



有机化学实验

YOUJI HUAXUE SHIYAN

主 编 孙才英 于朝生 主 审 李 斌



东北林业大学 出版社

有机化学实验

主编 孙才英 于朝生
主审 李 斌

东北林业大学出版社

图书在版编目 (CIP) 数据

有机化学实验/孙才英, 于朝生主编. —哈尔滨: 东北林业大学出版社, 2003.7

ISBN 7-81076-509-4

I. 有... II. ①孙... ②于... III. 有机化学—化学实验—高等学校—教材
IV. O62-33

中国版本图书馆 CIP 数据核字 (2003) 第 078173 号

责任编辑: 卢 伟

封面设计: 叶 方



NEFUP

有机化学实验

Youji Huaxue Shiyan

主编 孙才英 于朝生

主审 李 斌

东北林业大学出版社出版发行

(哈尔滨市和兴路 26 号)

黑龙江省地质测绘印制中心印刷厂印刷

开本 787×1092 1/16 印张 9.75 字数 224 千字

2003 年 7 月第 1 版 2003 年 7 月第 1 次印刷

印数 1—1 500 册

ISBN 7-81076-509-4

0·65 定价: 16.00 元

前 言

本教材是在《有机化学微型实验》(讲义)的基础上编写而成的。在教学过程中,我们不断积累和总结经验,使实验内容更加丰富、翔实。本教材注重学生的思维能力和基本操作技术的训练,重要的基本操作都安排了单独实验,并在制备实验中反复应用,加以巩固。考虑到半微量实验有药品用量少,反应时间短,仪器小巧轻便,容易操作,不影响基本实验操作技能的训练等优点,本教材的制备实验均为半微量实验。

本教材的内容包括四个部分,下面就其主要内容和可供参考的教学方法简述如下:第一部分是“有机化学实验的一般知识”,学生在进入实验室之前应该用两个小时左右的时间认真阅读。第二部分是“有机化学实验技术和基本操作”,主要介绍有机化学常用实验技术的基本原理、操作方法和主要用途,可采用强化训练的方法组织教学。第三部分为“单元反应与有机物的制备”,是本书的核心部分,介绍了重要有机合成反应的实施方法及各类有机化合物的制备过程,包括40个独立的有机制备及天然产物提取实验,其中部分实验亦可结合起来,构成难度较大的多步骤有机合成实验。第四部分为“有机化合物官能团检验与元素定性分析”,介绍有机化合物中常见元素的定性检验方法及有机官能团的检验方法。这类实验最好在向学生提供实验条件的开放或半开放实验中进行。为了拓宽学生的视野,部分合成实验中应用了色谱、红外光谱等分离分析技术;对部分实验产品给出了标准红外光谱图;书末还列有本书所用到的各种试剂以及常用的有机化合物的物理常数以及其他附表。

本教材的第1章和第2章由孙才英编写,第3章和第4章由于朝生编写。在编写过程中得到东北林业大学化学系有机教研室教师和实验人员的大力支持和帮助,在此对他们表示衷心的感谢。全书由孙才英统稿,由李斌教授仔细审阅并提出了中肯的意见和建议,在此表示衷心的感谢。

编者

2003年8月

目 录

1 有机化学实验的一般知识	(1)
1.1 有机化学实验室规则和安全知识	(1)
1.1.1 实验室规则	(1)
1.1.2 常见事故的预防和处理	(1)
1.2 有机化学实验常用玻璃仪器简介和保养	(3)
1.2.1 使用玻璃仪器须知	(3)
1.2.2 有机化学实验常用玻璃仪器	(3)
1.2.3 清洗仪器	(5)
1.2.4 仪器的干燥	(5)
1.3 实验预习、记录和实验报告基本要求	(5)
1.3.1 实验预习	(5)
1.3.2 实验记录	(6)
1.3.3 实验报告基本要求	(6)
2 有机化学实验技术和基本操作	(10)
2.1 有机化学微型实验中的物料计量与转移	(10)
2.2 塞子钻孔和简单玻璃工技术	(11)
2.2.1 实验目的	(11)
2.2.2 实验技术	(11)
2.2.3 实验内容	(13)
2.3 加热和冷却	(14)
2.3.1 加热	(14)
2.3.2 冷却	(15)
2.4 搅拌与搅拌器	(17)
2.5 干燥与干燥剂	(17)
2.5.1 液体有机化合物的干燥	(17)
2.5.2 固体化合物的干燥	(20)
2.6 萃取与洗涤	(21)
2.6.1 实验目的	(21)
2.6.2 基本原理	(22)
2.6.3 操作步骤	(23)
2.7 蒸馏	(25)
2.7.1 实验目的	(25)
2.7.2 基本原理	(25)

