以根据不同教学情况,或单独进行基本操作训练,或安排在相应的实验中进行。

由于实验教学仪器和设备不断更新,本书中介绍的一些基本物理性质测定仪均是我们近年来购置的,如新型阿贝折射仪、显微熔点仪、旋光仪、气相色谱以及带有 OMNI 采样装置的 FT-IR。本书中的实验均采用标准磨口玻璃仪器进行,大多数实验使用电磁搅拌器,少部分实验中保留了电动机械搅拌器。

第二部分的大多数合成实验是清华大学有机教研组在多年来的实验教学改革和深化实践的基础上形成的较为成熟的实验。除了考虑到有代表性的、典型的、重要的传统有机反应类型外,还编入了部分近年来实验教学改革中形成的新实验、多步合成实验,并兼顾了实验的安全性、试剂来源、毒性和避免环境污染的要求。为扩展一些传统的实验,部分实验中,对同一有机化合物的合成安排了两种不同的实验方法,有利于学生加以对比,使他们对合成方法和操作步骤有更深认识。

考虑到提高教学质量,加强学生实验操作能力以及培养和训练实验技巧,也考虑到建设“绿色大学”的需要,根据不同的操作条件,本书的同一实验既可以进行常量实验,也可以进行半微量实验,部分实验还可以应用微量实验的操作步骤进行。

随着现代化学分析技术的发展,谱学技术已成为分析和鉴定有机化合物的主要工具。目前大多数学校都配有色谱、红外光谱和核磁共振仪。本书除了介绍纸色谱、柱色谱和薄层色谱外,还着重介绍了气相色谱、液相色谱、红外光谱和核磁共振的基本原理和应用,并在典型的有机化合物合成实验中附有反应物和产物的红外光谱和核磁共振谱图,部分化

合物还给出了¹³C NMR 的数据。这些对于学生们认识反应过程中有机化合物的结构变化及谱学特征是十分有益的。

考虑到化学学科融入大科学的发展趋势,高分子化学和生命化学发展迅速并与有机化学紧密相联,本书中根据化学学科发展的需要,编入了两类典型的高分子聚合物制备实验和一些活性氨基酸以及葡萄糖酸酯的合成实验。这可使学生们初步了解高分子化合物和与生命化学有关的化合物的合成方法与特征。

本书还简要介绍了一些国内外较新的文献、文摘、手册、词典、实验教科书和红外光谱、核磁共振谱图集的查阅方法。书末附有一些常用溶剂的纯化方法、常用溶液的组成部分共沸混合物的性质,以供读者和学生们查阅参考。

清华大学化学系有机所的巨勇、陈新、麻远、谭波、陈凤恩、汪克炎、王倩、刘洪波、周宜遂等及编者参加了实验的复核工作。我们感谢使用过原讲义的历届学生们,他们为本书的编写提出过许多有益的建议。

北京大学化学系的关焯第教授为本书的编写提出了宝贵的建议。清华大学出版社为本书的编写给予了热情的指导和支持,在此一并致谢。

由于编者水平有限,本书的不当之处在所难免,恳请读者批评指正。

编 者

2000 年 10 月

目 录

绪论	
第 1 章 有机化学实验的一般知识	1
1.1 有机化学实验室规则	1
1.2 有机化学实验室的安全知识	1
1.2.1 防火	2
1.2.2 防爆	2
1.2.3 防中毒	3
1.2.4 防灼伤	3
1.2.5 防割伤	4
1.2.6 用电安全	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	5
1.3.3 实验报告	5
1.4 有机化学实验常用仪器和设备	9
1.4.1 玻璃仪器	9
1.4.2 金属工具.....	13
1.4.3 常用反应装置.....	13
1.4.4 仪器的选择.....	13
1.4.5 仪器的装配与拆卸.....	16
1.4.6 电器设备.....	16
1.4.7 其他设备.....	17
第 2 章 有机化学实验基本操作	22
2.1 简单玻璃工操作	22
2.1.1 玻璃管(棒)的清洗、干燥和切割	22
2.1.2 弯玻璃管(棒).....	23
2.1.3 拉毛细管.....	23
2.1.4 制搅拌棒和玻璃钉.....	23

