

普通高等教育“十二五”规划教材

大学化学实验教程

II

有机化学与 物理化学实验

张学俊 主 编
安富强 李 霞 李巧玲 副主编



化学工业出版社

普通高等教育“十二五”规划教材

大学化学实验教程Ⅱ

有机化学与物理化学实验

张学俊 主 编

安富强 李 霞 李巧玲 副主编



化学工业出版社

· 北 京 ·

本书是根据大学化学实验教学的基本要求,结合多年实验教学改革成果编撰而成的大学化学实验教材,本着“加强基本操作训练,加强基础实验,注重培养学生的思维能力和创新精神,培养化学、化工、材料领域的复合型应用型人才”的原则,把有机化学实验和物理化学实验结合起来编写而成。注意对学生创新精神和科研能力的培养,也注意了博采众长和化学学科发展的前瞻性。

全书内容共分6章:第1章绪论;第2章化学实验基本知识;第3章有机化学实验(基础训练)部分17个实验;第4章物理化学实验(基础训练)部分20个实验;第5章综合性、研究性和设计性实验部分20个实验;第6章附录。

本书可作为化学、化工、材料、生物以及环境工程等相关专业实验课程的教材,也可作为从事同领域科学研究人员的实用参考书。

图书在版编目(CIP)数据

大学化学实验教程Ⅱ,有机化学与物理化学实验/张学俊主编.
—北京:化学工业出版社,2014.9
普通高等教育“十二五”规划教材
ISBN 978-7-122-21513-0

I. ①大… II. ①张… III. ①有机化学-化学实验-高等学校-教材②物理化学-化学实验-高等学校-教材 IV. ①06-3

中国版本图书馆CIP数据核字(2014)第174791号

责任编辑:刘俊之
责任校对:宋 玮

装帧设计:刘丽华

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 装:三河市延风印装厂

787mm×1092mm 1/16 印张12½ 字数315千字 2014年7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:26.00元

版权所有 违者必究

本书编委会

主 编 张学俊

副主编 安富强 李 霞 李巧玲

编 委 杨云峰 贾素云 陈志萍 酒红芳

杨晓峰 乔晋忠 胡拖平 宋江峰

主 审 吴晓青

前言

化学实验不仅是人们了解物质世界构成、揭示化学变化规律、认识物质性质及研究新物质合成的手段，而且是培养学生创新意识和能力的有效途径。本书是根据应用型本科院校基础化学的教学要求而编写的实验教学用书。重视有机化学实验和物质化学实验的基础知识，强调实用性，注重培养学生的动手能力和科研设计能力，在注重学生基础能力培养的同时，开拓学生研究视野，培养创新意识和实际操作能力。期望通过本教材和基础化学实验课的学习，学生能够丰富化学知识、开拓思维、培养能力、提高素质。

随着科技的发展，实验教学的改革继续深入，越来越多新型仪器设备不断被引进高校实验室，教材中介绍的仪器设备与实际应用的仪器设备不匹配，尽管经典实验内容变化不大，但实验方法和实验教学仪器都有了较大的发展和变化，由科研成果转化的新的实验教学内容也有了补充，给学生预习和教师授课带来诸多不便，在这种情况下本书应运而生。学生通过观察实验现象、分析实验数据、总结实验结果以及设计新实验，对已掌握的化学理论知识进一步理解和深化。更重要的是，实验还是一个可发挥主观能动性的再创造过程，有利于培养学生的创新意识，提高学生的综合素质，化学实验教学是化学教学过程的重要环节。

中北大学化学系的教师总结多年教学改革的经验，综合分析化学实验教育在化学、化工、材料等专业学生培养计划中的作用，本着学生掌握知识循序渐进的原则，将实验内容按“有机化学实验（基础训练）部分”、“物理化学实验（基础训练）部分”和“综合性、研究性和设计性实验部分”三个教学单元进行重组与编排，突出对学生“三基”（基本理论、基本操作、基本技能）能力培养与训练的特点，使选材更贴近科研与生产实践，有利于实验室实验教学模式开发与实验室教学的互补。