2.7.3	蒸馏装置	(26)
2.7.4	蒸馏操作	(26)
2.7.5	实验——工业乙醇的提纯	(27)
2.8	分馏	(28)
2.8.1	实验目的	(28)
2.8.2	基本原理	(28)
2.8.3	简单分馏装置和操作方法	(29)
2.8.4	实验	(29)
2.9	减压蒸馏	(30)
2.9.1	实验目的	(30)
2.9.2	基本原理	(30)
2.9.3	减压蒸馏装置	(31)
2.9.4	减压蒸馏操作	(32)
2.9.5	实验——水的减压蒸馏	(33)
2.10	水蒸气蒸馏	(34)
2.10.1	实验目的	(34)
2.10.2	基本原理	(34)
2.10.3	水蒸气蒸馏装置和操作	(36)
2.11	重结晶和过滤	(37)
2.11.1	实验目的	(37)
2.11.2	基本原理	(37)
2.11.3	实验步骤	(37)
2.11.4	乙酰苯胺的重结晶	(41)
2.12	升华	(42)
2.12.1	实验目的	(42)
2.12.2	基本原理	(42)
2.12.3	操作步骤	(43)
2.13	熔点的测定和温度计的校正	(43)
2.13.1	实验目的	(43)
2.13.2	基本原理	(43)
2.13.3	熔点测定方法	(44)
2.13.4	温度计的校正	(46)
2.13.5	实验	(47)
2.14	沸点的测定	(48)
2.14.1	实验目的	(48)
2.14.2	基本原理	(49)
2.14.3	操作步骤	(49)
2.15	液体化合物折光率的测定	(50)

2.15.1 实验目的	(50)
2.15.2 基本原理	(50)
2.15.3 阿贝折光仪 (Abbe) 及操作方法	(51)
2.16 旋光度	(52)
2.16.1 实验目的	(52)
2.16.2 基本原理	(52)
2.16.3 操作步骤	(53)
2.17 相对密度	(54)
2.17.1 实验目的	(54)
2.17.2 基本原理	(54)
2.17.3 操作步骤	(54)
2.18 色谱法	(55)
2.18.1 柱色谱	(55)
2.18.2 纸色谱	(58)
2.18.3 薄层色谱	(61)
2.19 红外光谱	(64)
2.19.1 实验目的	(64)
2.19.2 基本原理	(64)
2.19.3 仪器简介和测定方法	(66)
2.20 核磁共振谱	(67)
2.20.1 实验目的	(67)
2.20.2 基本原理	(67)
2.20.3 仪器简介和测定方法	(68)
2.20.4 实验	(69)
3 单元反应与有机物的制备	(71)
3.1 消除反应——引入 C = C 键	(71)
[制备 1] 环己烯的制备	(71)
[制备 2] 戊醇脱水制烯烃	(73)
3.2 卤化反应——卤代烷的制备	(73)
[制备 3] 溴乙烷的制备	(74)
[制备 4] 1-溴丁烷的制备	(75)
3.3 醚键的形成	(76)
[制备 5] 正丁醚的制备——醇的分子间脱水	(77)
[制备 6] 苯乙醚的制备——Williamson 合成法	(79)
3.4 康尼查罗 (Cannizzaro) 反应——醛的碱性歧化	(80)
[制备 7] 苯甲醇和苯甲酸的制备	(80)
[制备 8] 呋喃甲醇和呋喃甲酸的制备	(81)
3.5 酯化反应	(85)

