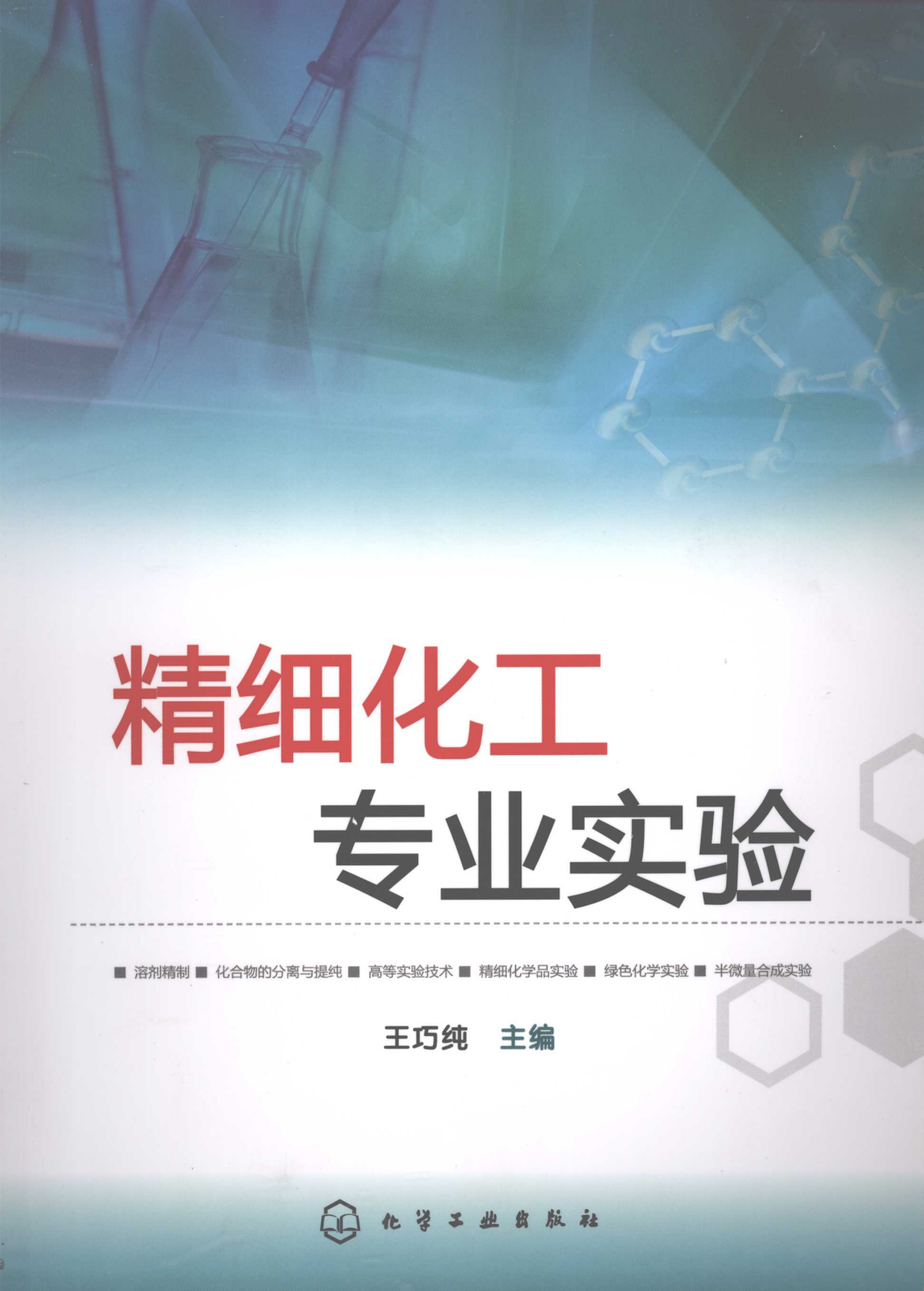




精细化工 专业实验

■ 溶剂精制 ■ 化合物的分离与提纯 ■ 高等实验技术 ■ 精细化学品实验 ■ 绿色化学实验 ■ 半微量合成实验

王巧纯 主编



化学工业出版社

精细化工 专业实验

王巧纯 主编



化学工业出版社

· 北京 ·

本书系统地介绍了精细有机合成所涉及的方法和技术,从溶剂的精制,到精细化工产品的合成与提纯,到近年来日渐被广泛采用的一些高等实验技术(如无水无氧、低温、催化氢化、光化学等合成技术),以及半微量实验、绿色化学实验等,对培养本专业学生良好的科研动手能力有很大帮助。