全书由张学俊担任主编，安富强、李霞、李巧玲担任副主编，研究生廖超强、曹杰参加了部分内容、资料的收集与编写工作。吴晓青教授担任全书的主审工作，对书稿提出了宝贵的意见与建议，特此致谢。我们在编写过程中参考了许多文献，在此对文献作者致以真诚的感谢。

本书是中北大学化学系基础化学实验教学中心全体教师多年教学工作的积淀，尤其是教学改革的经验总结，是集体劳动汗水与心血的结晶。在此向全体参与实验教学改革工作的教师以及支持该项工作的各级领导和广大师生表示深切的谢意。

由于水平有限，经验不足，本书难免存在诸多不足之处，敬请读者指正。

编者

2014年5月

第1章 绪论	1
1.1 有机化学和物理化学实验教学的目的和任务	1
1.2 实验室特殊安全事故的预防与处理	1
1.2.1 实验室安全常识	1
1.2.2 实验室爆炸事故的预防与处理	2
1.2.3 实验室中毒事故的预防与处理	2
1.2.4 实验室触电事故的预防与处理	3
1.2.5 实验室化学灼伤的预防与处理	3
1.2.6 实验室烫伤、割伤等外伤的预防与处理	4
1.3 实验预习、实验操作和实验报告	4
1.3.1 实验预习	4
1.3.2 实验操作	5
1.3.3 实验报告	5
1.3.4 实验产率的计算	7
第2章 化学实验基本知识	9
2.1 有机化学实验常用器具	9
2.1.1 玻璃仪器	9
2.1.2 金属用具	13
2.1.3 电学仪器及小型机电设备	13
2.1.4 其他仪器设备	15
2.2 实验常用装置	17
2.2.1 回流装置	17
2.2.2 蒸馏装置	18
2.2.3 气体吸收装置	19
2.2.4 搅拌装置	19
2.2.5 仪器装配方法	21
第3章 有机化学实验（基础训练）部分	22
3.1 有机化合物分离和提纯的基本操作	22
3.1.1 干燥	22
3.1.2 重结晶	26
3.1.3 升华	30

3.1.4 色谱法	31
3.2 基础实验	35
实验一 熔点的测定	35
实验二 折射率的测定	39
实验三 蒸馏	41
实验四 减压蒸馏	43
实验五 分馏	46
实验六 柱色谱	48
实验七 萃取与洗涤	49
实验八 环己烯的制备	50
实验九 环己酮的制备	52
实验十 溴乙烷的制备	53
实验十一 苯甲酸甲酯的制备	55
实验十二 甲基橙的制备	56
实验十三 乙酸乙酯的制备	57
实验十四 苯甲醇和苯甲酸的制备	59
实验十五 正丁醚的制备	60
实验十六 己二酸的制备	62
实验十七 硝基苯的制备	63
第4章 物理化学实验（基础训练）部分	65
4.1 物理化学实验基本要求	65
4.1.1 物理化学实验教学的目的是任务	65
4.1.2 预习、实验操作和实验报告要求	65
4.1.3 物理化学实验中的误差	66
4.1.4 间接测量结果的误差计算	68
4.1.5 测量结果的正确记录与有效数字	68
4.1.6 数据的表达方法	69
4.2 基础实验	71
实验一 过氧化氢的催化分解	71
实验二 电动势的测定与应用	74
实验三 溶液表面张力的测定	78
实验四 乙酸乙酯皂化反应速率常数的测定	80
实验五 凝固点下降法测定摩尔质量	84
实验六 燃烧热的测定	85
实验七 二元液系相图	88
实验八 液体的饱和蒸气压	91
实验九 恒温槽的调节及黏度的测定	96
实验十 溶胶的电泳现象与 ζ 电位的测定	101
实验十一 盐类溶解热的测定	104
实验十二 催化剂的制备及其活性和选择性的测定	106
实验十三 热分析法测绘二组分金属相图	109