[制备 9] 乙酸乙酯的制备	(85)
[制备 10] 乙酰水杨酸酯的制备	(87)
[制备 11] 邻苯二甲酸二正丁酯的制备	(89)
[制备 12] 苯甲酸乙酯的制备	(90)
3.6 格林雅反应 (Grignard 反应) ——醇的制备	(91)
[制备 13] 2-甲基-2-己醇的制备	(92)
[制备 14] 三苯甲醇的制备	(93)
3.7 Friedel - Crafts 酰基化反应——芳酮的制备	(96)
[制备 15] 苯乙酮的制备——苯的乙酰化	(96)
[制备 16] 邻苯甲酰基苯甲酸的制备	(98)
3.8 硝化反应	(98)
[制备 17] 硝基苯酚的制备	(99)
[制备 18] 间二硝基苯的制备	(100)
3.9 芳香族硝基化合物的还原——芳胺的制备	(101)
[制备 19] 苯胺的制备	(101)
3.10 酰胺化反应	(103)
[制备 20] 乙酰苯胺的制备	(104)
[制备 21] 邻苯二甲酰亚胺的制备	(106)
3.11 羧酸衍生物的水解	(107)
[制备 22] 肥皂的制备	(107)
[制备 23] 脱乙酰基甲壳质的制备	(108)
3.12 霍夫曼酰胺降级反应 (Hoffmann 降级反应)	(109)
[制备 24] 邻氨基苯甲酸的制备	(109)
3.13 氧化反应	(110)
[制备 25] 己二酸的制备	(110)
[制备 26] 外消旋樟脑的制备	(111)
3.14 重氮化及重氮盐的反应	(112)
[制备 27] 邻氯苯甲酸的制备——取代反应	(112)
[制备 28] 甲基橙的制备——偶合反应	(114)
3.15 缩合反应	(116)
[制备 29] 乙酰乙酸乙酯的制备——Claisen 缩合	(116)
[制备 30] 肉桂酸的制备——Perkin 反应	(118)
[制备 31] 8-羟基喹啉的制备——Skraup 反应	(120)
[制备 32] 双酚 A 的制备	(122)
3.16 Diels - Alder 反应 (双烯合成)	(123)
[制备 33] 蒽和马来酐的加成	(123)
[制备 34] Endo - 二氯亚甲基四氯代四氢邻苯二甲酸的制备	(124)
3.17 碳烯和苯炔的反应	(125)

[制备 35] 7, 7 - 二氯双环 [4.1.0] 庚烷的制备	(125)
[制备 36] 三蝶烯的制备	(126)
3.18 天然有机化合物的提取与鉴定	(128)
[制备 37] 桔皮油主要成分的提取与鉴定	(129)
[制备 38] 从黄连中提取黄连素	(130)
[制备 39] 从桂皮中提取肉桂醛	(131)
[制备 40] 从茶叶中提取咖啡碱	(133)
4 有机化合物官能团检验与元素定性分析	(136)
4.1 元素定性分析	(136)
4.1.1 碳和氢的定性鉴定	(136)
4.1.2 硫、氮和卤素的鉴定	(136)
4.2 官能团检验	(138)
4.2.1 不饱和烃的鉴定 ($C=C$ 、 $C\equiv C$)	(138)
4.2.2 芳烃的检验	(138)
4.2.3 卤代烃的检验	(139)
4.2.4 醇和酚的检验	(139)
4.2.5 醛和酮的检验	(139)
4.2.6 羧酸及其衍生物的检验	(140)
4.2.7 胺的检验	(140)
4.2.8 糖类的鉴别	(141)
4.2.9 氨基酸和蛋白质的检验	(141)
附录 1 水的饱和蒸汽压 (1 ~ 100℃)	(142)
附录 2 实验室中常用试剂的性质	(143)
附录 3 常用酸碱溶液的密度和浓度	(144)
附录 4 元素周期表	(146)