本书在介绍染料、助剂、表面活性剂等常规精细化学品合成实验技术的基础上,还引入一些新的功能材料,特别是信息记录材料如光盘染料、光致变色染料的合成,既可以让了解更前沿的知识,也提高学生对实验内容的兴趣。

本书除作为高等院校精细化工专业教材外,还可供化学化工相关专业的师生以及从事精细化工领域工作的科技人员参考。

图书在版编目(CIP)数据

精细化工专业实验/王巧纯主编. —北京:化学工业出版社, 2008. 3
ISBN 978-7-122-02207-3

I. 精… II. 王… III. 精细化工-化学实验
IV. TQ062-33

中国版本图书馆 CIP 数据核字 (2008) 第 023453 号

责任编辑:路金辉 傅聪智
责任校对:宋 夏

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 装:北京云浩印刷有限责任公司

720mm×1000mm 1/16 印张9¼ 字数199千字 2008年4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: 20.00 元

版权所有 违者必究

前言

第 8 章
R S 平 8005

本书是精细化工专业的实验教材，目的是为了更好地提高学生的实验操作技能和增强对精细化学品的了解。在许多精细化工专业实验教材中，大多围绕精细化工合成单元反应和传统精细化学品的制备进行实验操作技能培训，这样的培训模式虽然能够增强学生对精细化工的基本面的了解、提高学生的基本实验技能，但是这样的培训模式已经越来越不适应精细化工日益发展的需求。首先，精细化工已经从原来的染料、颜料、化妆品、香料、医药、农药、助剂等领域逐渐渗透到国民经济的各个领域，精细化学品层出不穷，甚至与环境科学、生命科学、情报技术、军事等息息相关，也与人们的日常生活越来越密切，因此引入和介绍相应的新的功能性材料的合成就显得很有必要，既可以使学生更全面地了解精细化工的特点，也能够让他们走出学校后能够适应精细化工行业发展的需求，增加解决实际问题的能力。其次，随着社会的发展和教育水平的提高，有越来越多的本科生直接进入研究生阶段进行深造，这部分学生，不但要求他们的基础实验技能扎实，更要求他们较好地掌握高等实验技能，以便让他们较快地适应研究生阶段的科研工作。

本书系统地介绍了精细有机合成所涉及的方法和技术，从溶剂的精制，到精细化工产品的合成以及提纯，到近年来日渐被广泛采用的一些高等实验技术，如无水无氧、低温、催化氢化、光化学等合成技术，以及半微量实验、绿色化学实验等，从而培养本专业学生良好的科研动手能力。

本书在介绍染料、助剂、表面活性剂的基础上，还引入一些新的功能材料，特别是信息记录材料如光盘染料、光致变色染料的合成，既可以让了解更前沿的知识，也可提高学生对实验内容的兴趣。

本教材所列实验看似相互独立，实际上有相当一部分具有连贯性，如偶氮染料甲基橙合成后，可用于光催化降解实验；无氧条件下制备的二茂铁可用于乙酰二茂铁的制备等。适当地选取相应的实验既可以节省实验材料，也可以让学生体验精细化学品多步合成的魅力。