2.2	有机化合物物理常数测定	24
2.2.1	有机化合物熔点测定及温度计校正	24
2.2.2	有机化合物沸点测定	27
2.2.3	折射率的测定	29
2.2.4	比旋光度的测定	32
2.3	有机化学反应实施方法	34
2.3.1	加热方法	34
2.3.2	冷却方法	36
2.3.3	干燥方法	36
2.4	液体有机化合物的分离和提纯	41
2.4.1	理想溶液的蒸馏原理	41
2.4.2	简单蒸馏	43
2.4.3	简单分馏	46
2.4.4	减压蒸馏	48
2.4.5	非理想溶液的蒸馏原理	52
2.4.6	共沸蒸馏	53
2.4.7	水蒸气蒸馏	54
2.5	萃取	57
2.5.1	液-液萃取	57
2.5.2	液-固萃取	61
2.6	固体有机化合物的提纯方法	62
2.6.1	重结晶	62
2.6.2	升华	67
2.7	色谱分离技术	69
2.7.1	柱色谱	69
2.7.2	薄层色谱	73
2.7.3	纸色谱	77
2.7.4	气相色谱	78
2.7.5	高压液相色谱	80
2.8	谱学分析技术	81
2.8.1	红外光谱	81
2.8.2	核磁共振	88
第3章	有机化合物合成实验	93
3.1	卤代烃的制备	93

实验 1	正溴丁烷的合成	93
实验 2	溴乙烷的合成	95
实验 3	2-氯丁烷的合成	97
3.2	付氏反应	98
实验 4	苯乙酮的合成	98
实验 5	二苯酮的合成	100
实验 6	2-丙基对二甲苯的合成	101
3.3	格氏反应	104
实验 7	2-甲基-2-己醇的合成	105
实验 8	2-甲基丁酸的合成	106
实验 9	三苯甲醇的合成	108
实验 10	3-己醇的合成	109
3.4	醚的制备反应	110
实验 11	正丁醚的合成	111
实验 12	苯乙醚的合成	113
实验 13	安息香乙醚的合成	114
3.5	坎尼扎罗反应	115
实验 14	呋喃甲酸与呋喃甲醇的合成	115
实验 15	苯甲酸与苯甲醇的合成	116
实验 16	对氯苯甲酸与对氯苯甲醇的合成	118
3.6	相转移反应及卡宾加成	121
实验 17	环己烯的合成	121
实验 18	相转移催化剂三乙基苄基氯化铵的合成	122
实验 19	7,7-二氯双环[4.1.0]庚烷的合成	123
实验 20	苯甲酸丁酯的合成	125
实验 21	1,1-二氯-2,3-二氰基-2,3-二苯基环丙烷的合成	125
3.7	羟醛缩合反应	127
实验 22	茚叉丙酮的合成	127
实验 23	苯亚甲基苯乙酮的合成	128
实验 24	二茚叉丙酮的合成	128
实验 25	反-对甲氧基茚叉苯乙酮的合成	129
实验 26	肉桂酸的合成	131
3.8	酯化与酰化反应	132
实验 27	乙酸正丁酯的合成	132
实验 28	苯甲酸乙酯的合成	133

