



“十二五”普通高等教育本科国家级规划教材

有机化学实验

第二版

孔祥文 主编

贾宏敏 王 鹏 吕 丹 副主编



化学工业出版社

062-33
49-2
C11-4



“十二五”普通高等教育本科国家级规划教材

有机化学实验

第二版

孔祥文 主编

贾宏敏 王 鹏 吕 丹 副主编



化学工业出版社

· 北 京 ·

《有机化学实验》(第二版)是“十二五”普通高等教育本科国家级规划教材,全书共5章,分别为有机化学实验的基础知识、基本操作、有机化合物的制备与鉴定、研究性、设计性和开放性实验等,共列入52个实验。为切实提高学生的操作能力,本书第2章在每类基本操作后都给出具体实验进行操作练习。

《有机化学实验》(第二版)可作为高等院校化学、应用化学、化工、轻工、石油、纺织、材料、药学、环境、生物、食品、制药、安全、高分子、林产、冶金、农学等专业的教材,也可作为其他相关专业的教学用书或参考书,亦可作为相关行业工程技术人员的参考书。

图书在版编目(CIP)数据

有机化学实验/孔祥文主编. —2版. —北京:
化学工业出版社, 2018. 8
“十二五”普通高等教育本科国家级规划教材
ISBN 978-7-122-32257-9

I. ①有… II. ①孔… 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(2018)第110622号

责任编辑:宋林青 金 杰
责任校对:王 静

文字编辑:刘志茹
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:北京京华铭诚工贸有限公司

装 订:北京瑞隆泰达装订有限公司

787mm×1092mm 1/16 印张9½ 字数232千字 2018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:28.00元

版权所有 违者必究

前 言

本书是“十二五”普通高等教育本科国家级规划教材，曾获中国石油和化学工业出版社奖（教材奖）一等奖，是辽宁省级《有机化学》精品课程的配套教材和辽宁省教育科学“十二五”规划立项课题（JG14DB334）的研究成果之一。其第一版以鲜明的特色得到了高校师生的广泛认可，先后有多所高校采用本书作为教材，在短短的几年时间内多次印刷。在使用本书过程中，广大师生提出了许多宝贵的意见和建议，又鉴于近年来有机化学学科不断取得新的发展，教学改革与实践不断深入，因此有必要对本书进行修订，以求更加完善。

在保留第一版特色的同时，对原书进行了较大范围的修订，主要体现在以下几个方面。

（1）第3章增补了“实验32 邻苯二甲酸二丁酯的制备”，除了学习邻苯二甲酸二丁酯的制备原理和方法外，还将回流、减压蒸馏、分水器的装置和操作等集中训练，培养学生的综合实践能力。实验33既可了解乳液聚合原理及特点，又可熟悉聚合物乳胶的制备方法。

（2）多步骤有机合成中，将合成的产物再做原料，经过多种不同的反应过程和手段转化为新的产品，可以激发学生的学习兴趣，使学生掌握各类有机反应机理，各类官能团的相互转化方法，全面了解有机化合物的内在关系，提高学生独立应用、独立实验的能力。本书第3章增加了多步连续的合成实验，分别是己内酰胺的合成（包括环己酮、环己酮肟和己内酰胺三部分）、局麻药对氨基苯甲酸乙酯的合成（包括对甲基乙酰苯胺、对乙酰氨基苯甲酸、对氨基苯甲酸、对氨基苯甲酸乙酯四部分）。

（3）开放性创新实验是以问题为基础的研究性实验。本书第5章增加了“实验47 2-庚酮的制备”，旨在面向本科生开放，推进以问题为核心的课外探究性实践性学习，激发学生的学习兴趣及研究问题的主动性。

本书可作为高等院校化学、应用化学、化工、轻工、石油、纺织、材料、药学、环境、生物、食品、制药、安全、高分子、林产、冶金、农学等专业教材，也可作为其他相关专业的教学用书或参考书，亦可作为相关行业工程技术人员的参考用书。