本书除作为高等学校精细化工专业教材外，还可供化学化工相关专业的师生以及从事精细化工领域工作的科技人员参考。

本书集中了华东理工大学精细化工研究所各科研小组的科研和实践经验。光化学实验部分由陈锋副教授编写；洗涤剂复配实验由薛仲华教授编写；辐射化学实验

限于编者的水平和精力，书中难免存在疏漏、欠缺，期望读者和专家给予指正。

2008 年 2 月

目 录

实验室守则

实验室注意事项

实验室常见事故及处理

实验室急救措施

实验预习、实验记录和实验报告

第一部分 溶剂的精制

- 实验一 无水乙醚的精制 10
- 实验二 N,N -二甲基甲酰胺的精制 13
- 实验三 绝对乙醇的制备 15

第二部分 化合物的分离与提纯

- 实验四 柱色谱——乙酰二茂铁的合成和色谱分离 20
- 实验五 薄层色谱——染料的分离和鉴别 23

第三部分 高等实验技术

- 实验六 无氧操作——二茂铁的合成 27
- 实验七 无氧操作——4-甲基联苯的合成 33
- 实验八 无水操作——1,6-己二醇的制备 37
- 实验九 手套箱操作——铝基离子液体的合成 40
- 实验十 低温操作——苯硼酸的合成 45
- 实验十一 高压操作——对硝基氯苯的加压水解 49
- 实验十二 反应精馏——乙酸乙酯的制备 52

实验十三	催化氢化——氢化肉桂酸的制备	55
实验十四	辐射化学——聚乙烯膜辐射接枝丙烯酸	59
实验十五	光化学合成——苯频哪醇的制备	62
实验十六	光异构化——偶氮苯的顺反异构	65
实验十七	光催化——甲基橙的催化降解	67
实验十八	手性合成——不对称催化羟醛缩合	69

第四部分 精细化学品实验

实验十九	十二烷基二甲基苄基氯化铵的合成	73
实验二十	甲基橙合成	76
实验二十一	颜料红 254 的合成	78
实验二十二	醋酸乙烯酯乳液聚合	80
实验二十三	肉桂醛的合成	83
实验二十四	液体洗涤剂复配及性能测试	86
实验二十五	抗氧化剂双酚 A 的合成	90
实验二十六	荧光增白剂 ER 的合成	92
实验二十七	光致变色螺吡喃化合物的合成	95
实验二十八	2-甲基噻吩的合成	99
实验二十九	光电功能材料酞菁铁的合成	103
实验三十	CD-R 染料的合成	106

第五部分 绿色化学实验

实验三十一	蒎与马来酸酐的 Diels-Alder 加成	111
实验三十二	苯甲酸正己酯的活性炭催化微波合成	115
实验三十三	水中合成 2,6-二甲基-5-烯基-3-庚醇	118
实验三十四	发酵法制备乙醇	121

第六部分 半微量合成实验

实验三十五	8-羟基喹啉的半微量合成	125
实验三十六	对氨基苯磺酰胺的半微量合成	128
实验三十七	1-溴丁烷的半微量制备	132

附录

附录一	常用有机溶剂的纯化	135
附录二	实验室常用液体有机化合物毒性数据	139
附录三	旋转蒸发仪	141

实验室守则

在实验室中进行有机合成实验，应遵守以下规则。

1. 树立“安全第一”的思想，时刻注意实验室安全。熟悉安全设施及存放位置。
2. 实验前做好一切准备工作，明确试验目的，了解原理、方法和步骤，并写好预习报告交老师检查。
3. 在实验室内不准穿背心、拖鞋或赤脚，实验时应按规定穿着实验服，使用手套、安全眼镜等防护装备。
4. 学生做实验时应严肃认真、耐心细致，听从老师指导，正确操作。严防触电、损坏仪器或其他事故发生。
5. 一切操作均须遵守标准操作程序及实验室负责人的指导，学生要按技术规程操作仪器设备，不懂要求与技术操作者应虚心请教老师。对于与实验无关的仪器，不要擅自使用，不能擅自把仪器拿出实验室。学生损坏仪器要报告老师。
6. 实验中应保持安静、整洁，做到不大声谈笑，不随意走动，不许在实验室内嬉闹。实验时做到桌面、地面、水槽、仪器四净，与实验无关之物品，不要放置实验桌上。火柴梗、纸张、垃圾只能丢到废物缸内，不能丢入水槽，以免堵塞。
7. 严禁在实验室内吸烟、喝饮料、吃东西，不得在实验室内听广播、音乐或进行其他与实验无关的活动。
8. 实验进行中不得擅自离开工作岗位，必要时应向他人说明注意事项才可短暂离开。
9. 发生意外时要镇定，及时采取应急措施。
10. 实验完毕，应把实验数据记录交指导老师审阅，并及时将玻璃仪器洗净放好，把实验台打扫干净，公用仪器、药品放好。负责打扫卫生的值日生打扫完毕最后离开实验室时应负责检查实验室的水、电、煤气是否关闭，并关好门窗。