实验十四	偏摩尔体积的测定	112
实验十五	迁移数的测定	115
实验十六	电解质溶液活度系数的测定	118
实验十七	表面活性剂临界胶束浓度 (CMC) 的测定	120
实验十八	蔗糖水解反应速率常数的测定	121
实验十九	电导滴定	123
实验二十	氢超电势的测定	125

第5章 综合性、研究性和设计性实验部分 128

5.1 综合性、研究性实验 128

实验一	从茶叶中提取咖啡因	128
实验二	色素的提取和分离	130
实验三	乙酰苯胺的制备	133
实验四	叔丁基氯的制备	135
实验五	叔丁基氯的水解	136
实验六	旋光度的测定	138
实验七	乙酰乙酸乙酯的制备	140
实验八	红外光谱	141
实验九	流动法测定氧化锌的催化活性	144
实验十	固体在溶液中的吸附	148
实验十一	分解电压及极化曲线的测定	150
实验十二	分配系数的测定	153
实验十三	丙酮碘化反应	154
实验十四	氨基甲酸铵分解平衡常数的测定	156
实验十五	中和热的测定	159

5.2 设计性实验 161

设计实验一	NaCl 在 H_2O 中活度系数测定的研究	161
设计实验二	液体燃烧热和苯共振能的测定	162
设计实验三	磁化率法研究 $Fe(ClO_4)_3$ 的水解反应	163
设计实验四	反应热的测定	163
设计实验五	表面活性剂溶液临界胶束浓度测定的研究	164

第6章 附录 166

6.1 有机化学实验中的常用数据 166

6.1.1	常见有机化合物的物理常数	166
6.1.2	常用酸碱的相对密度及组成	170
6.1.3	二元共沸混合物的沸点及组成	171
6.1.4	三元共沸混合物的沸点及组成	172
6.1.5	水的饱和蒸气压	173
6.1.6	常用干燥剂的性能与应用范围	173
6.1.7	危险化学试剂的使用和保存	174
6.1.8	常用有机溶剂和试剂的纯化	175

6.1.9 常用试剂（液）的配制	181
6.2 物理化学实验中的常用数据	183
6.2.1 国际单位制的基本单位	183
6.2.2 国际单位制中具有专用名称的导出单位	183
6.2.3 常用物理常数	184
6.2.4 力、压力及能量单位换算	184
6.2.5 一些液体的蒸气压	185
6.2.6 标准电极电势	185
6.2.7 强电解质活度系数（25℃）	186
6.2.8 无限稀释离子摩尔电导	186
6.2.9 某些有机物在水中的表面张力	187
6.2.10 液体的折射率.....	187
6.2.11 环己烷-乙醇折射率-组成工作曲线（25℃）	188
6.2.12 苯-乙醇折射率-组成工作曲线	189
6.2.13 不同温度下水的密度表.....	190
参考文献	192

绪 论

1.1 有机化学和物理化学实验教学的目的是任务

化学是建立在实验基础上的科学。有机化学实验和物理化学实验是化学实验的重要分支，也是研究化学基本理论和问题的重要手段和方法。特点是利用化学和物理的方法研究化学系统变化规律，通过实验的手段，研究物质的物理、化学性质及这些性质与化学反应之间的关系，从而得出有益的结论。教学的主要目的是使学生初步了解有机化学和物理化学的研究方法，掌握实验技术和技能，学会使用一些基本仪器设备，学会重要化学参数的测定方法，熟悉化学实验现象的观察和记录、实验条件的判断和选择、实验数据的测量和处理、实验结果的分析 and 归纳等一套严谨的实验方法。通过实验加深学生对化学反应原理的认识和理解；培养学生理论联系实际的能力；培养学生查阅文献资料的能力；使学生受到初步的实验研究训练，提高学生的实验操作技能和培养学生初步进行科学研究的能力。