1 有机化学实验的一般知识

1.1 有机化学实验室规则和安全知识

1.1.1 实验室规则

为了确保有机化学实验安全、正确地进行,为了培养学生良好的实验习惯和严谨的科学态度,学生必须遵守以下规则:

(1) 学生进实验室后首先要了解实验室内水、电、煤气开关位置和放置灭火器材的地点及使用方法。

(2) 实验前必须认真预习实验内容,写好预习报告。

(3) 在实验过程中应保持桌面清洁整齐,有条不紊。要认真操作,仔细观察,详细记录,不得擅自离开。

(4) 实验中固体废物(如火柴杆、废纸等)和废液(如废酸、废碱及废有机溶剂等)不得乱丢或乱倒。固体废物应放到废物箱中,废液要倒入指定的废液缸内,应养成良好的实验习惯。

(5) 尊重教师的指导,严格按照实验中规定的药品规格、用量和步骤进行实验。若要更改,须征得指导教师同意后方可实施。

(6) 爱护实验仪器。自管仪器用后必须洗净,妥善收藏,公用仪器用后放回原处。仪器若有损坏要及时办理登记、补领手续。公用药品不得任意挪动,用后立即盖好,注意节约使用。

(7) 实验结束后须经教师全面检查,待教师在实验本上签字后才能离开实验室。

(8) 值日学生在实验结束后,负责打扫实验室,复原公用仪器的位置,关闭水、电、煤气开关总阀,由教师检查后方可离去。

1.1.2 常见事故的预防和处理

1.1.2.1 火灾的预防和灭火

在有机化学实验中,常用的有机溶剂大多数是易燃的,而且多数有机反应往往需要加热,因此在有机化学实验中防火就显得十分重要。要预防火灾的发生必须注意以下几点:

(1) 实验装置安装一定要正确,操作必须规范。

(2) 在使用和处理易挥发、易燃溶剂时不可存放在敞口容器内,要远离火源。加热时必须采用具有回流冷凝管的装置,且不能用直接火加热。

(3) 在距明火 1m 范围内不要将可燃溶剂从一个容器倒入另一个容器。也不允许将

可燃液体随便倒入水槽，因为其蒸气有可能散发到明火处。

(4) 实验室内不得存放大量易燃物。一旦发生火患，一定要沉着、冷静。首先要关闭煤气，切断电源，然后迅速移开周围易燃物质，再用石棉布覆盖火源或用灭火器灭火。当衣服着火时，应立刻用石棉布覆盖着火处或赶快脱下衣服，火势大时，应一面呼救，一面卧地打滚。

1.1.2.2 爆炸事故的预防

实验中发生爆炸其后果往往是严重的。为了防止爆炸事故的发生，一定要注意以下事项：

- (1) 仪器装置应安装正确，常压或加热系统一定要与大气相通。
- (2) 在减压系统中严禁使用不耐压的仪器，如锥形瓶、平底烧瓶等。
- (3) 在蒸馏醚类化合物（如乙醚、四氢呋喃等之前），需要检查是否有过氧化物存在，如果有过氧化物存在，必须先除去，再进行蒸馏，但是蒸馏时切勿蒸干。
- (4) 在使用易燃易爆物（如氢气、乙炔等）或遇水会发生激烈反应的物质（如钾、钠等），要特别小心，必须严格按照实验规定操作。
- (5) 对反应过于激烈的实验，应引起特别注意。有些化合物因受热分解、体系热量和气体体积突然猛增而发生爆炸，对这类反应，应严格控制加料速度，并采取有效的冷却措施，使反应缓慢进行。

1.1.2.3 中毒事故的预防

(1) 反应中产生有毒或腐蚀性气体的实验，应在通风橱内进行，而且应该装有吸收装置，实验室要保持空气流通。

(2) 有些有毒物质易渗入皮肤，因此不能用手直接拿取或接触化学药品，更不准在实验室内吃东西。如果有毒或腐蚀性化学药品迸溅到皮肤上，应该立即用大量水冲洗。应该特别注意不要让有毒药品接触伤口。