实验 29	乙酰水杨酸的合成	134
实验 30	乙酰苯胺的合成	136
实验 31	五乙酸葡萄糖酯的合成	137
3.9	活泼亚甲基反应	139
实验 32	乙酰乙酸乙酯的合成	139
实验 33	4-苯基-2-丁酮的合成	141
实验 34	4-苯基-2-丁酮亚硫酸氢钠加成物的合成	142
实验 35	正丁基丙二酸二乙酯的合成	143
实验 36	5-正丁基巴比妥酸的合成	144
3.10	重氮化反应.....	145
实验 37	对氯甲苯的合成	145
实验 38	甲基橙的制备	147
3.11	氧化还原反应.....	148
实验 39	环己酮的合成	148
实验 40	偶氮苯的合成	151
实验 41	偶氮苯的光异构化反应	152
实验 42	二苯甲醇的合成	153
实验 43	9-苄醇的合成	154
实验 44	氢化肉桂酸(3-苯基丙酸)的合成	156
3.12	有机金属化合物的制备.....	158
实验 45	二茂铁的合成	158
实验 46	乙酰基二茂铁的合成及柱色谱分离	159
3.13	Diels-Alder 反应	161
实验 47	环戊二烯与马来酸酐的反应	161
实验 48	[3,6]-亚甲基-4-环己烯-4-对苯醌的合成	162
3.14	魏梯希反应.....	164
实验 49	苄基三苯基膦氯化物的制备	164
实验 50	1,4-二苯基-1,3-丁二烯的制备	164
实验 51	(E)-1,2-二苯乙烯和(Z)-1,2-二苯乙烯的合成	165
3.15	共轭加成.....	167
实验 52	4,4-二甲基-2-环己烯-1-酮的合成	167
3.16	有机磷化合物的制备.....	169
实验 53	(E)-1,2-二苯乙烯的合成	169
实验 54	N-磷酸化氨基酸的合成	170
3.17	多步合成.....	171

实验 55	安息香的合成	171
实验 56	二苯基乙二酮的合成	173
实验 57	二苯基乙醇酸的合成	175
实验 58	二苯基乙醇酸交酯的合成	176
实验 59	乙酸苯酚酯的合成	177
实验 60	邻羟基苯乙酮的制备	177
实验 61	2-羟基查尔酮的合成	178
3.18	聚合物合成实验	178
实验 62	聚苯乙烯的制备	178
实验 63	聚邻苯二甲酸乙二醇酯的制备	180
3.19	天然产物的提取	182
实验 64	从茶叶中提取咖啡因	182
实验 65	类胡萝卜素的提取	183
实验 66	橙油的提取	185
实验 67	菠菜中色素的提取和分离	186
有机化学文献		189
附录		195
附录 1	常见元素的相对原子质量	195
附录 2	常用有机溶剂的纯化	195
附录 3	常用酸碱溶液相对密度及组成表	199
附录 4	部分共沸混合物的性质	202
附录 5	典型有机分子中 ¹ H NMR 的化学位移值	203
主要参考文献		205

绪 论

化学是一门实验科学。有机化学实验在整个化学实验中占有十分重要的地位。在过去的十多年中有机化学实验内容发生了很大的变化,主要表现在波谱和色谱技术的广泛应用。由于环境和能源方面的需要,大量的常量实验逐渐改变为小量、半微量甚至是微量的实验。一些合成的新方法,如电化学合成、微波合成、超声波合成以及极端条件下的合成和温和条件下的合成不断被应用于各种化合物的合成中。

从科学发展的角度来看,合成化学是化学学科的核心,是未来化学家认识世界和改造世界最有力的手段。目前人类社会所拥有的已知化合物达 2 230 万种,其中不少已成为人类生产和生活中的必需品。随着 21 世纪的到来和实验技术的不断发展,要求合成化学家能够更多地提供新型结构和新型功能的化合物,以满足新世纪社会和经济持续发展的需要。

有机化学实验有许多基本操作技术和方法,实验室正是学生们学习和实践这些操作技术和方法的场所。当实验室的经验与课堂学习的理论结合为一体时,许多概念就很容易理解了。学生们在做实验时,会有很多机会来设计实验方法,验证想法,确定最佳的反应合成路线,最终的任务是鉴定和表征反应所得到的产物。

因此,在学习有机化学实验课程时,首先要学习和掌握有机化学实验的基本操作技术和操作技能,这些技能的训练对进入这一学科领域工作的研究者来说是十分重要的,另外,谱学技术,尤其是红外光谱和核磁共振波谱在有机化学科学中同样是十分重要的。它们几乎是过去几十年化学实践和发展中鉴定方法的革命性的手段。这些训练内容在今后的有机化学研究中会经常遇到。所有这些表明,掌握基本的有机化学操作技术、合成方法、分离技术和谱学分析方法,对于学习者是一个很好的知识和能力的训练和培养,可为今后的科学研究工作打下非常坚实的基础。

第1章 有机化学实验的一般知识

1.1 有机化学实验室规则

为了保证有机化学实验课正常、有效、安全地进行,保证实验课的教学质量,学生必须遵守下列规则:

(1) 在进入有机实验室之前,必须认真阅读本章内容,了解进入实验室后应注意的事项及有关规定。每次做实验前,认真预习有关实验的内容及相关的参考资料。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) 每次实验,先将仪器搭好,经指导老师检查合格后,方可进行下一步操作。在操作前,想好每一步操作的目的、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。

(3) 实验中严格按操作规程操作,如要改变,必须经指导老师同意。实验中要认真、仔细观察实验现象,如实做好记录。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。课后,按时写出符合要求的实验报告。

(4) 在实验过程中,不得大声喧哗,不得擅自离开实验室。不能穿拖鞋、背心等暴露过多的服装进入实验室,实验室内不能吸烟和吃东西。

(5) 在实验过程中保持实验室的环境卫生。公用仪器用完后,放回原处,并保持原样;药品取完后,及时将盖子盖好,保持药品台清洁。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。废液应倒在废液桶内(易燃液体除外),固体废物(如沸石、棉花等)应倒在垃圾桶内,千万不要倒在水池中,以免堵塞。

(6) 实验结束后,将个人实验台面打扫干净,仪器洗、挂、放好,拔掉电源插头。请指导老师检查、签字后方可离开实验室。值日生待做完值日后,再请指导老师检查、签字。离开实验室前应检查水、电、气是否关闭。

1.2 有机化学实验室的安全知识

在实验中我们经常使用有机试剂和溶剂,这些物质大多数都易燃、易爆,而且具有一定的毒性。虽然我们在选择实验时,尽量选用低毒性的溶剂和试剂,但是当大量使用时,对人体也会造成一定伤害,因此,防火、防爆、防中毒已成为有机实验中的重要问题。同时,还应注意安全用电,还要防止割伤和灼伤事故的发生。

1.2.1 防火

引起着火的原因很多,如用敞口容器加热低沸点的溶剂,加热方法不正确等,均可引起着火。为了防止着火,实验中应注意以下几点:

(1) 不能用敞口容器加热和放置易燃、易挥发的化学药品。应根据实验要求和物质的特性,选择正确的加热方法。如对沸点低于 80 的液体,在蒸馏时,应采用水浴,不能直接加热。

(2) 尽量防止或减少易燃物气体的外逸。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,但与水发生猛烈反应者除外。

(4) 实验室不得存放大量易燃、易挥发性物质。

(5) 有煤气的实验室,应经常检查管道和阀门是否漏气。

(6) 一旦发生着火,应沉着镇静地及时采取正确措施,控制事故的扩大。首先,立即切断电源,移走易燃物。然后,根据易燃物的性质和火势采取适当的方法进行扑救。有机物着火通常不用水进行扑救,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。小火可用湿布或石棉布盖熄,火势较大时,应用灭火器扑救。