本书由孔祥文任主编，贾宏敏、王鹏、吕丹任副主编。参加修订和增补的人员有：沈阳化工大学的孔祥文、由立新、于秀兰、崔天放、王晓丹、滕雅娣、盛永刚、任保轶；辽宁科技大学的贾宏敏、朱珮珣、吕仁刚；山东科技大学的王鹏、王翠珍；沈阳工业大学的吕丹。

在本书修订和增补过程中，我们参阅了国内外的教材和专著，在此对相关作者表示感谢。对使用本书，对本书提出过意见和建议的师生表示感谢。化学工业出版社的编辑对本书的修订给予了大力支持和帮助，在此致以衷心的感谢。

限于编者水平，书中不妥之处在所难免，衷心希望各位专家和使用本书的师生予以批评指正，在此我们致以最真诚的感谢。

编 者

2018年3月

第一版前言

精品课程建设是提高教学质量和培养人才的重要途径。我们从建设高水平师资队伍、更新教学理念、改革教学方法、优化课程内容、加强立体化教材建设和实验室建设等方面对《有机化学》精品课程建设进行了积极的探索与实践，取得了良好的教学效果。本书是辽宁省《有机化学》精品课程建设项目和辽宁省教育科学“十一五”规划立项课题“高校精品课程建设的理论与实践研究(JG09DB112)”的研究成果之一。

本教材旨在通过精选内容、强化操作，使学生掌握一般有机化合物的合成、分离和鉴定的方法，加深对有机化学基本理论、有机化合物性质及变化规律的理解，掌握有机化学实验的基本操作和基本技能，培养学生严谨的科学态度、分析和解决实际问题的能力。

本教材按有机化学实验基础知识、基本操作，综合性、研究性、设计性和开放性实验等部分编写。有机化学实验教学内容改革是精品课程建设的重点和难点，它应以培养具有创新意识和创新精神的高级专门人才为目标和要求，强化经典理论，突出现代前沿。在有机化学实验教学中，应密切联系高新技术领域内最前沿的主题，传递高新技术创新与发展的最新信息；开设综合性、设计性和研究型实验内容，从而有效地激发学生的创新欲望和献身科技的精神，培养学生的创新精神、创新能力；注意将绿色化学的基本理念融入有机化学实验教学中，让学生了解和认识绿色化学，树立绿色意识，紧跟时代前进的步伐，与时俱进。

本教材还精选多篇阅读材料，内容丰富，题材广泛，对提高学生的学习兴趣、培养学生的创新精神和实践能力、促进学生全面发展有着极其重要的作用。

本书既可作为高等工科院校的化学、应用化学、化工、材料、环境、生物、食品、制药、安全、高分子等本科专业的教材，也可作为其他相关专业的教学用书或参考书。

本书由孔祥文教授任主编，负责制定编写大纲、统稿和定稿。参加编写的有：沈阳化工大学的由立新、于秀兰、崔天放、王晓丹、滕雅娣、盛永刚、任保轶；辽宁科技大学的贾宏敏、朱珮珣、吕仁刚、雷芑；辽宁石油化工大学的陈平、吴爽、丛玉凤、高肖汉、刘春生、张晓丽；辽宁工业大学的吴红梅。

在本书编写过程中，我们参阅了国内外的教材和专著，化学工业出版社的编辑对本书的编写给予了大力支持和帮助，在此特致以衷心的感谢。

限于编者的水平，疏漏和不妥之处在所难免，衷心希望各位专家和使用本书的师生予以批评指正，在此我们致以最真诚的感谢！

编者

2011年5月

目 录

第 1 章 有机化学实验的基础知识	1
1.1 有机化学实验室守则	1
1.2 实验事故的预防和处理	1
1.2.1 防火、防爆	1
1.2.2 意外事故（紧急）处理	2
1.2.3 三废处理措施	3
1.3 实验预习、实验记录和实验报告	4
1.3.1 实验预习和实验记录	4
1.3.2 实验报告	7
1.4 有机化学实验室常用仪器、装置和设备	9
1.4.1 玻璃仪器	9
1.4.2 常用有机化学实验装置	10
1.4.3 常用设备	13
1.5 玻璃仪器的洗涤、干燥和保养	15
1.5.1 玻璃仪器的洗涤	15
1.5.2 玻璃仪器的干燥	15
1.5.3 玻璃仪器的保养	16
1.6 有机化合物的结构表征与纯度鉴定常用方法	16
1.6.1 化学方法表征有机化合物的结构	16
1.6.2 物理方法表征化合物的结构	16
1.6.3 有机化合物纯度鉴定常用方法	23
【阅读材料】核磁共振技术的新发展	24
第 2 章 有机化学实验的基本操作	26
2.1 简单玻璃工操作	26
2.1.1 煤气灯的使用	26
2.1.2 玻璃工操作	27
实验 1 简单玻璃工操作	28
2.2 熔点测定及温度计校正	29
2.2.1 基本原理	29
2.2.2 测定方法	29
实验 2 熔点测定及温度计校正	32
2.3 沸点的测定	33
2.3.1 基本原理	33
2.3.2 微量法测定沸点的装置	33
2.3.3 测定方法	33
实验 3 沸点的测定	33
2.4 常压蒸馏	34

2.4.1	基本原理	34
2.4.2	实验装置	35
2.4.3	操作方法	35
实验4	常压蒸馏及沸点的测定	36
2.5	分馏	37
2.5.1	基本原理	37
2.5.2	分馏装置	37
2.5.3	分馏操作	37
实验5	分馏	38
2.6	水蒸气蒸馏	38
2.6.1	基本原理	38
2.6.2	水蒸气蒸馏装置	39
2.6.3	水蒸气蒸馏操作	39
实验6	水蒸气蒸馏	40
2.7	减压蒸馏	41
2.7.1	基本原理	41
2.7.2	减压蒸馏装置	41
2.7.3	减压蒸馏操作	43
实验7	减压蒸馏	44
2.8	萃取	44
2.8.1	基本原理	45
2.8.2	操作	45
实验8	从茶叶中萃取咖啡因	47
2.9	干燥	48
2.9.1	基本原理	48
2.9.2	固体的干燥	49
2.9.3	液体的干燥	50
2.9.4	气体的干燥	51
2.10	重结晶	52
2.10.1	基本原理	52
2.10.2	重结晶装置与操作	52
实验9	乙酰苯胺的重结晶	53
2.11	升华	54
2.11.1	基本原理	54
2.11.2	升华操作方法	55
实验10	樟脑的常压升华	56
2.12	薄层色谱	57
2.12.1	基本原理	57
2.12.2	操作步骤	58
实验11	对硝基苯胺和邻硝基苯胺的薄层色谱分析	59
实验12	甲基橙和荧光黄的分离鉴定	60
2.13	柱色谱	61

2.13.1 基本原理	61
2.13.2 吸附剂和洗脱剂	61
2.13.3 柱色谱操作	62
实验 13 柱色谱分离植物色素	63
2.14 纸色谱	64
实验 14 氨基酸的纸色谱	64
2.15 折射率	66
实验 15 折射率的测定	66
【阅读材料】 中药提取新技术在实际生产中的应用	69
第 3 章 有机物的制备与鉴定	72
实验 16 环己烯的制备及产品分析	72
实验 17 正溴丁烷的制备及产品的分析检测	73
实验 18 乙酸正丁酯的制备及纯度检测	75
实验 19 肉桂酸的制备	76
实验 20 乙酰苯胺的制备及纯度检测	78
实验 21 苯甲醇和苯甲酸的制备	80
实验 22 3-丁酮酸乙酯的制备	82
实验 23 甲基橙的制备	83
实验 24 甲基叔丁基醚的制备	85
实验 25 季铵盐的制备	86
实验 26 环己醇的制备	87
实验 27 7,7-二氯双环 [4.1.0] 庚烷的制备	88
实验 28 黄连中黄连素的提取及紫外光谱分析	90
实验 29 无水乙醇及绝对无水乙醇的制备	92
实验 30 阿司匹林的制备	94
实验 31 苯甲酸乙酯的制备	96
实验 32 邻苯二甲酸二正丁酯的制备	98
实验 33 乙酸乙烯酯的乳液聚合	100
实验 34 对甲基乙酰苯胺的制备	101
实验 35 对氨基苯甲酸的制备	102
实验 36 对氨基苯甲酸乙酯的制备	104
实验 37 环己酮的制备	105
实验 38 环己酮肟的制备	106
实验 39 己内酰胺的制备	108
第 4 章 研究性、设计性实验	110
实验 40 无机离子显色剂 7-(4-安替吡啉偶氮)-8-羟基喹啉合成及与铜的显色反应	110
实验 41 三组分(环己醇、苯酚、苯甲酸)的分离	112
实验 42 阳离子/非离子二元表面活性剂复配体系对 3,4-二羟基苯基荧光酮与钼(VI)显色 反应的增敏性能研究	114
实验 43 人工合成香料——乙酸苄酯的制备	116