(3) 剧毒药品应有专人负责保管，不得乱放。使用者必须严格按照操作规程进行实验。

(4) 嗅闻化学品要谨慎从事，用手轻轻将气体拂向自己。

(5) 洒落或溅出的化学品应该立即清除，拖延时间可能会造成其蒸气中毒、台面损坏、较难清除等后果。如果将汞溅落，要尽可能收回，无法收回的少量汞，可以撒上硫磺粉充分混合，使其转化成无毒的硫化汞后扫去。

实验中如有头晕、恶心等中毒症状，应立即到空气新鲜的地方休息，严重的应马上送医院。

1.1.2.4 化学灼伤

强酸、强碱和溴等化学药品触及皮肤均可引起烧伤，因此在使用或转移这类药品时要十分小心。如果被酸、碱或溴灼伤，应立即用大量水冲洗，然后再用以下方法处理：

酸灼伤：皮肤灼伤可用5%碳酸氢钠溶液洗涤；眼睛灼伤可用1%碳酸氢钠溶液清洗。

碱灼伤：皮肤灼伤用1%~2%醋酸溶液洗涤；眼睛灼伤用1%硼酸清洗。

溴灼伤：应立即用酒精洗涤，然后涂上甘油或烫伤油膏。灼烧严重的经急救后应速

送医院治疗。

1.1.2.5 割伤和烫伤

在玻璃工操作或使用玻璃仪器时,因操作或使用不当,常会发生割伤。要预防割伤,玻璃工操作一定要规范,玻璃仪器使用要正确。如果被割伤,应首先要取出玻璃碎片,用蒸馏水或双氧水洗净伤口,然后涂上红药水,再用消毒纱布包扎。严重割伤,大量出血,应在伤口上方用纱布扎紧或按住动脉防止大量出血并立即送往医院医治。

在玻璃工操作中最容易发生烫伤,要预防烫伤,切勿用手去触摸刚加热过的玻璃管(棒)以及玻璃仪器。若发生烫伤,轻者涂烫伤膏,重者涂烫伤膏后立即送往医院。

1.2 有机化学实验常用玻璃仪器简介和保养

1.2.1 使用玻璃仪器须知

- (1) 玻璃仪器易碎,使用时要轻拿轻放。
- (2) 玻璃仪器中除烧杯、烧瓶和试管外都不能用直接火加热。
- (3) 锥形瓶、平底烧瓶不耐压,不能用于减压系统。
- (4) 带活塞的玻璃器皿(如分液漏斗等)用过洗净后在活塞和磨口间垫上小纸片,以防止粘结。
- (5) 温度计测量的温度范围不得超出其刻度范围,也不能把温度计当搅拌棒使用。温度计在使用之后应该缓慢冷却,不能立即用冷水清洗,以免炸裂或汞柱断裂。