1.2 实验室特殊安全事故的预防与处理

1.2.1 实验室安全常识

在实验室中工作，经常会与毒性很强、有腐蚀性、易燃烧和具有爆炸性的化学药品直接接触，也常常使用易碎的玻璃和瓷质器皿以及煤气、水、电等设备，因此，必须十分重视安全工作。

(1) 进入实验室开始工作前应了解煤气总阀门、水阀门及电闸所在处。离开实验室前，一定要将室内检查一遍，应将水、电、煤气的开关关好，门窗锁好。

(2) 使用煤气灯时，应先将火柴点燃，一手执火柴靠近灯口，另一手慢开煤气阀门。不能先开煤气阀门，后点燃火柴。灯焰大小和火力强弱，应根据实验的需要来调节。用火时，应做到火着人在，人走火灭。

(3) 使用电气设备（如烘箱、恒温水浴设备、离心机、电炉等）时，严防触电；绝不可用湿手或在眼睛旁视时开关电闸和电气开关。使用前应该用试电笔检查电气设备是否漏电，凡是漏电的仪器，一律不能使用。

(4) 使用浓酸、浓碱时，必须极为小心地操作，防止溅出。用移液管量取这些试剂时，

必须使用橡皮球，绝对不能用口吸取。若不慎溅在实验台或地面上，必须及时用湿抹布擦洗干净。如果触及皮肤应立即治疗。

(5) 使用可燃物，特别是易燃物（如乙醚、丙酮、乙醇、苯、金属钠等）时，应特别小心。不要将其大量放在桌上，更不要放在靠近火焰处。只有在远离火源时，或将火焰熄灭后，才可倾倒易燃液体。低沸点的有机溶剂不准在火上直接加热，只能在水浴上利用回流冷凝管加热或蒸馏。

(6) 如果不慎倾出了量相当大的易燃液体，则应按下法处理：①立即关闭室内所有的火源和电加热器；②关门，开启窗户；③用毛巾或抹布擦拭洒出的液体，并将液体拧到大的容器中，然后再倒入带塞的玻璃瓶中。

(7) 用油浴操作时，应小心加热，不断用温度计测量，不要使温度超过油的燃烧温度。

(8) 易燃和易爆炸物质的残渣（如金属钠、白磷、火柴头）不得倒入污物桶或水槽中，应收集在指定的容器内。

(9) 废液，特别是强酸和强碱不能直接倒在水槽中，应先稀释，然后倒入水槽，再用大量自来水冲洗水槽及下水道。

(10) 毒物应按实验室的规定办理审批手续后领取，使用时严格操作，用后妥善处理。

1.2.2 实验室爆炸事故的预防与处理

(1) 某些化合物容易爆炸。如：有机化合物中的过氧化物、芳香族多硝基化合物和硝酸酯、干燥的重氮盐、叠氮化物、重金属的炔化物等，均是易爆物品，在使用和操作时应特别注意。含过氧化物的乙醚蒸馏时，有爆炸的危险，事先必须除去过氧化物。若有过氧化物，可加入硫酸亚铁的酸性溶液予以除去。芳香族多硝基化合物不宜在烘箱内干燥。乙醇和浓硝酸混合在一起，会引起极强烈的爆炸。

(2) 仪器装配不正确或操作错误，有时会引起爆炸。如果在常压下进行蒸馏或加热回流，仪器必须与大气相通。在蒸馏时要注意，不要将物料蒸干。在减压操作时，不能使用不耐外压的玻璃仪器（例如平底烧瓶和锥形烧瓶等）。