实验 44	多酸催化乙酸酯类化合物的制备研究	117
实验 45	反丁烯二酸的制备研究	118
实验 46	油田水缓蚀剂的制备与评价	119
【阅读材料】	莫瓦桑的故事	121
第 5 章	开放性实验	123
实验 47	2-庚酮的制备	123
实验 48	植物生长调节剂的合成研究	124
实验 49	己二酸绿色合成方法的探索	125
实验 50	用水作溶剂合成内消旋 3,3'-二吡咯戊烷的方法	126
实验 51	微波作用下 2-甲基苯并咪唑的合成	128
实验 52	对氨基苯磺酸的微型合成实验	129
【阅读材料】	利用化工节能新技术实现多晶硅绿色制造	131
附录		134
附录 1	常用元素的原子量	134
附录 2	常见的二元共沸物的组成	134
附录 3	常见的三元共沸物组成表	135
附录 4	常用酸和碱的性质	135
附录 5	常用酸碱溶液的相对密度及组成	135
附录 6	常见有机物的物理常数	137
附录 7	常见有机化合物的毒性	139
附录 8	各种气体和蒸气在空气中的爆炸极限	140
附录 9	有机化学实验常用资料文献与网络资源	140
主要参考文献		142

第 1 章 有机化学实验的基础知识

1.1 有机化学实验室守则

为保证有机化学实验课正常、有效、安全的进行，保证实验课的教学质量，培养良好的实验习惯，学生必须遵守下列守则。

(1) 实验前

进行有机化学实验之前，必须认真阅读理论教学相关内容及参考资料，完成实验预习，按要求写好实验预习报告，方可进行实验。没有达到预习要求者，不得进行实验。

(2) 实验中

进入实验室应熟悉实验室环境，清楚水、电、气总阀门位置，灭火器材的放置地点和使用方法。实验前应清点仪器，如发现有破损或缺少应向指导教师报告，并按规定补领。正确安装实验装置，经指导教师检查合格后，方可开始实验。在操作前，应明确每一步操作的目的、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。

实验时保持安静，遵守实验纪律，不得擅自离开。严禁在实验室内吸烟和进食。实验中严格按操作规程操作，变更实验内容必须经指导教师同意，方可改变。实验中要认真操作、仔细观察实验现象，如实做好记录并不得涂改。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。

在实验过程中保持实验室的整洁，注意节约水、电、煤气。公用器材用完后应放回原处，并保持原样。药品用完后，应及时将盖子盖好。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。废液应倒在指定容器内（易燃液体除外），固体废物应倒在垃圾桶内，不得丢入水槽，以免堵塞下水道。

(3) 实验后

实验完毕后，将个人实验台面打扫干净，玻璃仪器洗净后放回原处。请指导老师检查、签字后方可离开实验室。值日生负责整理公用器材，打扫实验室，关闭水、电、煤气总阀，经指导教师同意后才能离开。

1.2 实验事故的预防和处理

1.2.1 防火、防爆

有机化学实验中使用的有机试剂和溶剂大多都易燃、易爆。着火是有机化学实验室经常发生的事故之一，为了防止着火，实验中应注意以下几点。

① 易燃、易挥发的化学药品不能用敞口容器加热和放置。

② 尽量防止或减少易燃物气体的外逸，从蒸馏装置接收瓶出来的尾气出口应远离火源。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，但与水发生剧烈反应者除外。

④ 实验室不得存放大量易燃、易挥发性物质。装有易燃液体的容器周围不得有明火。

⑤ 有煤气的实验室，应经常检查管道和阀门是否漏气。

⑥ 点燃酒精灯后，不得擅离岗位，离开前必须熄灭灯火。

⑦ 蒸馏乙醚、酒精、石油醚、苯等沸点低于 80°C 的液体时，应采用水浴，不能用明火直接加热。

⑧ 使用油浴时应防止冷水溅入而引起爆溅，发生灼伤或引起火灾。

一旦发生着火，应沉着冷静地及时采取正确措施，防止事故的扩大。第一，立即熄灭附近所有火源，切断电源，移开未着火的易燃物。第二，根据易燃物的性质和火势采取适当的方法进行扑救。有机物着火不能用水浇，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；油类着火，要用沙子或灭火器灭火，或者撒上干燥的碳酸氢钠粉末；电器着火，应切断电源，然后用二氧化碳灭火器灭火，但不能使用泡沫灭火器，因为泡沫可导电，有漏电危险；钾、钠着火不可用水灭火，否则会加剧火情，应用干燥的细沙覆盖灭火。小火可用湿布、石棉布或者黄沙盖熄；火势较大时，应用灭火器灭火。

实验室常用的灭火器有二氧化碳、四氯化碳、干粉及泡沫等灭火器。干粉灭火器可扑灭一般火灾，还可扑灭油、气等燃烧引起的火灾；二氧化碳灭火器可用于油脂、电器及较贵重的仪器着火。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。不管采用哪一种灭火器，都是从火的周围开始向中心扑灭。

在有机化学实验室中，发生爆炸事故一般有两种情况。一是某些化合物容易发生爆炸。如重金属乙炔化物、过氧化物、芳香族多硝基化合物等，在受热或撞击时均会发生爆炸。另外，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。还有，醚类和汽油类的蒸气与空气相混时，容易引起爆炸。二是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 实验装置切勿造成密闭体系，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。反应过于剧烈时，应严格控制加料速度和反应温度，必要时采用冷却措施，使反应平缓进行。

③ 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进行实验。

④ 蒸馏时不能将液体蒸干，以免局部过热或产生过氧化物而发生爆炸。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。

1.2.2 意外事故（紧急）处理

(1) 防中毒

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以下几点。

① 称量药品时不得直接用手接触,必须戴橡皮手套,操作后立即洗手。任何药品不得入口。

② 使用和处理有毒或腐蚀性物质时,应在通风橱中进行,尽可能避免蒸气外逸,并戴好防护用品。

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。

(2) 防灼伤

皮肤接触了高温、低温或腐蚀性物质(如强酸、强碱等)后均可能被灼伤。为避免灼伤,在接触这些物质时,应戴上橡胶手套和防护眼镜。一旦发生灼伤时应按下列要求处理。

① 碱灼伤:先用大量的水冲洗,再用1%~2%的乙酸溶液冲洗,然后再用水冲洗,最后涂上烫伤膏。

② 酸灼伤:先用大量的水冲洗,然后用5%的碳酸氢钠溶液清洗,最后涂上烫伤膏。

③ 被热水烫伤后一般在患处涂上红花油,然后擦烫伤膏。

④ 眼睛被药品灼伤时,应立即用大量的水冲洗,并及时去医院治疗。

(3) 防割伤

有机化学实验中主要使用玻璃仪器。为避免割伤,应注意以下几点。

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,应用水、甘油等润滑后,逐渐旋转插入。

② 用铁架台固定玻璃仪器时,用力要适度,以防玻璃破裂,割伤皮肤。

③ 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熔或用砂轮打磨,使其呈圆滑状。

发生割伤后,应将伤口处的玻璃碎片取出,挤出污血后用生理盐水将伤口洗净,涂上红药水,用纱布包好伤口。若伤口较深、流血不止时,应在伤口上方约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%乙酸溶液、饱和硼酸溶液、5%碳酸氢钠溶液、2%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、创可贴等急救用具。

1.2.3 三废处理措施

有机化学实验教学不仅要训练并提高学生的实验操作技能,更要培养学生的科学实验方法。有机化学实验中常常用到种类繁多的毒害性大、易挥发的有机物,产生毒性较大且对环境污染严重的废气、废液、废渣。如果不引起重视或处理不当,不仅会影响人体健康,还会对环境产生污染。

(1) 废气处理

废气的处理可以用适当的液体吸收剂来进行。常用的液体有水、酸性溶液、碱性溶液、氧化剂和有机液体,可以净化 SO_2 、 NO_2 、 HCl 、 Cl_2 、 NH_3 、汞蒸气、酸雾和有机蒸气等。另外,可以用活性炭、浸渍活性氧化铝、分子筛等固体吸收剂来净化废气中低浓度的污染物质,如芳香烃、甲醇、乙醇、甲醛、氯仿、四氯化碳、胺类物质,以及 CO 、 CO_2 、 H_2S 等。

(2) 废水(液)处理

对于酸含量小于 5% 的酸性废水或碱含量小于 3% 的碱性废水, 可采用浓度相当的碱或酸进行中和处理。含酚废水可采用二甲苯通过萃取法进行处理。对于可燃燃烧的废液, 且燃烧时不产生有毒气体, 又不造成危险, 可采用燃烧方法。另外, 对废水中溶解的有机物可通过氧化还原法处理, 如漂白粉可处理含酚废水; FeSO_4 可用于除去废水中的汞。

(3) 废渣处理

废渣主要采用掩埋法处理。有毒废渣需先进行化学处理后深埋在远离居民区的指定地点, 以免污染地下水。

另外, 对于难以处理的有害废物可报送环保部门进行统一处理。

1.3 实验预习、实验记录和实验报告

有机化学实验是一门综合性较强的理论联系实际的课程, 是培养学生独立工作能力的重要环节。正确、完整地实验预习、实验记录和实验报告, 也是一次很好的训练过程。

1.3.1 实验预习和实验记录

(1) 实验预习

实验预习是有机化学实验的重要环节, 对实验成功与否、收获大小起着十分关键的作用。预习时要反复阅读实验相关内容, 领会实验原理, 了解实验步骤和注意事项。一般来说, 实验预习的具体内容包括以下几方面。

- 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: 写出主反应和副反应, 并简单叙述操作原理。
 - ③ 主要试剂及产物的物理常数。
 - ④ 实验用的仪器及药品: 规格、型号、用量, 过量原料的过量百分数, 计算理论产量。
 - ⑤ 画出主要反应的仪器装置图, 并标明仪器名称。
 - ⑥ 本次实验所涉及的相关单元操作内容; 反应及产品纯化过程的流程图。
 - ⑦ 关键操作步骤与难点, 实验过程中的安全问题。
- 以 1-溴丁烷的制备为例, 实验预习格式如下。

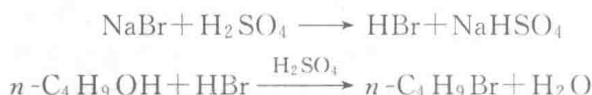
1-溴丁烷的制备

【实验目的】

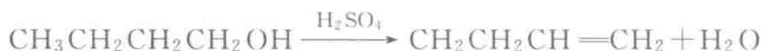
- (1) 了解从正丁醇制备 1-溴丁烷的原理及方法;
- (2) 初步掌握回流、气体吸收装置及分液漏斗的使用。

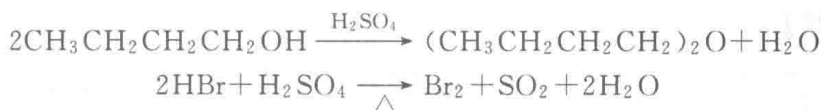
【实验原理】

主反应:



副反应:

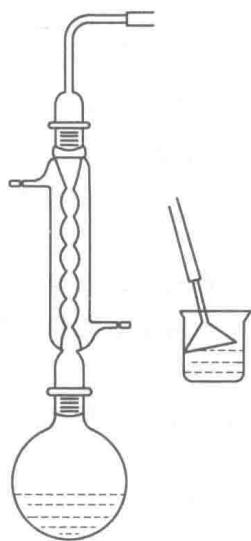


**【主要试剂及产物的物理常数】**

名称	分子量	相对密度	熔点/℃	沸点/℃	溶解度 (g/100mL 溶剂)
正丁醇	74	0.81	-89.5	117.2	水中 7.9
溴化钠	103				水中 79.5(0℃)
硫酸	98	1.83	10.38	340(分解)	水中 ∞
1-溴丁烷	137	1.28	-112.4	101.6	水中不溶

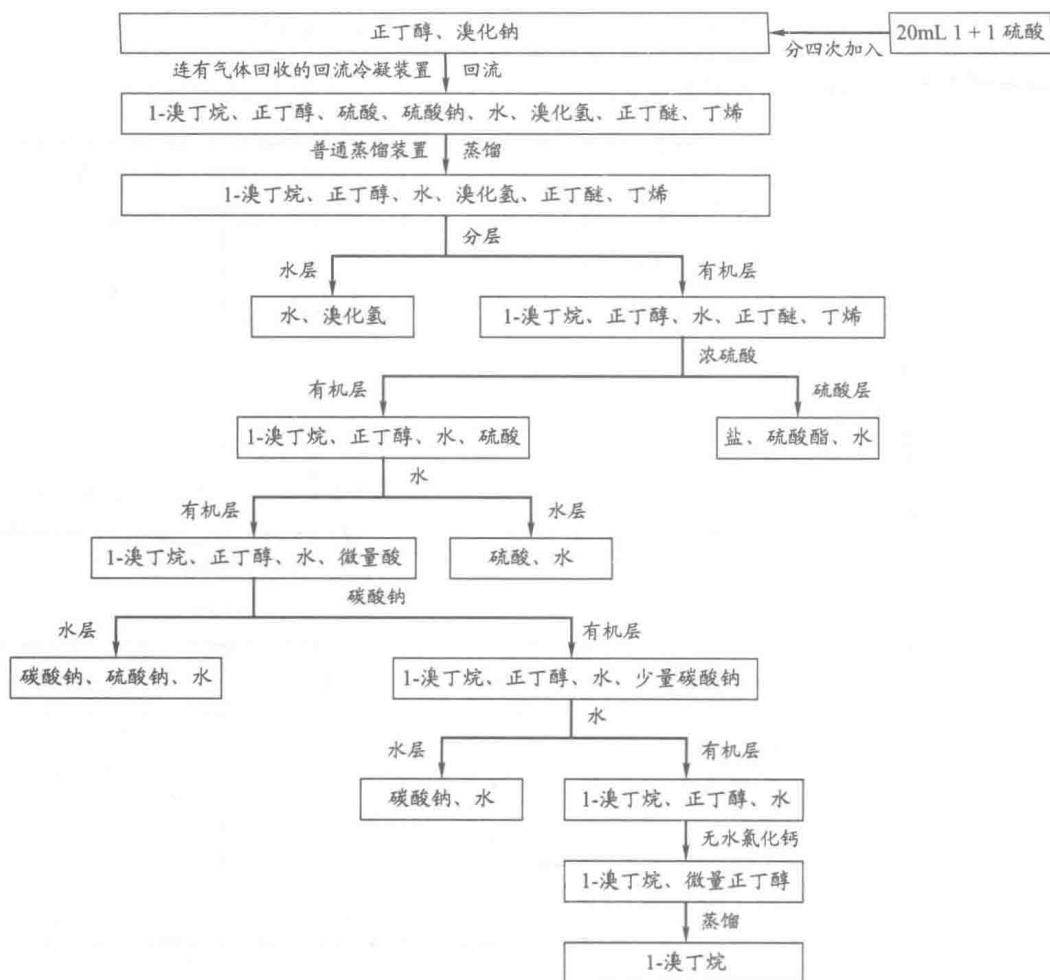
【计算】

名称	实际用量	理论用量	过量	理论产量
正丁醇	6.2mL (5g, 0.068mol)			
溴化钠	8.3g(0.08mol)	0.068mol	18%	
硫酸	10mL(0.18mol)	0.068mol	165%	
1-溴丁烷		0.068mol		9.32g

【实验装置图】

连有气体回收装置的回流冷凝装置

【实验流程】



【实验步骤】

1. 投料

50mL 圆底烧瓶中加 6.2mL 正丁醇、8.3g 溴化钠和 1~2 粒沸石。小锥形瓶内加入 10mL 水，边振荡边加入 10mL 浓硫酸。安装冷凝管，将稀释的硫酸从冷凝管上端加入烧瓶，充分振荡，混合均匀（硫酸在反应中与溴化钠作用生成氢溴酸，氢溴酸与正丁醇作用发生取代反应生成 1-溴丁烷。硫酸用量和浓度过大，会加快副反应进行；若硫酸用量和浓度过小，不利于主反应的发生，即氢溴酸和 1-溴丁烷的生成）。

2. 加热回流

以电加热套加热至沸腾，调整加热套电压，以保持沸腾而又平稳回流，并不时加以摇动烧瓶促使反应完成，反应约 30min（注意调整距离和摇动烧瓶的操作）。

3. 分离粗产物

待反应液冷却后，改回流装置为蒸馏装置（用直形冷凝管冷凝），蒸出粗产物（注意判断粗产物是否蒸完）。

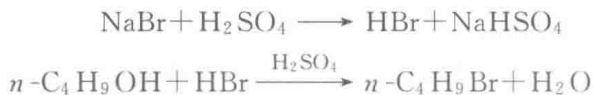
4. 洗涤粗产物

将馏出液移至分液漏斗中，静置分层后，将产物转入另一干燥的分液漏斗中，用 3mL 浓硫酸洗涤，除去粗产物中少量未反应的正丁醇及副产物正丁醚、1-丁烯、2-丁烯，尽量分去硫酸层（下层）。有机相依次用 10mL 水（除硫酸）、5mL 10% 碳酸钠溶液（中和未除尽

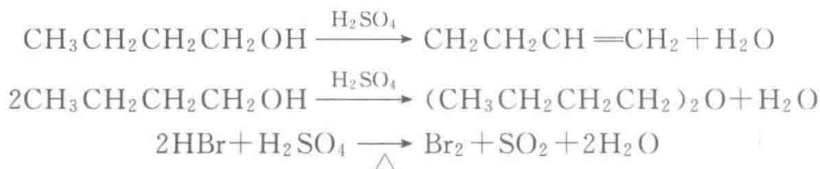
(2) 初步掌握回流、气体吸收装置及分液漏斗的使用。

【实验原理】

主反应：



副反应：



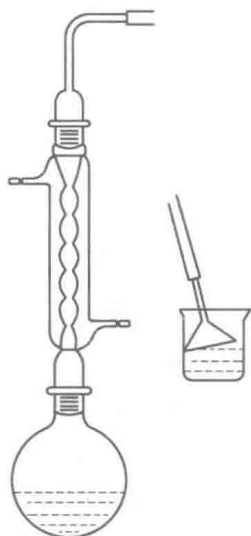
【主要试剂及产物的物理常数】

名称	分子量	相对密度	熔点/℃	沸点/℃	溶解度 (g/100mL 溶剂)
正丁醇	74	0.81	-89.5	117.2	水中 7.9
溴化钠	103				水中 79.5(0℃)
硫酸	98	1.83	10.38	340(分解)	水中 ∞
1-溴丁烷	137	1.28	-112.4	101.6	水中不溶

【主要试剂规格及用量】

正丁醇 6.2mL (5g, 0.068mol), 溴化钠 (无水) 8.3g (0.08mol), 浓硫酸 ($d = 1.84$) 10mL (0.18mol), 10% 碳酸钠水溶液, 无水氯化钙。

【实验装置图】



【实验步骤及现象】

时间	步 骤	现 象
9:00	50mL 圆底瓶中加 6.2mL 正丁醇、8.3g 溴化钠和 1~2 粒沸石	NaBr 部分溶解
9:15	小锥形瓶内加入 10mL 水, 边振荡边加入 10mL 浓硫酸	放热