1.2.2 有机化学实验常用玻璃仪器

实验常用玻璃仪器分为两类,一类为普通玻璃仪器,另一类为标准磨口玻璃仪器。

1.2.2.1 普通玻璃仪器

目前在大部分学校中这类仪器都已被标准磨口仪器所取代,但有一些还有一定用途,见图 1-1。

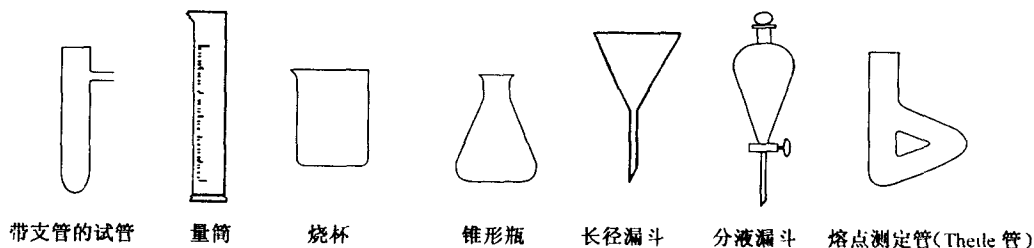


图 1-1 常见普通玻璃仪器

1.2.2.2 标准磨口玻璃仪器

标准磨口玻璃仪器是具有标准磨口或标准磨塞的玻璃仪器。这类仪器具有标准化、通用化和系列化的特点，见图 1-2。

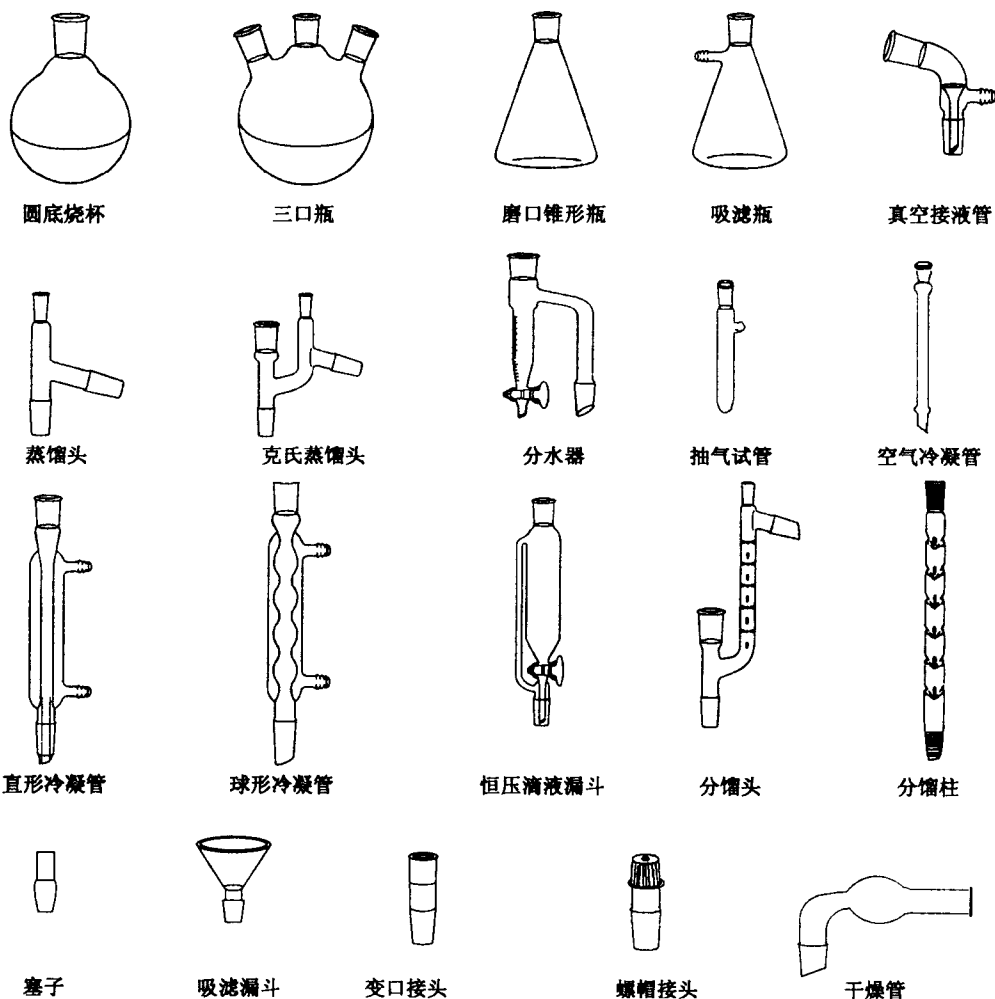


图 1-2 常见磨口玻璃仪器

标准磨口玻璃仪器均按国际通用技术标准制造，常用的标准磨口规格为 10、12、14、16、19、24、29、34、40 等，这里的数字编号是指磨口最大端的直径 (mm)。有的标准磨口玻璃仪器用两个数字表示，如 10/30，10 表示磨口最大端的直径为 10 mm，30 表示磨口的高度。相同规格的内外磨口仪器可以相互紧密连接，而不同的规格则不能直接连接，但可以通过大小口变口接头，使它们彼此连接起来。使用标准磨口玻璃仪器可免去配塞子、钻孔等手续，又可避免塞子给反应带进杂质的可能，而且磨口塞与磨口可紧密配合，密封性好。