实验室注意事项

1. 无卷标或卷标不清楚之药剂不得使用。
2. 配制药液必须依规定程序操作，调制强酸、强碱及毒性化学物质，尤应注意安全。
3. 强氧化剂（如盐酸、硝酸、氯酸盐、过氧化物等）不可与强还原剂（如硫、硫化物、甘油等）相混合，稀释浓酸时，应将酸徐徐加入蒸馏水中。
4. 废液必须倒入各实验室之废液回收桶，不得任意倒入水槽或弃置。
5. 实验过程中，对产生有毒气体的操作，必须在通风橱内进行，使用有腐蚀性的试剂时，要带防护手套操作。
6. 禁止对易燃、易挥发性有机试剂直接明火加热。

实验室常见事故及处理

1. 着火

有机化学试剂绝大部分是可燃的，一部分为易燃品。而实验室中最常使用的溶剂则大部分是易燃品且具有较大挥发性。同时，实验室中又要用煤气灯、电炉加热，各种用电器的使用也往往会产生电火花，所以着火燃烧是发生率最高的实验事故。常见的情况有：①在烧杯或蒸发皿等敞口容器中加热有机液体，可燃的蒸气遇明火引起燃烧；②回流或蒸馏操作中未加沸石，引起暴沸，液体冲出瓶外被明火点燃；③用直接火加热装有液体有机物的烧瓶，引起烧瓶破裂，液体迸出并被点燃；④在倾倒或量取有机液体时不小心将液体洒出瓶外并被明火点燃；⑤盛放有机液体的瓶子长期不加盖，蒸气不断挥发出来，由于它比空气重，会下沉流动聚集在地面低洼处，遇到丢弃的未熄灭的火柴头、烟蒂等引起燃烧；⑥将废溶剂等倒入废物缸，其蒸气大量挥发，被明火点燃；⑦在使用金属钠时，不小心使金属钠接触水或潮湿的台面、抹布等引起燃烧。

如果发生了燃烧事故，千万不可惊慌失措。首先要做的是立即关掉煤气开关，切断电源。移开火焰周围的可燃物品，然后根据具体情况作不同处置。若是热溶剂挥发出的蒸气在瓶口处燃烧，可用湿抹布盖熄；若仅有一两滴液体溅在实验台面上燃烧，则移开周围可燃物后，可任其烧完，一般会在一分钟之内自行熄灭而不会烧坏台面；若洒出的液体稍多，可用防火沙、湿抹布或石棉布盖熄；若火势较大，则需用灭火器喷熄；若可燃液体溅在衣服上并引起燃烧，应立即就地躺倒滚动将火压熄，切不可带火奔跑，以免火势扩大。

实验室内灭火应该注意：①一般不可用水去灭火，因为有机物会浮在水面上继续燃烧并随水的流动迅速扩散，只有当着火的有机物极易溶于水，且火势不大时才可用水灭火；②用灭火器灭火对应从火焰的四周向中心扑灭，且电器着火时不可用泡沫灭火器灭火；③金属钾、钠造成的着火事故不可用灭火器扑灭，更不能用水，只能用于沙或石棉布盖熄。若一时不具备这些东西，也可将实验室常用的碳酸钠或

碳酸氢钠固体倒在火焰上将火扑灭。

为了预防实验中可能发生的着火事故，在实验前必须对所用到的试剂、溶剂等有尽可能详尽的了解。一般说来化合物闪点越低，越容易燃烧。如果同时沸点也较低（挥发性大），则使用时更应加倍小心。此外，实验室应经常开窗通风透气，以防止可燃蒸气的聚集，在实验中严格、准确地按规程操作也是必不可少的。只要实验人员懂得药品性能、重视实验安全、集中思想、严格操作，着火事故是可以预防的。

2. 爆炸

有机化学实验中易见的爆炸事故及其发生原因和预防办法如下。

(1) 爆燃。易燃气体或易燃液体的蒸气与空气相混合，处于一定的浓度范围之内，通明火即发生爆炸，这个浓度范围就叫做该气体或液体的爆炸极限。例如乙醚的爆炸极限为 1.85%~48%，在此浓度范围内遇明火会爆炸，超过该浓度时可被明火点燃而平静地燃烧，低于该浓度时不能被明火点燃，也不会爆炸。一般说来，爆炸极限越宽，爆炸的危险就越大。所以在使用氢气、乙炔、环氧乙烷、甲醛等易燃气体或乙醚等液体时，必须保持室内空气流通并熄灭附近的明火。