常用灭火器有二氧化碳、四氯化碳、干粉及泡沫等灭火器。

目前实验室中常用的是干粉灭火器。使用时,拔出销钉,将出口对准着火点,将上手柄压下,干粉即可喷出。

二氧化碳灭火器也是有机实验室常用的灭火器。灭火器内存放着压缩的二氧化碳气体,适用于油脂、电器及较贵重的仪器着火时使用。

虽然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。因此,这两种灭火器一般不用。不管采用哪一种灭火器,都是从火的周围开始向中心扑灭。

地面或桌面着火时,还可用砂子扑救,但容器内着火不易使用砂子扑救。

身上着火时,应就近在地上打滚(速度不要太快)将火焰扑灭。千万不要在实验室内乱跑,以免造成更大的火灾。

1.2.2 防爆

在有机化学实验室中,发生爆炸事故一般有两种情况:

(1) 某些化合物容易发生爆炸,如过氧化物、芳香族多硝基化合物等,在受热或受到碰撞时,均会发生爆炸。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。

(2) 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) 反应过于猛烈时,应适当控制加料速度和反应温度,必要时采取冷却措施。
- (3) 在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。
- (4) 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加热或反应。
- (5) 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或反应瓶。
- (6) 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。

1.2.3 防中毒

大多数化学药品都具有一定的毒性。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:

- (1) 称量药品时应使用工具,不得直接用手接触,尤其是毒品。做完实验后,应洗手后再吃东西。任何药品不能用嘴尝。
- (2) 使用和处理有毒或腐蚀性物质时,应在通风柜中进行或加气体吸收装置,并戴好防护用品。尽可能避免蒸气外逸,以防造成污染。
- (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。

1.2.4 防灼伤

皮肤接触了高温、低温或腐蚀性物质后均可能被灼伤。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要求处理:

- (1) 被碱灼伤时,先用大量的水冲洗,再用 1% ~ 2% 的乙酸或硼酸溶液冲洗,然后再用水冲洗,最后涂上烫伤膏。
- (2) 被酸灼伤时,先用大量的水冲洗,然后用 1% 的碳酸氢钠溶液清洗,最后涂上烫伤膏。
- (3) 被溴灼伤时,应立即用大量的水冲洗,再用酒精擦洗或用 2% 的硫代硫酸钠溶液洗至灼伤处呈白色,然后涂上甘油或鱼肝油软膏加以按摩。
- (4) 被热水烫伤后一般在患处涂上红花油,然后擦烫伤膏。

(5) 以上这些物质一旦溅入眼睛中,应立即用大量的水冲洗,并及时去医院治疗。

1.2.5 防割伤

有机实验中主要使用玻璃仪器。使用时,最基本的原则是:不能对玻璃仪器的任何部位施加过度的压力。

(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,如图 1-1 中(a)和(c)所示。图 1-1 中(b)和(d)的操作是不正确的。尤其是插入温度计时,要特别小心。

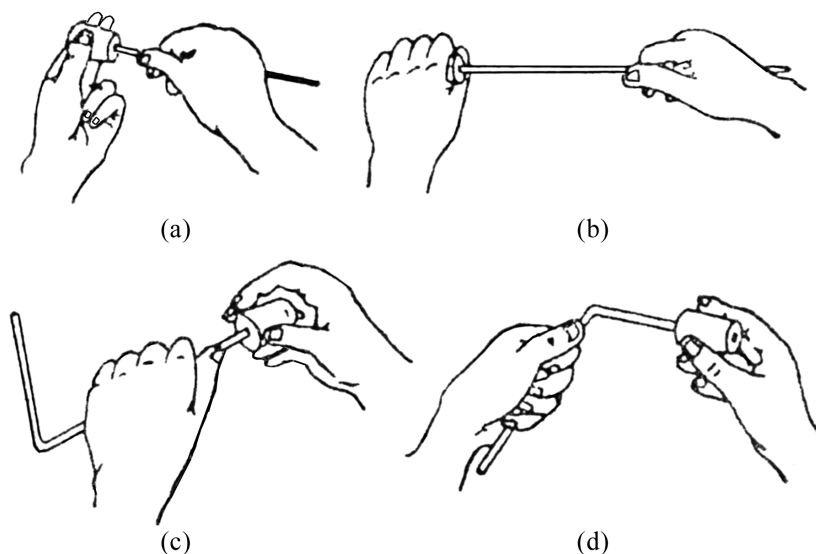


图 1-1 玻璃管与塞子连接时的操作方法

(2) 新割断的玻璃管断口处特别锋利,使用时,要将断口处用火烧至熔化,使其成圆滑状。

发生割伤后,应将伤口处的玻璃碎片取出,再用生理盐水将伤口洗净,涂上红药水,用纱布包好伤口。若割破静(动)脉血管,流血不止时,应先止血。具体方法是: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%~2%的乙酸或硼酸溶液、1%的碳酸氢钠溶液、2%的硫代硫酸钠溶液、甘油、止血粉、龙胆紫、凡士林等。还应备有镊子、剪刀、纱布、药棉、绷带等急救用具。

1.2.6 用电安全

进入实验室后,首先应了解水、电、气的开关位置在何处,而且要掌握它们的使用方法。在实验中,应先将电器设备上的插头与插座连接好后,再打开电源开关。不能用湿手或手握湿物去插或拔插头。使用电器前,应检查线路连接是否正确,电器内外要保持干燥,不能有水或其他溶剂。实验做完后,应先关掉电源,再去拔插头。

1.3 有机化学实验预习、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的课程。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。实验报告分三部分:实验前预习、现场记录及课后实验总结。

1.3.1 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,并写出反应机理,简单叙述操作原理。
- (3) 画出反应及产品纯化过程的流程图。
- (4) 按实验报告要求填写主要试剂及产物的物理和化学性质。
- (5) 画出主要反应装置图,并标明仪器名称。
- (6) 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,实验中有哪些安全问题。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。

1.3.2 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、产品的颜色和产品的量、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,内容要简明扼要,条理清楚。记录直接写在报告上。不要随便记在一张纸上,课后抄在报告上。

1.3.3 实验报告

这部分工作在课后完成。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: 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; 不能用催化剂或引发剂的量来计算; 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) 填写物理常数测试表。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: 对实验结果和产品进行分析; 写出做实验的体会; 分析实验中出现的问题和解决的办法; 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。

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。

现举例说明实验报告的具体写法。

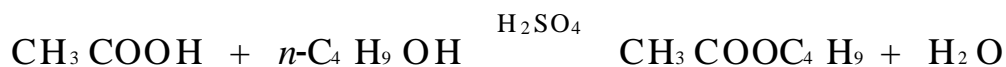
乙酸正丁酯的合成

1. 实验目的

- (1) 了解缩合反应、酯化反应的原理及合成方法。
- (2) 学习萃取原理及操作(分液漏斗的使用)。
- (3) 学习干燥原理及操作。
- (4) 熟悉分水器的使用。

2. 反应原理与操作原理

(1) 缩合反应是两个以上有机分子发生反应,放出水、氨、氯化氢等简单小分子而得到较大分子的反应。酯化反应是缩合反应的特例。本反应由正丁醇和冰乙酸在硫酸催化下生成乙酸正丁酯和水,反应式为



本反应为平衡反应,为了使反应进行到底,本实验利用反应体系本身生成共沸混合物这一特点,将生成的水从反应体系中分离出来。为了达到这一目的,在实验中采用了分水器。

(2) 萃取是利用化合物在两种互不相溶的溶剂中溶解度的不同,使化合物从一种溶剂中转移到另一种溶剂中的方法。本实验利用分液漏斗达到萃取和洗涤的目的。

(3) 干燥法主要用于除去固体、液体或气体中的少量水分。本实验用干燥剂无水硫酸镁去掉洗涤后体系中存在的少量水分。

3. 产品纯化过程流程图