使用标准磨口玻璃仪器时应该注意：

(1) 磨口表面必须保持清洁, 若沾有固体物质, 能导致接口处漏气, 同时会损坏磨口。

(2) 使用磨口仪器时一般不需涂润滑剂以免玷污产物, 但在反应中若有强碱性物质时, 则要涂润滑剂以防粘结。减压蒸馏时也要涂一些真空脂类的润滑剂。

(3) 磨口仪器使用完毕后, 应立即拆开洗净, 以防磨口长期连接使磨口粘结而难以拆开。分液漏斗及滴液漏斗用毕洗净后, 必须在活塞处放入小纸片以防粘结。

(4) 安装仪器的方法要正确, 首先选好主要仪器的位置, 先下后上、从左到右 (或从右到左) 依次装配, 磨口连接处要呈一直线, 不能歪斜以免因力量集中而造成仪器的破损。

(5) 在常压下进行反应的装置, 要与大气相通, 不能密闭。

(6) 夹烧瓶或冷凝管的铁夹的双钳, 应贴有橡胶或石棉布, 或缠上石棉绳或布条等, 以防将仪器夹坏。夹子夹得也不要太紧, 以能旋动烧瓶或冷凝管为宜。

1.2.3 清洗仪器

仪器用毕后应养成立即清洗的习惯。清洗玻璃仪器的一般方法是把仪器和毛刷淋湿, 蘸取肥皂粉、去污粉或洗涤剂, 刷洗仪器内外壁, 除去污物后, 用清水洗涤干净。若要求洁净度较高时, 可依次用洗涤剂、去离子水清洗。

1.2.4 仪器的干燥

在有机反应中, 水的存在往往会影响反应的速度和产率, 有些反应必须要求在无水条件下才能进行, 因此仪器洗涤后常常要干燥。最简单的干燥是把仪器倒置, 使水自然流下、晾干, 也可将仪器放入烘箱或气流干燥器上烘干。若需要急用则倒尽仪器中的存水后, 用少量 95% 乙醇或丙酮荡涤, 把溶剂倒入回收瓶中后, 用电吹风把仪器中存留的溶剂吹干。

1.3 实验预习、记录和实验报告基本要求

1.3.1 实验预习

实验之前学生必须进行预习, 并写好预习报告做到心中有数。

预习要求: 明确实验目的, 了解实验原理, 领会实验步骤和注意事项; 根据实验内容从手册或参考书中查出在实验过程中涉及到的化合物的物理常数, 其格式见表 1-1。

表 1-1 常用化合物物理常数表

名称	相对分子质量 (M)	密度 (ρ)	熔点 ($mp.$)	沸点 ($bp.$)	溶解度 (S)		
					水 ($S_{\text{水}}$)	乙醇 ($S_{\text{乙醇}}$)	乙醚 ($S_{\text{乙醚}}$)

1.3.2 实验记录

实验记录是研究实验内容、书写实验报告和分析实验成败的依据，因此实验时一定要记录实验的全过程。应仔细观察，认真思索，详细如实地记录时间、试剂级别、用量、反应温度、现象的变化以及产物的性态（性态即指液体还是固体，什么颜色，若是固体则指结晶形态等），每一个做实验的人员都要养成良好的实验记录习惯。建议实验记录的格式见表 1-2。

表 1-2 实验记录格式

时 间	操作步骤	现 象

1.3.3 实验报告基本要求

实验报告是根据实验记录进行整理、总结，对实验中出现的问題从理论上加以分析和讨论，使感性认识发生飞跃提高到理性认识的必要手段。实验报告书写的内容有：反应原理；主要试剂用量及规格；主要试剂及产物的物理常数；仪器装置，实验步骤；实验记录；产物物理状态，产量，产率；最后总结讨论。

在有机化学反应中产率（或称百分产率）的高低和质量的好坏常常是评价一个实验的方法及考核实验者实验技能的重要指标；理论产量和产率的计算方法如下：

实际产量是指实验中实际得到的纯粹产物的数量，简称产量。理论产量是假定反应物完全转化成产物，而根据反应方程式（按投料比摩尔数小的为基准物）计算得到的产物数量。有机反应中，常因为副反应、反应不完全以及分离提纯过程中引起的损失等原因，实际产量总是低于理论产量。产率是指实际产量和理论产量的比值。