(3) 氢气、乙炔、环氧乙烷等气体与空气混合达到一定比例时，会生成爆炸性混合物，遇明火即会爆炸。因此，使用上述物质时必须严禁明火。

对于放热量很大的合成反应，要小心地慢慢滴加物料，并注意冷却，同时要防止因滴液漏斗的活塞漏液而造成事故。

1.2.3 实验室中毒事故的预防与处理

实验中的许多试剂都是有毒的。有毒物质往往通过呼吸吸入、皮肤渗入、误食等方式导致中毒。使用或反应过程中有氯、溴、氮氧化物、卤化物等有毒气体或液体产生的实验，都应该在通风橱内进行，有时也可用气体吸收装置吸收产生的有毒气体。实验中应避免手直接接触化学药品，尤其严禁手直接接触剧毒品。沾在皮肤上的有机物应当立即用大量清水和肥皂洗去，切莫用有机溶剂洗，否则只会增加化学药品渗入皮肤的速度。溅落在桌面或地面的有机物应及时清除。如不慎损坏汞温度计，洒落在地上的汞应尽量收集起来，并用硫黄粉盖在洒落的地方。实验中所用剧毒物质应由专人负责收发，实验后的有毒残渣必须进行妥善而有效的处理，不准乱丢。

1.2.4 实验室触电事故的预防与处理

实验中常使用电炉、电热套、电动搅拌机等,使用电器时,应防止人体与电器导电部分直接接触及石棉网金属丝与电炉电阻丝接触;不能用湿的手或手握湿的物体接触电插头;电热套内严禁滴入水等溶剂,以防止电器短路。

为了防止触电,装置和设备的金属外壳等应连接地线,实验后应先关仪器开关,再将连接电源的插头拔下。

触电后应立即切断电源,必要时进行人工呼吸并送医院救治。

1.2.5 实验室化学灼伤的预防与处理

化学灼伤在化学实验过程中也是经常出现的安全事故。眼睛灼伤是眼内溅入碱金属、溴、磷、浓酸、浓碱等化学药品和其他具有刺激性的物质对眼睛造成的灼伤。皮肤灼伤有酸灼伤,如氢氟酸能腐烂指甲、骨头,滴在皮肤上,会形成痛苦的、难以治愈的烧伤;碱灼伤,如溴灼伤,这是很危险的,被溴灼伤后的伤口一般不易愈合,必须严加防范。

1.2.5.1 化学灼伤事故的预防

(1) 最重要的是保护好眼睛!在化学实验室里应该一直配戴护目镜(平光玻璃或有机玻璃眼镜),防止眼睛受刺激性气体熏染,防止任何化学药品(特别是强酸、强碱)、玻璃屑等异物进入眼内。

(2) 禁止用手直接取用任何化学药品,使用有毒试剂时除用药匙、量器外必须配戴橡皮手套,实验后马上清洗仪器用具,立即用肥皂洗手。

(3) 尽量避免吸入任何药品和溶剂蒸气。处理具有刺激性、恶臭和有毒的化学药品时,如 H_2S 、 NO_2 、 Cl_2 、 Br_2 、 CO 、 SO_2 、 SO_3 、 HCl 、 HF 、浓硝酸、发烟硫酸、浓盐酸、乙酰氯等,必须在通风橱中进行。通风橱开启后,不要把头伸入橱内,并保持实验室通风良好。

(4) 严禁在酸性介质中使用氰化物。

(5) 禁止口吸吸管移取浓酸、浓碱、有毒液体,应该用洗耳球吸取。禁止冒险品尝药品试剂,不得用鼻子直接嗅气体,而是用手向鼻孔扇入少量气体。

(6) 不要用乙醇等有机溶剂擦洗溅在皮肤上的药品,这种做法反而会增加皮肤对药品的吸收速度。

(7) 实验室里禁止吸烟进食,禁止赤膊穿拖鞋。

1.2.5.2 化学灼伤的急救

(1) 眼睛灼伤。一旦眼内溅入任何化学药品,应立即用大量水缓缓彻底冲洗。实验室内应备有专用洗眼水龙头。洗眼时要保持眼皮张开,可由他人帮助翻开眼睑,持续冲洗15min。忌用稀酸中和溅入眼内的碱性物质,反之亦然。因溅入碱金属、溴、磷、浓酸、浓碱或其他刺激性物质的眼睛灼伤者,急救后必须迅速送往医院检查治疗。