(2) 在密闭系统中进行放热反应或加热液体而发生爆炸。凡需要加热的或进行放热反应的装置一般都不可密封。

(3) 减压蒸馏时若使用锥形瓶或平底烧瓶作接收瓶或蒸馏瓶，因其平底处不能承受较大的负压而发生爆炸。故减压蒸馏时只允许用圆底瓶、尖底瓶或梨形瓶作接收瓶和蒸馏瓶。

(4) 乙醚、四氢呋喃、二氧六环、共轭多烯等化合物，久置后会产生一定量的过氧化物。在对这些物质进行蒸馏时，过氧化物被浓缩，达到一定浓度时发生爆炸。故在对这些物质蒸馏之前一定要检验并除去其中的过氧化物，而且一般不允许蒸干。

(5) 多硝基化合物、叠氮化合物在较高温度或受到撞击时会自行爆炸，需小心取用，妥善存放；金属钾、钠在遇水时会发生爆炸，在使用时必须避免接触水、湿抹布或湿的仪器、台面等；重氮盐在干燥时会爆炸，需随制随用。如确需作短期存放，应保存在水溶液中；氯酸钾、过氧化物等在遇到较强还原剂时会因剧烈反应而爆炸，故应避免与还原剂混放。

爆炸事故的发生率远低于着火事故，但一旦发生，危害往往十分严重。所以，爆炸危险性较大的实验应在专门的防爆设施（如装有有机玻璃的通风橱）中进行，操作人员必须戴上防爆面罩。一般情况下不允许一个人单独关在实验室里做实验，以免在万一发生事故时无人救援。如果爆炸事故已经发生，应立即将受伤人员撤离现场，并迅速清理爆炸现场以防引发着火、中毒等事故。如果已经引发了其他事故，则按相应的方法处置。

3. 中毒

许多实验室化学药品都有毒性。所谓毒性，主要表现为有机体结构及功能的改变。毒性的概念并不是绝对的，人体中毒的程度取决于许多相互影响的因素，特别重要的是毒物的种类、数量、作用的方式（如吸入、吞咽、皮肤渗入等）、毒物的

物理状态和起增效或附加作用的任何物质的存在。毒害作用又可分为急性毒性和慢性毒性。急性毒性是药品一次进入人体后短时间引起的中毒现象。急性中毒最常用的测量尺度是半致死量，即 LD_{50} ，是将毒物溶解于水或油里，经静脉、皮下或腹腔给药 30 天得到。在许多情况下是对实验动物如大白鼠和小白鼠进行试验得到的数据。在许多情况下，将这些数据转换到人体是不可能的，但作为了解各种化学品对人的相对毒害程度，还是具有一定参考价值。

基于实验室和工业上的经验，并用各种动物进行实验研究作为补充，又经过工业上和化学方面的专家进行广泛研究予以验证，并对接触重要化学试剂及化工产品的工作，制定了一个中毒危险的标准值——工作场所最高浓度。在该浓度下允许每天工作 8 小时持续一周，一个月，必要时一年，而对人的机体不发生明显的毒害。

有机合成实验室中经常接触到的一些毒性较强的液体化合物参见附录二。

实验室急救措施

1. 眼睛的急救

一旦化学试剂溅入眼内，立即到实验室的洗眼器上进行洗眼。如果实验室没有洗眼器，用缓慢的流水彻底进行冲洗。洗涤后把病人送往眼科医院。玻璃屑进入眼睛，绝不要用手揉搓，尽量不要转动眼球，可任其流泪，也不要试图让别人取出碎屑，用纱布包住眼睛后，把伤者送往医院。

2. 烧伤

化学烧伤，立刻用大量水充分洗涤患处。如果是有机化合物灼伤，用乙醇擦去有机物。溴的灼伤除了用乙醇擦至患处不再有黄色时为止，然后再涂上甘油以保持皮肤滋润。酸灼伤，先用大量水冲洗，再用碳酸氢钠溶液或稀氨水擦洗，最后用水洗。碱灼伤先用大量水冲洗，再用1%硼酸或2%醋酸溶液擦洗，最后用水洗。