以乙酰苯胺的合成实验为例：

把 5 ml (5.1 g, 0.055 mol) 苯胺，7.4 ml (7.8 g, 0.13 mol) 冰醋酸以及 0.1 g 锌粉（防止苯胺氧化），加热反应，经分离提纯得到乙酰苯胺 5g，试计算其产率。其反应方程式如下：



苯胺在反应中，按投料比，其摩尔数较小，因此在计算理论产量时以它为基准。乙酰苯胺相对分子质量为 135。

理论产量 = $135 \times 0.055 = 7.4 \text{ g}$

$$\text{产率} = \frac{5}{7.4} \times 100\% = 67.6\%$$

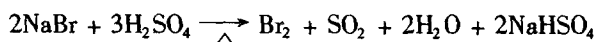
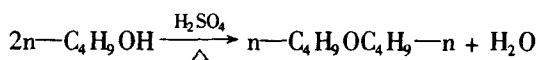
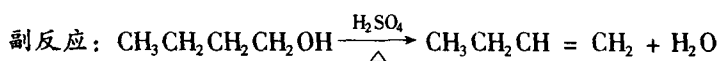
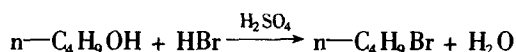
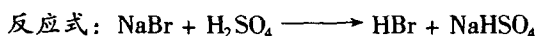
下面是一个合成实验的实验报告示例。

有机化学实验报告

实验名称：正溴丁烷的合成

目的要求：(1) 了解从醇制备溴代烷的原理以及方法；

(2) 初步掌握回流以及气体吸收装置和分液漏斗的使用方法。



主要试剂以及产物的物理常数见表 1-3。

表 1-3 实验用到的主要原料及产物的物理常数

名称	M	性状	n_D^{20}	ρ	mp. /°C	bp. /°C	S		
							$S_{\text{水}}$	$S_{\text{乙醇}}$	$S_{\text{乙醚}}$
正丁醇	74.12	无色透明液体	1.399 3	0.809 7	-89.2	117.7	7.920	∞	∞
正溴丁烷	137.03	无色透明液体	1.439 8	1.299	-112.4	101.6	不溶	∞	∞

主要试剂用量及规格：

正丁醇 化学纯，2 ml (0.022 mol)

浓硫酸 工业品，密度 1.84

溴化钠 化学纯，2.8 g (0.027 mol)

实验步骤及现象记录见表 1-4。

表 1-4 实验步骤及现象记录

步 骤	现 象
(1) 于 25 ml 烧瓶中放 3 ml 水 + 3 ml 浓 H_2SO_4 ，振摇冷却	放热，烧瓶烫手
(2) + 2 ml n-C ₄ H ₉ OH + 2.8 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 1 层变成 3 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。上层颜色由淡黄变为橙黄色

续表 1-4

步 骤	现 象
(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 (NaHSO_4)
(5) 粗产物用 2 ml 水洗 在干燥分液漏斗中用 2 ml 浓 H_2SO_4 洗涤 等体积水洗 等体积 10% Na_2CO_3 洗涤 等体积水洗	产物在下层 加一滴浓 H_2SO_4 沉至下层, 证明产物在上层 二层交界处有些絮状物
(6) 粗产物置 10 ml 锥形瓶中, + 2 g CaCl_2 , 塞好瓶塞干燥	粗产物有些浑浊, 稍摇后透明
(7) 产物滤入 25 ml 蒸馏烧瓶中, + 沸石, 蒸馏, 收集 99 ~ 103℃ 馏分	99℃ 以前馏出液很少, 长时间稳定于 101 ~ 102℃。后升至 103℃, 温度下降, 瓶中液体很少, 停止蒸馏
产物外观, 质量	无色液体, 产物重 1.8 g

粗产物纯化过程及原理:

