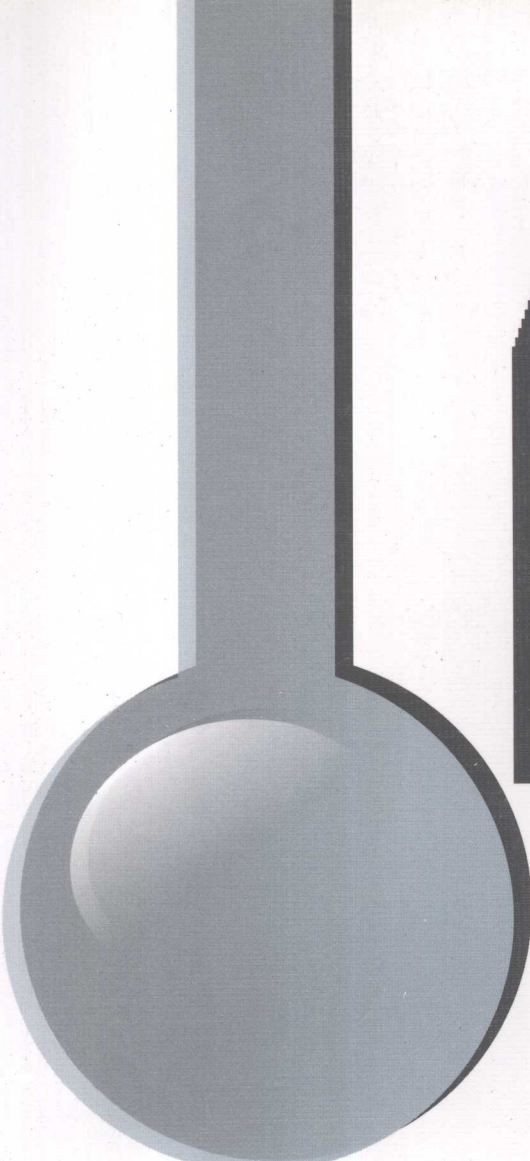




# 综合 化学实验

ZONGHE HUAXUE SHIYAN

主编 匡 华



西南交通大学出版社  
[Http://press.swjtu.edu.cn](http://press.swjtu.edu.cn)

# 综合化学实验

主编 匡 华

西南交通大学出版社

· 成 都 ·

-----  
图书在版编目 (C I P) 数据

综合化学实验 / 匡华主编. —成都: 西南交通大学出版社, 2008.5

ISBN 978-7-81104-843-8

I. 综… II. 匡… III. 化学实验—高等学校—教材  
IV. 06-3

中国版本图书馆 CIP 数据核字 (2008) 第 056180 号  
-----

综合化学实验

主编 匡 华

\*

责任编辑 张宝华

封面设计 本格设计

西南交通大学出版社出版发行

(成都二环路北一段 111 号 邮政编码: 610031 发行部电话: 028-87600564)

<http://press.swjtu.edu.cn>

四川森林印务有限责任公司印刷

成品尺寸: 185 mm × 260 mm 印张: 12.125

字数: 301 千字

2008 年 5 月第 1 版 2008 年 5 月第 1 次印刷

ISBN 978-7-81104-843-8

定价: 24.50 元

图书如有印装质量问题 本社负责退换

版权所有 盗版必究 举报电话: 028-87600562

# 前 言

过去的化学实验类课程全部依附于同名理论课程,而各实验课程又过于强调二级学科特点和系统性,忽视了各二级学科之间的交叉渗透特点,不合理地割断了二级学科的内在联系,这些难以适应学科综合发展对人才思维方式综合化、多样化培养的要求,难以从学科发展的总趋势以及教学改革必须满足相关人才培养体系的总要求作通盘考虑,造成了不同实验教学课程体系以各理论课程为主线设置,形成各自细而全的小系统,实验课程的技能训练在低层次上重复过多、要求不一致等问题。实验内容上,单元性操作多,综合性、设计性实验少。随着科学技术日新月异的发展,各学科之间的相互渗透,学科间的界限也将变得越来越模糊。原来的化学实验教材已经不适用于新的实验教学体系,需要编写出符合新的实验教学体系,符合我校培养目标的化学实验教材。基于上述情况,对原来的五大实验(无机化学实验、有机化学实验、化学分析实验、物理化学实验、仪器分析实验)进行了整合,编写了《基础化学实验》、《综合化学实验》、《中级化学实验》三部教材。《综合化学实验》教材从内容的选择上精选了比较典型的符合时代要求的实验,避免了实验内容的重复,综合性、设计性实验的比例得到了提高。

本书分为四部分:无机化合物的制备;有机化合物的合成;综合性实验;设计性和探索性实验,书末还附有一些常用的数据表及有关知识。综合性、设计性和探索性实验综合了无机化学、有机化学、仪器分析和物理化学等化学分支学科中重要的实验方法和技术,在化学一级学科的层面上研究无机物或有机物的制备、分离、分析、性能和应用等。在综合性实验中,每一个实验基本上包含了两个或更多个二级学科的内容,使学生能从化学的分支学科的结合上培养解决综合问题的能力,从而使他们的科学思维能力和创新意识得到进一步培养。

本书由匡华主编,并负责全书的统稿。参加本书编写的有(以姓氏笔画为序):王雅珍、庄严、匡华、赵德建、贾洪斌、黄红缨。

在编写过程中,得到了江苏技术师范学院教务处的的大力支持,同时也参考了不少国内外化学实验教材和化学文献资料,在此向所有提供帮助的领导、作者表示衷心地感谢!

由于编者水平有限,不妥和错误之处在所难免,敬请读者批评指正。

编 者

2008年3月

# 目 录

|           |   |
|-----------|---|
| 绪 论 ..... | 1 |
|-----------|---|

## 第一部分 无机化合物的制备

|                          |    |
|--------------------------|----|
| 实验一 硝酸钾的制备和提纯 .....      | 11 |
| 实验二 从废铜中制备硫酸铜和焦磷酸铜 ..... | 12 |
| 实验三 高锰酸钾的制备 .....        | 14 |
| 实验四 胶体的性质和制备 .....       | 15 |
| 实验五 配合物的合成 .....         | 17 |

## 第二部分 有机化合物合成实验

|                            |    |
|----------------------------|----|
| 实验一 环己烯的合成 .....           | 23 |
| 实验二 2-甲基-2-丁烯的合成 .....     | 26 |
| 实验三 溴苯的合成 .....            | 28 |
| 实验四 对氯甲苯的合成 .....          | 31 |
| 实验五 2-甲基-2-己醇的合成 .....     | 34 |
| 实验六 二苯甲醇的合成 .....          | 38 |
| 实验七 乙醇的生物合成 .....          | 41 |
| 实验八 正丁醚的合成 .....           | 43 |
| 实验九 $\beta$ -萘乙醚的合成 .....  | 46 |
| 实验十 正丁醛的合成 .....           | 49 |
| 实验十一 环己酮的合成 .....          | 52 |
| 实验十二 环戊酮的合成 .....          | 56 |
| 实验十三 苯乙酮的合成 .....          | 58 |
| 实验十四 苯片呐醇和苯片呐酮的合成 .....    | 61 |
| 实验十五 己二酸的合成 .....          | 65 |
| 实验十六 肉桂酸的合成 .....          | 68 |
| 实验十七 呋喃甲醇和呋喃甲酸的合成 .....    | 70 |
| 实验十八 乙酸乙酯的合成 .....         | 73 |
| 实验十九 香豆素的合成 .....          | 76 |
| 实验二十 水杨酸甲酯(冬青油)的合成 .....   | 78 |
| 实验二十一 对硝基苯酚和邻硝基苯酚的合成 ..... | 81 |

|       |                               |     |
|-------|-------------------------------|-----|
| 实验二十二 | 2-硝基-1, 3-苯二酚的合成 .....        | 84  |
| 实验二十三 | 间硝基苯胺的合成 .....                | 87  |
| 实验二十四 | 外消旋 $\alpha$ -苯乙胺的合成和拆分 ..... | 89  |
| 实验二十五 | 己内酰胺的合成 .....                 | 93  |
| 实验二十六 | 环己酮、糠醛与氨基脲的竞争反应 .....         | 95  |
| 实验二十七 | 磺胺药物的合成 .....                 | 98  |
| 实验二十八 | 8-羟基喹啉的合成 .....               | 107 |

### 第三部分 综合性实验

|      |                                                     |     |
|------|-----------------------------------------------------|-----|
| 实验一  | 硫酸亚铁铵的制备 .....                                      | 113 |
| 实验二  | 硫代硫酸钠的制备 .....                                      | 115 |
| 实验三  | 碳酸钠的制备及其含量的测定 .....                                 | 117 |
| 实验四  | 三草酸合铁(Ⅲ)酸钾的合成和结构测定 .....                            | 120 |
| 实验五  | 从钒渣中提取五氧化二钒及 $[\text{VO}(\text{AcAc})_2]$ 的合成 ..... | 123 |
| 实验六  | 1-溴丁烷的制备和折光率的测定 .....                               | 126 |
| 实验七  | 乙酰水杨酸的合成和红外光谱的测定 .....                              | 129 |
| 实验八  | 2, 4-二氯苯氧乙酸的合成和含量分析 .....                           | 133 |
| 实验九  | 橙皮中柠檬烯的提取及气相色谱分析 .....                              | 138 |
| 实验十  | 甲基橙的合成和棉布染色实验 .....                                 | 141 |
| 实验十一 | 5-亚苄基硫代巴比妥酸的合成及结构表征 .....                           | 145 |
| 实验十二 | 天然药物大黄游离蒽醌的提取与鉴定 .....                              | 148 |
| 实验十三 | 药物渗透促进剂——氮酮的合成和表征 .....                             | 151 |

### 第四部分 设计性与探究性实验

|      |                                |     |
|------|--------------------------------|-----|
| 实验一  | 从废定影液中回收银 .....                | 155 |
| 实验二  | 由废电池回收锌皮制备硫酸锌 .....            | 156 |
| 实验三  | ZnO 纳米粉的水热合成与表征 .....          | 158 |
| 实验四  | 碱式碳酸铜的制备 .....                 | 159 |
| 实验五  | 甲基叔丁基醚的合成、分离和鉴定 .....          | 160 |
| 实验六  | 乙酰二茂铁的合成 .....                 | 163 |
| 实验七  | 医药中间体——乙氧亚甲基丙二酸二乙酯的合成与表征 ..... | 166 |
| 实验八  | 特定化学配方的解(剖)析方法 .....           | 169 |
| 附录一  | 常用有机溶剂及纯化 .....                | 172 |
| 附录二  | 工具书及实验参考书 .....                | 180 |
| 附录三  | 试剂的配制 .....                    | 182 |
| 附录四  | 与有机化学和生物有关的部分网址 .....          | 185 |
| 参考文献 | .....                          | 187 |

# 绪 论

## 一、有机合成实验的设计思想

有机合成实验是有机化学实验中最重要的重要组成部分，它是有机合成反应原理的一种具体而生动的表达形式，是一种综合应用有机化学实验基本操作技能的结果，是该目标化合物的物理、化学性质的一种形象化表现，是近代有机化合物结构测定的具体应用，总而言之，有机合成实验很丰富。现将有机合成实验中一些有普遍性意义、需要重点加以掌握的问题分述如下，以利于逐个掌握有机合成实验的设计思想，为后续综合实验（多步合成）的学习作准备，也为日后的创造性工作奠定坚实的基础。

### （一）深刻理解实验的反应原理

要求熟悉每个有机合成实验的反应式，结合该反应的理论课讲授的内容，仔细阅读实验中的有关操作，以深入理解每个实验中每一步操作的深刻含义。只有深入掌握了反应原理，才会感觉到每步操作的目的性是十分明确的，从而做到操作时心中有数，不易出差错。通过各实验的流程示意图，可以了解实验的全过程，以掌握实验的全局。

### （二）反应装置的设计

有机合成反应主要在实验反应装置中实现，同类型的有机合成反应有相似或相同的反应装置，不同的有机合成反应往往有不同特点的反应装置。要求掌握各个实验的反应装置的设计方法、安装（或拆卸）技巧，会操作与使用反应装置，并具有预防或处置实验事故的能力。

### （三）有机合成反应中主要反应条件的设计方法

对预习环节应给以足够的重视。在进入实验室之前，对实验应做到心中有数，熟悉有机合成反应的主要反应条件，自己能画出实验装置图和实验流程图。在整个实验流程图中，应显示加料的品种（反应物、溶剂与催化剂）和加料的顺序、加热或冷却操作等，而反应物摩尔比、反应温度、反应时间、反应介质及催化剂等这些有机合成或反应中的主要条件应特别重视，只有这样才有利于学习者反复体验和总结。

#### 1. 反应物摩尔比

一般而言，每个反应都要有两个或两个以上不同的反应物来参加反应。有时，实验书上给出的是反应物的质量（g）或体积（mL）数据，这些可以换算成摩尔，然后计算反应物之间的摩尔比，从中了解该反应的投料量是摩尔比，还是某一反应物以过量形式投料。结合化学反应式，可以更进一步理解反应原理。操作时，称量要准确无误，并且要作记录，备查。

#### 2. 反应温度

许多有机反应是吸热反应。通过外界提供加热升温条件，可以加速反应的进行，温度每升高  $10^{\circ}\text{C}$ ，反应速率要增加 1~3 倍，所以反应温度的设定与调控是十分重要的。显然，不

同的有机反应有不同的反应温度值。有的实验给出的是一个反应温度范围；有的是开始设定在  $t_1$ ，反应结束要求设定在  $t_2$ 。操作者应通过控制加热强度，避免温度的大起大落，使反应温度始终在设定范围内变化。实验中，应定时记录反应温度的变化情况，作为该实验的原始资料保存，并写入实验报告。这里的反应温度是指插入反应瓶内温度计所记录的反应混合物的温度，并不是反应瓶外浸入的加热浴液的温度，两者温度相差甚大，有时可达  $20\sim 30^{\circ}\text{C}$ 。

### 3. 反应时间

除了少数化学反应或爆炸性反应以外，一般有机合成反应的时间都比无机化学实验要长，通常有机合成反应的时间都要以小时计，有的甚至以天数计。有时，反应时间与加热时间可以大致反映有机反应进行的程度。若只把实验中的反应时间缩短较多，而其他操作条件都不变，则一般来说，有机反应就不可能进行到底，进而使产物的产量下降，影响实验效果。所以不要轻易缩短反应时间。

### 4. 反应介质

有机化学反应一般选用有机溶剂作为反应介质，也有用水作为反应介质的。有的选用极性强的溶剂，有的则用极性弱的溶剂，有的是以某一过量的反应物作为溶剂。一般在反应结束的后处理过程中，都要通过蒸馏、分馏或过滤等分离手段除去（或回收）反应介质。

### 5. 催化剂

对于有机合成实验而言，催化剂在促进反应进程中所起的作用是十分重要的，但其用量都很少，一般在反应开始前加入，反应结束又要将其除去。实验前要了解该反应的催化剂是什么，用量是多少，何时加入，怎样加入，以及在后处理的哪一步操作中，根据什么原理与方法将其分离出来。要求实验者心中有数，实验中要注意不要忘记加入，或加入量不够准确以及加入方法不正确等错误。比如，浓硫酸用做催化剂时，不能一次加入，这是由于浓硫酸能使有机物炭化，致使主产物的产量降低的缘故。

## （四）后处理——分离与提纯的设计思路

### 1. 分 离

有机化学反应结束后生成的主要产物混杂在未反应的原料、溶剂、催化剂与副产物之中，只有经过分离提纯操作才能将主产物分离出来。在工业生产上，后处理的设备有时比合成反应器要多而杂。就操作而言，分离提纯过程要比反应部分复杂。不同的合成反应，有不同的分离提纯方法，如蒸馏、分馏、结晶、升华、酸碱中和、萃取、色谱等方法，有的是采用几种方法的结合。在分取分离操作时，特别需要分清分离操作中弃去与保存的部分，并清洗仪器。

### 2. 提 纯

在经过上述分离操作后所得的产品中，一般都含有杂质（未反应的原料物、中间体、副产物、溶剂、催化剂等），通常称之为粗产物。粗产物的物理、化学性质是不稳定的，如果测量其熔点（或沸点），会显示较宽的熔点距（或沸程），离标准值较远。如放置一段时间后，有的会变（深）色，有的还会分解，所以一般都不宜久贮。因此粗产物需要通过精制，作进一步提纯，才能成为合格的产品（或纯品）。固体样品可通过重结晶操作（易挥发的固体样品可用升华操作）来提纯，而液体样品可通过蒸馏操作来提纯。

## （五）反应产物的结构确认

作为一个在文献上没有记载的全新的有机化合物的合成，其结构测定工作是比较复杂

的。首先要进行产物的反复分离提纯工作。制作纯度很高的产品，在确认没有其他杂质存在的前提下，应对产品进行 C, H, O, N, X, S, P 等元素的定性和定量分析，测定有机化合物的相对分子质量，并对其红外光谱、核磁共振谱、质谱等进行测试，以确定其化学构造式。

如果所制备的有机化合物结构是已知的，那么只需要通过测定它们的主要物理常数即可确认其结构。对固体化合物测定的熔点与红外光谱，及对液体化合物测定的沸点、折射率与红外光谱，若与相应化合物的物理常数或红外光谱的标准图谱相一致，即可确认该化合物。

## 二、有机合成实验预习、实验记录和实验报告撰写的基本要求

学生在本课程开始时，必须认真阅读本书第一部分有机化学实验的一般知识。在进行每个实验时，必须做好预习、实验记录和实验报告。

### (一) 实验预习

实验预习是有机化学实验的重要环节，对保证实验成功与否、收获大小起着关键作用。

为了避免照方抓药，依葫芦画瓢，而积极主动、准确地完成实验，必须认真做好实验预习，而教师也有义务拒绝那些未进行预习的学生进行实验。预习的具体要求如下：

(1) 将本实验的目的、要求、反应式（正反应，主要副反应）、主要反应物、试剂和产物的物理常数（查手册或辞典）、用量（g, mL, mol）和规格摘录于记录本中。

(2) 写出实验简单步骤。每个学生应根据实验内容上的文字改写成简单明了的实验步骤（不是照抄实验内容！）。步骤中的文字可用符号简化，例如，试剂写分子式，克=g，毫升=mL，加热= $\Delta$ ，加=+，沉淀= $\downarrow$ ，气体逸出= $\uparrow$ ，仪器以示性图代之。学生在实验初期可画装置简图，步骤要写得详细些，以后逐步简化。这样在实验前就形成了一个工作提纲，以使实验有条不紊地进行。

(3) 列出粗产物纯化过程及原理，明确各步操作目的和要求。

### (二) 实验记录

实验是培养学生科学素养的重要途径，实验中要做到操作认真，观察仔细，思考积极，并将所用物料的数量、浓度以及观察到的现象（如反应温度的变化、体系颜色的改变、结晶或沉淀的产生或消失、是否放热或有气体放出等）和测得的各种数据及时如实地记录于记录本中。记录要做到简单明了，字迹清楚。实验完毕后学生应将实验记录本和产物交给教师。产物要盛于样品瓶中（固体产物可放在硫酸纸袋中或培养皿中），贴好标签。标签格式如下（以正溴丁烷为例）。

|                                                                                           |
|-------------------------------------------------------------------------------------------|
| 正溴丁烷<br>( <i>n</i> -bromobutane)<br>沸程：99~103°C<br>产量：18g<br>瓶重：15.5g<br>×××(姓名)<br>年 月 日 |
|-------------------------------------------------------------------------------------------|

### (三) 实验报告的基本要求

在实验操作完成之后,必须对实验进行总结,即讨论观察到的现象,分析出现的问题,整理归纳实验数据等。这是完成整个实验的一个重要组成部分,也是把各种实验现象提高到理性认识的必要步骤。实验报告就是进行这项能力的培养和训练的。

在实验报告中还应完成指定的思考题或提出改进本实验的意见等。实验报告的内容大致分8项,以正溴丁烷为例。

#### 实验 ×× 正溴丁烷的合成

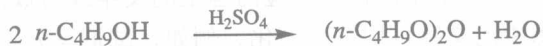
##### 1. 目的和要求

- (1) 了解由醇制备溴代烷的原理及方法。
- (2) 初步掌握回流及气体吸收装置和分液漏斗的使用。

##### 2. 反应式



副反应:



##### 3. 主要物料及产物的物理常数

以表格(见表1)的形式将主要物料的相对分子量、性状、折光率、相对密度、熔点、沸点和在有关溶剂中的溶解情况等写出来。

表1 主要物料及产物的物理常数

| 名称   | 相对分子量  | 性状     | 折光率     | 熔点/°C         | 沸点/°C  | 溶解度/g · (100 mL 溶剂) <sup>-1</sup> |   |   |
|------|--------|--------|---------|---------------|--------|-----------------------------------|---|---|
|      |        |        |         |               |        | 水                                 | 醇 | 醚 |
| 正丁醇  | 74.12  | 无色透明液体 | 1.399 3 | -89.2 ~ -89.9 | 117.71 | 7.920                             | ∞ | ∞ |
| 正溴丁烷 | 137.03 | 无色透明液体 | 1.439 8 | -112          | 101.6  | 不溶                                | ∞ | ∞ |

##### 4. 主要物料用量及规格

正丁醇: 实验试剂, 15 g (18.5 mL, 0.20 mol)。

浓硫酸: 工业品, 53.40 g (29 mL, 0.54 mol)。

溴化钠: 实验试剂, 25 g (0.24 mol)。

正溴丁烷: 理论产量 27.4 g。

##### 5. 实验装置图

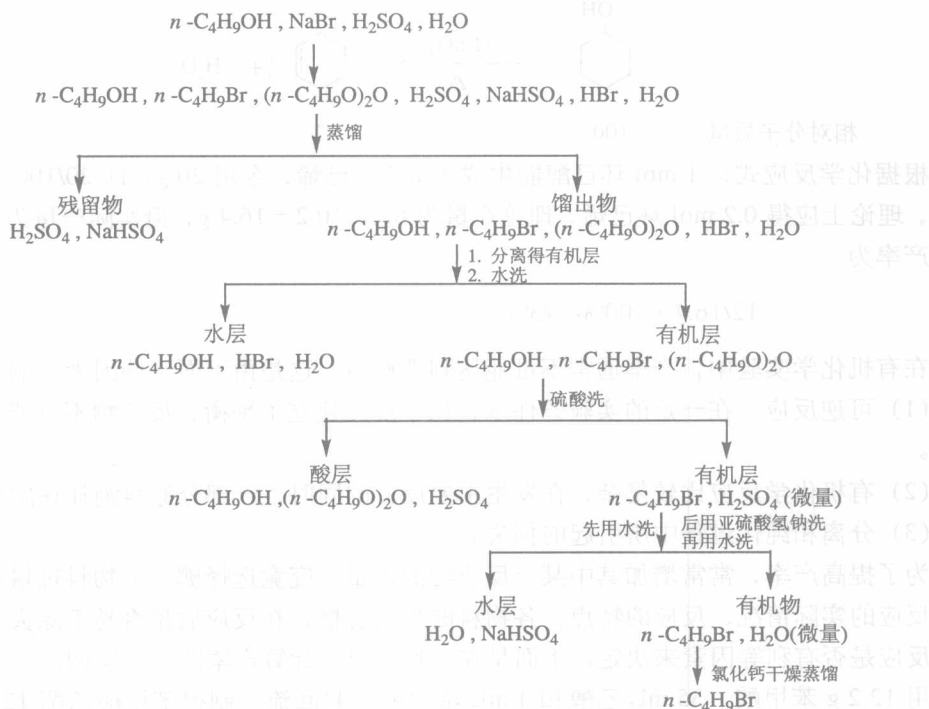
##### 6. 实验步骤及现象记录(见表2)



表 2 实验步骤及现象记录

| 步 骤                                                                                | 现 象                                                                                                     |
|------------------------------------------------------------------------------------|---------------------------------------------------------------------------------------------------------|
| (1) 于 150 mL 单口圆底烧瓶中放置 20 mL 水。+29 mL 浓硫酸, 振摇冷却                                    | 放热, 烧瓶烫手                                                                                                |
| (2) +18.5 mL $n\text{-C}_4\text{H}_9\text{OH}$ 及 25 g NaBr, 振摇 + 沸石                | 不分层, 有许多 NaBr 未溶。瓶中已出现白雾状 HBr                                                                           |
| (3) 装冷凝管, HBr 吸收装置, 石棉网小火加热 1 h                                                    | 沸腾, 瓶中白雾状 HBr 增多, 并从冷凝管上升, 为气体吸收装置吸收。瓶中液体由一层变成三层, 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。上层颜色由淡黄转变为橙黄色    |
| (4) 稍冷, 改成蒸馏装置, + 沸石, 蒸出 $n\text{-C}_4\text{H}_9\text{Br}$                         | 馏出液浑浊, 分层, 瓶中上层越来越少, 最后消失, 消失后过片刻停止蒸馏。蒸馏瓶冷却析出无色透明结晶 (碳酸氢钠)                                              |
| (5) 粗产物用 15 mL 水洗。在干燥分液漏斗中用:<br>10 mL 硫酸洗<br>15 mL 水洗<br>15 mL 饱和碳酸氢钠洗<br>15 mL 水洗 | 产物在下层<br>加一滴浓硫酸沉至下层, 证明产物在上层                                                                            |
| (6) 粗产物置于 50 mL 锥形瓶中, + 2 g 无水氯化钙干燥                                                | 两层交界处有絮状物                                                                                               |
| (7) 产物滤入 50 mL 蒸馏瓶中, + 沸石蒸馏, 收集 99~103°C 馏分                                        | 粗产物有些浑浊, 稍摇后透明                                                                                          |
| 产物外观, 质量                                                                           | 99°C 以前馏出液很少, 长时间稳定于 101~102°C 左右。后升至 103°C, 温度下降, 瓶中液体很少, 停止蒸馏<br>无色液体, 瓶重 15.5 g, 共重 33.5 g, 产物重 18 g |

## 7. 粗产物纯化过程及原理



## 8. 产率计算

因其他试剂过量,理论产量应按正丁醇计算。 $0.2\text{ mol}$  正丁醇能产生  $0.2\text{ mol}$  (即  $0.2 \times 137 = 27.4\text{ g}$ ) 正溴丁烷。

$$\text{百分产率} = 18/27.4 \times 100\% = 66\%$$

## 9. 讨 论

醇能与硫酸生成钡盐,而卤代烷不溶于硫酸,故随着正丁醇转化为正溴丁烷,烧瓶中分成三层。上层为正溴丁烷,中层可能为硫酸氢正丁酯,中层消失即表示大部分正丁醇已转化为正溴丁烷。上、中两层液体呈橙黄色,可能是由于副反应产生的溴所致。从实验可知溴在正溴丁烷中的溶解度较硫酸中的溶解度大。

蒸去正溴丁烷后,烧瓶冷却析出的结晶是硫酸氢钠。

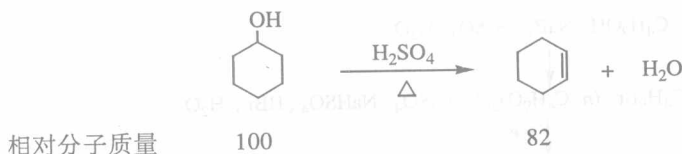
由于操作时疏忽大意,反应开始前忘加沸石,使回流不正常。停止加热稍冷后,再加沸石继续回流,致使操作时间延长。这一点今后要引起注意。

## (四) 实验产率的计算

有机化学反应中,理论产量是指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(实际产量)是指实验中实际分离获得的纯粹产物的数量。百分产率是指实际得到的纯粹产物的质量和计算的理论产量的比值,即

$$\text{百分产率} = \text{实际产量} / \text{理论产量} \times 100\%$$

例 用  $20\text{ g}$  环己醇和催化量的硫酸一起加热时,可得到  $12\text{ g}$  环己烯,试计算它的百分产率。



根据化学反应式:  $1\text{ mol}$  环己醇能生成  $1\text{ mol}$  环己烯,今用  $20\text{ g}$ , 即  $20/100 = 0.2\text{ mol}$  环己醇,理论上应得  $0.2\text{ mol}$  环己烯,理论产量为  $82\text{ g} \times 0.2 = 16.4\text{ g}$ ,但实际产量为  $12\text{ g}$ ,所以百分产率为

$$12/16.4 \times 100\% = 73\%$$

在有机化学实验中,产率通常不可能达到理论值,这是由下面一些因素影响所致:

(1) 可逆反应。在一定的实验条件下,化学反应建立了平衡,反应物不可能完全转化成产物。

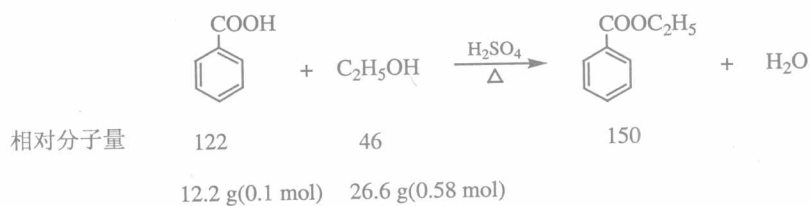
(2) 有机化学反应比较复杂,在发生主要反应的同时,一部分原料消耗在副反应中。

(3) 分离和纯化过程中所引起的损失。

为了提高产率,常常增加其中某一反应物的用量。究竟选择哪一个物料过量要根据有机化学反应的实际情况,反应的特点,各物料的相对价格,在反应后是否易于除去,以及对减少副反应是否有利等因素来决定。下面是在这种情况下计算产率的一个实例。

用  $12.2\text{ g}$  苯甲酸、 $35\text{ mL}$  乙醇和  $4\text{ mL}$  浓硫酸一起回流,制得苯甲酸乙酯  $12\text{ g}$ 。这里,

浓硫酸是用作这个酯化反应的催化剂。



从反应方程式中各物料的摩尔比很容易看出乙醇是过量的，故理论产量应根据苯甲酸来计算。0.1 mol 苯甲酸理论上应产生 0.1 mol，即  $0.1 \times 150 = 15 \text{ g}$  苯甲酸乙酯。百分产率为

$$12/15 \times 100\% = 80\%$$



# 第一部分

---

## 无机化合物的制备



## 实验一 硝酸钾的制备和提纯

### 【实验目的】

- (1) 根据温度对物质溶解度的不同影响，用复分解法制备盐类。
- (2) 练习用重结晶法提纯物质，以进一步掌握溶解、过滤、结晶等基本操作。

### 【实验原理】

复分解法是制备无机盐类的常用方法，对不溶性盐很容易制得，但是对可溶性盐则需要根据温度对盐类溶解度的不同影响来确定。

本实验是用  $\text{NaNO}_3$  和  $\text{KCl}$  通过复分解来制取  $\text{KNO}_3$ 。

从表 1.1 可以看出，氯化钠的溶解度随温度变化极小，而  $\text{KNO}_3$  的溶解度却随着温度的升高增加得非常快。因此，只要把一定量固体的  $\text{NaNO}_3$  和  $\text{KCl}$  在较高温度下混合溶解，那么，可以首先析出  $\text{NaCl}$  晶体，再将  $\text{NaCl}$  晶体趁热过滤除去，待滤液冷却后，由于  $\text{KNO}_3$  因溶解度急剧下降而析出，故可以得到仅含有少量  $\text{NaCl}$  等杂质的  $\text{KNO}_3$  晶体；然后可以用重结晶的方法提纯。

表 1.1 几种盐类在不同温度下的溶解度 ( $\text{g}/100 \text{ gH}_2\text{O}$ )

| 盐类 \ 温度/ $^{\circ}\text{C}$ | 0    | 10   | 20   | 30   | 50   | 80   | 100  |
|-----------------------------|------|------|------|------|------|------|------|
| $\text{NaCl}$               | 35.7 | 35.8 | 36.0 | 36.3 | 36.8 | 38.4 | 39.8 |
| $\text{NaNO}_3$             | 73   | 80   | 88   | 96   | 114  | 148  | 180  |
| $\text{KCl}$                | 27.6 | 31.0 | 34.0 | 37.0 | 42.6 | 51.1 | 56.7 |
| $\text{KNO}_3$              | 13.3 | 20.9 | 31.6 | 45.8 | 83.5 | 169  | 246  |

从上面制得的  $\text{KNO}_3$  产品中，杂质  $\text{NaCl}$  的含量可利用  $\text{AgNO}_3$  与氯化物生成白色沉淀  $\text{AgCl}$  的反应来检验。

### 【仪器、试剂及材料】

- (1) 仪器：烧杯（有刻度）；量筒；表面皿；布氏漏斗；吸滤瓶；台秤。
- (2) 试剂： $\text{NaNO}_3$  (s)； $\text{KCl}$  (s)； $0.1 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1} \text{ AgNO}_3$ 。
- (3) 材料：滤纸。

### 【实验步骤】

#### 1. 硝酸钾的制备

用表面皿在台秤上称取固体  $\text{NaNO}_3$  21 g，固体  $\text{KCl}$  18.5 g，放入 250 mL 烧杯中，加入 35 mL 蒸馏水，加热溶解，继续用小火加热沸腾约十分钟，并不断搅拌，使  $\text{NaCl}$  晶体析出。