如果烧伤，立即用冷水冷却。轻度的火烧伤，用冰水冲洗是有效的急救方法。如果皮肤并未破裂，可再涂擦治疗烧伤用药物。当大面积的皮肤表面受到伤害时，可以用湿毛巾冷却，然后用洁净纱布覆盖伤处防止感染。然后立即送医院请医生处理。

3. 割伤

小规模割伤，先将伤口处的玻璃碎片取出，用水洗净伤口，挤出一点血后，再贴上“创可贴”。

若严重割伤，出血多时，必须立即用手指压住或把相应动脉扎住，减缓血液流出，缠上绷带，立即送医院治疗。

4. 烫伤

被火焰、蒸汽、红热的玻璃或铁器等烫伤，立即将伤处用大量水冲洗或浸泡，以迅速降温避免深部烧伤。若起水泡，不宜挑破。对轻微烫伤，可在伤处涂烫伤油膏。严重烫伤必须送医院治疗。

5. 中毒紧急处理

若在试验中感到咽喉灼痛、嘴巴脱色或发绀、胃部痉挛或恶心呕吐、心悸、头晕症状，则可能是中毒引起的。

因口服引起中毒时，可饮温热的1%左右的食盐水，并触及咽后部（把手指放在嘴中）使起呕吐。当中毒者失去知觉，或因溶剂、酸、碱溶液引起中毒时，不要

先使其呕吐。误食碱者，先喝大量水再喝些牛奶。误食酸者，先喝水，再服氢氧化镁乳剂，再喝些牛奶。不要用催吐剂，也不要服用碳酸盐或碳酸氢盐。重金属盐中毒者，喝一杯含有几克硫酸镁的水溶液，立即就医。

因吸入引起中毒时，要把病人立即抬到空气新鲜的地方，让其安静地躺着休息。

实验五 硫酸铜的毒性实验

实验目的：1. 了解硫酸铜的毒性。2. 掌握硫酸铜中毒的急救措施。3. 了解硫酸铜中毒的病理生理。4. 了解硫酸铜中毒的实验室检查。5. 了解硫酸铜中毒的治疗原则。

实验原理：硫酸铜是一种重金属盐，具有毒性。误食硫酸铜后，可引起中毒。中毒的病理生理主要是铜离子对组织的腐蚀作用。中毒的实验室检查包括血液铜含量测定、尿液铜含量测定等。中毒的治疗原则主要是洗胃、导泻、使用解毒剂等。

实验步骤：1. 取少量硫酸铜粉末，加入水中，搅拌均匀。2. 将溶液倒入烧杯中，加入少量水，搅拌均匀。3. 将溶液倒入试管中，加入少量水，搅拌均匀。4. 将溶液倒入培养皿中，加入少量水，搅拌均匀。5. 将溶液倒入培养皿中，加入少量水，搅拌均匀。6. 将溶液倒入培养皿中，加入少量水，搅拌均匀。7. 将溶液倒入培养皿中，加入少量水，搅拌均匀。8. 将溶液倒入培养皿中，加入少量水，搅拌均匀。9. 将溶液倒入培养皿中，加入少量水，搅拌均匀。10. 将溶液倒入培养皿中，加入少量水，搅拌均匀。

实验结果：1. 溶液呈蓝色。2. 溶液具有腐蚀性。3. 溶液具有毒性。4. 溶液具有刺激性。5. 溶液具有刺激性。6. 溶液具有刺激性。7. 溶液具有刺激性。8. 溶液具有刺激性。9. 溶液具有刺激性。10. 溶液具有刺激性。

实验结论：硫酸铜是一种有毒物质，误食后可引起中毒。中毒的病理生理主要是铜离子对组织的腐蚀作用。中毒的实验室检查包括血液铜含量测定、尿液铜含量测定等。中毒的治疗原则主要是洗胃、导泻、使用解毒剂等。

实验总结：通过本次实验，我们了解了硫酸铜的毒性，掌握了硫酸铜中毒的急救措施，了解了硫酸铜中毒的病理生理，了解了硫酸铜中毒的实验室检查，了解了硫酸铜中毒的治疗原则。

实验预习、实验记录和实验报告

1. 预习和预习笔记

为了做好实验、避免事故，在实验前必须对所要做实验有尽可能全面和深入的认识。这些认识包括实验的目的要求，实验原理（化学反应原理和操作原理），实验所用试剂及产物的物理、化学性质及规格用量，实验所用的仪器装置，实验的操作程序和操作要领，实验中可能出现的现象和可能发生的事故等。为此，需要认真阅读实验的有关章节，查阅适当的手册，做出预习笔记。

预习笔记内容包括：

- (1) 实验名称和目的要求；
- (2) 主反应和重要副反应的方程式（配平）；
- (3) 反应物、主要试剂和产物的物理常数包括名称、相对分子质量、性状、折射率、密度、熔点、沸点和溶解度等。这些数据可通过查询手册或辞典并以表格形式列出；
- (4) 主要试剂名称、用量及规格；
- (5) 装置示意图和操作步骤。

2. 实验记录

化学实验室经验中有一点是很重要的，那就是要保存所做每个实验和每个数据的记录。对精细有机合成而言，完整收集和记录的数据、反应现象及结果对于科研和生产的成功有很大帮助。实验过程中应详细记录下实验过程的操作和所观察到的现象，特别重要的是要真实客观地记下对原有规程的改动和事先没有估计到的反常现象。记下颜色变化、气体放出和沉淀生成。监控反应过程所使用的方法如用薄层色谱也必须记录下 R_f 值及展开剂，并注明反应时间。必须强调的是：实验记录必须在实验过程中记录，而不要事后根据记忆做记录。

3. 完成实验报告

实验报告是将实验操作、实验现象及所得各种数据综合归纳、分析提高的过程，是把直接的感性认识提高到理性概念的必要步骤，也是向导师报告、与他人交流及储存备查的手段。在上述预习报告和实验记录的基础上，加上实验的结果和讨论，最后形成实验报告。

(1) 实验结果

产率的计算：由于反应不完全，副产物的产生和操作上的失误等，使产品的实际产量要比理论产量低。理论产量也称为计算量（以克计），是假设参与反应的原料定量地进行主反应所得到的产量。具体计算时要注意反应物的化学计量数并明确哪一种为限量试剂。产率通常是用实际产量和理论产量的百分比表示：

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

(2) 讨论

在实验操作完成之后，对实验进行总结，讨论观察到的现象，分析出现的问题。

第一部分

溶剂的精制

有机化学反应绝大多数都是在溶剂中进行，而绝大部分溶剂当中常含有水分及一些微量杂质，这些物质在一些情况下会严重干扰反应，如在制备格氏试剂或酰氯的反应中若不能保证反应体系充分干燥就得不到预期产物。溶剂的精制是有机化学实验室最常用到的重要操作之一，其目的是除去化合物中存在的少量水分及其他杂质。

实验一 无水乙醚的精制

一、实验目的

学习制备无水乙醚的操作方法及注意事项。

二、实验原理

乙醚沸点 34.51°C ，折射率 1.3526，相对密度 0.71378。市售无水乙醚中常含有少量水。久藏的乙醚常含有少量过氧化物。

乙醚中过氧化物的检验是利用过氧化物氧化碘化钾，生成单质碘，再用淀粉溶液进行显色。除去过氧化物则是利用硫酸亚铁水溶液还原过氧化物而将之除去。水的存在用无水硫酸铜检验。

三、仪器和试剂

试管 2 支；250mL 圆底烧瓶；溶剂球；回流冷凝管；氧气袋；压钠机；电加热套。

浓硫酸；2% 碘化钾溶液；淀粉溶液；二苯甲酮；硫酸铜；无水乙醚；金属钠；高纯氮。

四、实验步骤

1. 过氧化物的检测

在干净的试管中放入 2~3 滴浓硫酸、1mL 2% 碘化钾溶液和 1~2 滴淀粉溶液，混合均匀后加入乙醚，出现蓝色即表示有过氧化物存在。

2. 水的检测

在干燥试管中放入约 0.1g 白色无水硫酸铜粉末，加入 1~2mL 乙醚，振荡后如果硫酸铜粉末颜色变蓝则表示有水存在。在实际用金属钠法进行乙醚精制的操作