(2) 皮肤灼伤。

① 酸灼伤。先用大量水冲洗,以免深度受伤,再用稀 NaHCO_3 溶液或稀氨水浸洗,最后用水洗。

皮肤若被氢氟酸灼烧,应先用大量水冲洗20min以上,再用冰冷的饱和硫酸镁溶液或70%酒精浸洗30min以上;或用大量水冲洗后,用肥皂水或2%~5% NaHCO_3 溶液冲洗,

用 5% NaHCO_3 溶液湿敷。局部外用可的松软膏或紫草油软膏及硫酸镁糊剂。

② 碱灼伤。先用大量水冲洗，再用 1% 硼酸或 2% HAc 溶液浸洗，最后用水洗。

③ 溴灼伤。凡用溴时都必须预先配制好适量的 20% $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 溶液备用。一旦有溴沾到皮肤上，立即用 $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 溶液冲洗，再用大量水冲洗干净，包上消毒纱布后就医。在受上述灼伤后，若创面起水泡，均不宜把水泡挑破。

1.1.6 实验室烫伤、割伤等外伤的预防与处理

在烧熔和加工玻璃物品时最容易被烫伤。在切割玻璃管或向木塞、橡皮塞中插入温度计、玻璃管等物品时最容易发生割伤。玻璃质脆易碎，对任何玻璃制品都不得用力挤压或造成张力。在将玻璃管、温度计插入塞中时，塞上的孔径与玻璃管的粗细要吻合。玻璃管的锋利切口必须在火中烧圆，管壁上用几滴水或甘油润湿后，用布包住用力轻轻旋入，切不可用猛力强行连接。外伤急救方法如下。

① 割伤。先取出伤口处的玻璃碎屑等异物，用水洗净伤口，挤出一点血，涂上红汞药水后用消毒纱布包扎；也可在洗净的伤口上贴上“创可贴”，可立即止血，且易愈合。严重割伤大量出血时，应先止血，让伤者平卧，抬高出血部位，压住附近动脉，或用绷带盖住伤口直接施压，若绷带被血浸透，不要换掉，再盖上一块施压，立即送医院治疗。

② 烫伤。一旦被火焰、蒸汽、红热的玻璃、铁器等烫伤，应立即将伤处用大量水冲淋或浸泡，以迅速降温避免烧伤。若起水泡不宜挑破，用纱布包扎后送医院治疗。对于轻微烫伤，可在伤处涂鱼肝油或烫伤油膏或万花油后包扎。

③ 玻璃屑进入眼睛内是比较危险的。这时要尽量保持平静，绝不可用手揉擦，也不要试图让别人取出碎屑，尽量不要转动眼球，可任其流泪，有时碎屑会随泪水流出。用纱布轻轻包住眼睛后，将伤者急送医院处理。

若为木屑、尘粒等异物，可由他人翻开眼睑，用消毒棉签轻轻取出异物，或任其流泪，待异物排出后，再滴入几滴鱼肝油。

1.3 实验预习、实验操作和实验报告

每个实验都包括实验预习、实验操作（数据记录）和实验报告三个步骤，它们之间是相互关联的，任何一步做不好，都会严重影响实验质量。

1.3.1 实验预习

实验预习是化学实验的重要环节，对实验成功与否、收获大小起着关键的作用。为了避免照方抓药，依葫芦画瓢，必须认真做好实验预习，从而积极主动、准确地完成实验。教师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）和规格摘录于实验记录本中。

(2) 写出实验的简单步骤。每个学生应根据“实验操作”上的步骤，改写出简单明了的实验步骤。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 = Δ ，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，步骤写得详细些，以后逐步简化。这样在实验前已形成了一个工作提纲，可使实验有条

不紊地进行。

(3) 列出粗产物纯化过程及原理,明确各步操作的目的和要求。

1.3.2 实验操作

实验是培养学生科学素养的主要途径,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实验记录本中。记录要简单明了,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。标签格式如图1.1所示(以制备正溴丁烷为例)。

正溴丁烷 (<i>n</i> -bromobutane)
沸程: 99~103℃ 产量: 18g 瓶重: 15.8g
×××(姓名) 年 月 日

图 1.1 标签格式

1.3.3 实验报告

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。

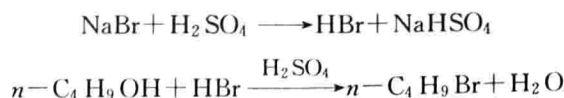
在实验报告中还应完成指定的思考题或提出改进实验的意见等。实验报告的内容大致可分8项,以制备正溴丁烷为例。

实验×× 制备正溴丁烷

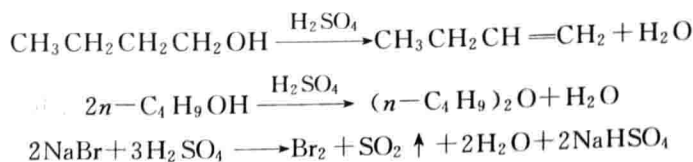
一、实验目的

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。

二、实验原理



副反应:



三、相关知识点(与本实验相关的理论和知识点)

实验试剂的部分参数列于表1.1。

表 1.1 实验试剂的部分参数

名称	相对分子质量	性状	折射率	相对密度	熔点/℃	沸点/℃	溶解度/g · (100mL 溶剂) ⁻¹		
							水	醇	醚
正丁醇	74.12	无色透明液体	1.39931	0.80978 ₄ ¹⁰	-89.2~-89.9	117.71	7.920	∞	∞
正溴丁烷	137.03	无色透明液体	1.4398	1.299 ₄ ²⁰	-112.4	101.6	不溶	∞	∞

四、仪器与试剂

仪器：三口烧瓶，吸收装置，蒸馏装置。

试剂：正丁醇，浓硫酸，溴化钠，沸石。

五、实验步骤及现象记录（见表 1.2 根据实验过程及顺序写明实验步骤）

表 1.2 实验步骤及现象记录

步 骤	现 象
(1)于 150mL 圆底烧瓶中放置 20mL 水，+29mL 浓 H ₂ SO ₄ 振摇冷却	放热，烧瓶烫手
(2)+18.5mL n C ₄ H ₉ OH 及 25gNaBr，振摇+沸石	不分层，有许多 NaBr 未溶。瓶中已出现白雾状 HBr。沸腾，瓶中白雾状 HBr 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→橙黄色
(3)装冷凝管、HBr 吸收装置，石棉网小火△1h	
(4)稍冷，改成蒸馏装置，+沸石，蒸出 n-C ₄ H ₉ 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(NaHSO ₄)
(5)粗产物用 15mL 水洗 在干燥分液漏斗中用 10mL H ₂ SO ₄ 洗 15mL 水洗 15mL 饱和 NaHCO ₃ 洗 15mL 水洗	产物在下层 加一滴浓 H ₂ SO ₄ 沉至下层，证明产物在上层 两层交界处有些絮状物
(6)粗产物置 50mL 圆底烧瓶中，+2g CaCl ₂ 干燥	粗产物有些浑浊，稍摇后透明
(7)产物滤入 30mL 圆底烧瓶中，+沸石蒸馏收集 99~103℃ 馏分 产物外观，质量	99℃ 以前馏出液很少，长时间稳定于 101~102℃。后升至 103℃，温度下降，瓶中液体很好，停止蒸馏 无色液体，瓶重 15.5g 共重 33.5g，产物重 18g

有能力学生可以选择图 1.2 所示流程图进行说明补充。

六、数据的记录与处理

因其他试剂过量，所以理论产量应按正丁醇计算。0.2mol 正丁醇能产生 0.2mol（即 0.2×137g=27.4g）正溴丁烷。

百分产率=18/27.4×100%=66%

七、实验结果与分析

醇能与硫酸生成𨭱盐，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，这可能是副反应产生的溴所致（分析何种因素影响产率，也可以回答思考题）。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。

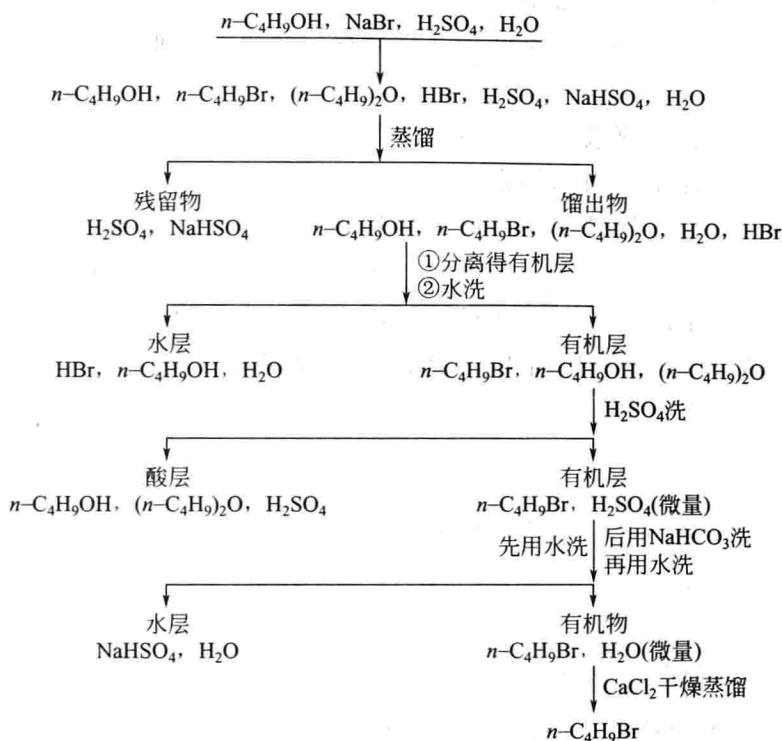


图 1.2 实验流程图

蒸去正溴丁烷后，烧瓶冷却析出的结晶是硫酸氢钠。

八、实验总结与体会

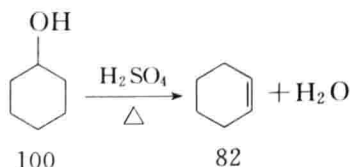
由于操作时疏忽大意，反应开始前忘加沸石，使回流不正常。停止加热稍冷后，再加沸石继续回流，致使操作时间延长。这点今后要引起注意。

1.3.4 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

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

例：用 20g 环己醇和催化剂硫酸一起加热时，可得到 12g 环己烯，试计算它的百分产率。



相对分子质量

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

$$\frac{12}{16.4} \times 100\% = 73\%$$

在有机化学实验中，产率通常不可能达到理论值，这是由于存在下面一些因素的影响。

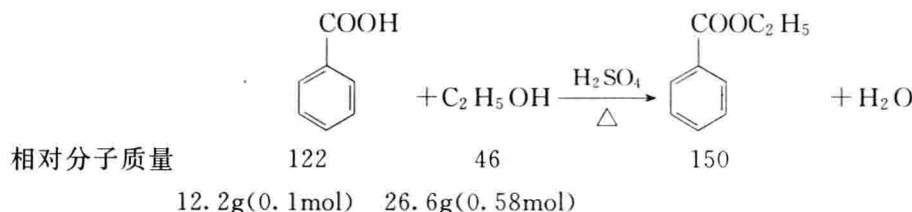
(1) 可逆反应。在一定的实验条件下，化学反应建立了平衡，反应物不可能完全转化成产物。

(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的。下面是计算产率的一个实例。

用 12.2g 苯甲酸、35mL 乙醇和 4mL 浓硫酸一起回流，制得苯甲酸乙酯 12g。其中，浓硫酸用作该酯化反应的催化剂。



从反应方程式中各物料的物质质量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。0.1mol 苯甲酸理论上应产生 0.1mol 即 $0.1 \times 150\text{g} = 15\text{g}$ 苯甲酸乙酯。百分产率为

$$\frac{12}{15} \times 100\% = 80\%$$