

高等学校教学用书  
工科化学实验系列丛书

ZONGHE HUAXUE SHIYAN

# 综合化学实验

主编 王永红 沈昊宇  
副主编 毛红雷 应丽艳 宗汉兴



ZHEJIANG UNIVERSITY PRESS  
浙江大学出版社

高等学校教学用书  
工科化学实验系列丛书

# 综合化学实验

主编 王永红 沈昊宇  
副主编 毛红雷 应丽艳 宗汉兴



## 内容简介

本书是浙江大学宁波理工学院编写的化学实验系列教材之三——综合化学实验。共编写、收录了 31 个实验,分为基础应用性和设计研究性两个层次。内容涉及无机材料的合成与表征、有机材料的合成与表征、纳米材料等的合成与表征、材料的电化学合成、物质的分离与提取等。实验内容大多是由作者近期的科研成果转化而来,包含新方法、新技术,有些涉及科学前沿和交叉学科,具有较强的综合性、创新性和实用性。

本教材适合作为高等院校相关专业,尤其是非化学类工科专业的实验教学教材,也可作为相关人员的参考用书。

## 图书在版编目 (CIP) 数据

综合化学实验 / 王永红, 沈昊宇主编. —杭州: 浙江大学出版社, 2009. 8

ISBN 978-7-308-06943-4

I. 综… II. ①王… ②沈… 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 (2009) 第 148675 号

## 综合化学实验

王永红 沈昊宇 主编

责任编辑 王大根

封面设计 刘依群

出版发行 浙江大学出版社

(杭州天目山路 148 号 邮政编码 310028)

(网址: <http://www.zjupress.com>)

排 版 杭州好友排版工作室

印 刷 杭州浙大同力教育彩印有限公司

开 本 787mm×960mm 1/16

印 张 11.75

字 数 218 千

版 印 次 2009 年 8 月第 1 版 2009 年 8 月第 1 次印刷

书 号 ISBN 978-7-308-06943-4

定 价 18.00 元

版权所有 翻印必究 印装差错 负责调换

浙江大学出版社发行部邮购电话(0571)88925591

## 前　　言

化学实验是培养学生基本操作技术、创新意识、创新能力、创新精神和优良素养的有力手段,而且有它的不可替代性。因此,化学实验应强调以培养学生的实验基本技术和技能为主、验证课堂理论为辅的原则。浙江大学从1985年开始,系统、综合地考虑化学系学生在校期间应培养哪些实验基本技术和技能,熟悉哪些实验仪器和培养哪些优良素养等因素,重组了基础化学实验课和体系,分三阶段、多层次探索实验教学的改革模式,同时,这一指导思想也适合非化学类专业学生的化学实验教学。

通过长期的化学实验教学经验积累,我们深感化学实验同样可以从化学一级学科角度出发,根据化学实验自身的规律和内在联系,重组、整合实验内容,这样会更有利于学生基本操作技术和技能的培养。为此,我们将原来的无机化学、分析化学、有机化学、物理化学和仪器分析化学等实验内容去粗取精、重组融汇,按化学实验基本操作、一般仪器的操作使用、物质的分离提纯与定量测量、各类化合物的合成与物性测量、物质的成分分析与结构表征及各类化学实验技能在化学研究中的应用(即综合化学实验)等内容,由浅入深、分层次、分阶段地进行实验教学,从而完全打破了过去按无机化学、分析化学、有机化学、物理化学等学科来安排化学实验的习惯。因此,我们在原教材基础上,经过几年在非化学类工科专业学生中的教学实践,并结合浙江大学宁波理工学院应用型创新人才的培养目标和学生的知识理论基础以及实验学时数相对偏少的特点,几经修改、筛选,整合成一套全新实验体系的化学实验教材,包括“基础化学实验”、“中级化学实验”和“综合化学实验”三部分。

综合化学实验是培养学生创新精神、创新意识、创新能力的重要途径之一,在高等学校尤其是在理科化学系开设综合化学实验来替代原来的化学专门化实验,已在化学界同仁中达成了共识。但在近化学类工科专业中单独开设综合化学实验课的学校并不多见,尤其在独立学院中就更少。但独立学院大多培养的是应用型创新人才,学生动手能力的培养主要是通过各门实验课程,而综合化学实验的开设,无疑对培养学生的综合动手能力、创新意识和创新精神提供了重要的平台。

本教材在选择内容上体现了先进性、实用性、绿色环保和反映学科前沿的一些内容,拓展了学生的知识面和视野,如室温离子液体的合成与应用、微波合成、超声合成、纳米材料的制备、光催化、手性化合物合成、LB 膜的组装等等。另外,为了提高学生阅读外文的能力,在少量实验中采用了外文原文作为教材。

本教材为优秀学生提供了一个因材施教的平台,并力求探索一种培养应用型创新人才的化学实验教学改革模式。

参加本教材编写工作的有(以姓氏笔画为序):王永红、王强、毛红雷、刘本、沈昊宇、应丽艳、宗汉兴、张胜建、钟国伦等。在编写过程中参考了不少国内外有关化学实验教材和文献资料,在此对相关作者表示衷心感谢!

由于编者水平有限,教材中不妥和错误之处在所难免,希读者批评指正,不胜感激。

#### 编 者

于浙江大学宁波理工学院

# 目 录

## 第一部分 基础应用性实验

实验一 从废定影液中回收银 .....	3
实验二 微波辐射下三甲醇丙烷、季戊四醇与羧酸合成润滑油类羧酸酯 .....	7
实验三 乙酰乙酸乙酯的合成及表征 .....	9
实验四 二茂铁、乙酰二茂铁的合成与表征 .....	13
实验五 1-(4-磺酸基)丁基-3-甲基咪唑硫酸氢盐催化的苯甲酸异戊酯 合成反应的研究 .....	18
实验六 多肽缩合试剂 DEPBT 的合成 .....	22
实验七 局部麻醉剂苯佐卡因的合成及表征 .....	27
实验八 固体超强碱的制备与表征 .....	30
实验九 甘氨酸钠碳酸盐的制备与表征 .....	34
实验十 纳米氧化锌的超声制备与表征 .....	37
实验十一 氨基酸与苯甲酰基丙烯酸酯的不对称 Michael 加成反应 .....	40
实验十二 蛇床子中蛇床子素的提取与分析 .....	45
实验十三 糖精的电化学合成与表征 .....	48
实验十四 医药中间体:2-氯甲基-4-甲氧基-3,5-二甲基吡啶盐酸盐的合成 .....	51
实验十五 三(乙二胺)合钴(Ⅲ)配合物光学异构体的制备与旋光度测定 ..	55

## 第二部分 设计研究性实验

实验十六 手性 Salen 金属配合物的合成及其应用于咪唑类客体的分子识别 .....	63
实验十七 一种穴状分子的异核铜锌配合物的合成及其作为超氧化物歧化 酶模型的性质 .....	69
实验十八 发红光 LB 膜组装与表征 .....	74
实验十九 Heck 反应 Pd-imidazoline 均相催化剂的固载化研究 .....	82

---

实验二十 加拿大一枝黄花入侵的化学生态学研究 .....	86
实验二十一 Schiff 碱类金属配合物的合成及其与 DNA 的相互作用 .....	92
实验二十二 非离子表面活性剂——聚醚的合成、表征与应用 .....	95
实验二十三 $\text{Fe}_3\text{O}_4$ 纳米磁性复合材料的合成与应用研究 .....	101
实验二十四 十二钨磷杂多酸的制备、表征及光降解染料的研究 .....	110
实验二十五 离子液体的合成、表征及其应用研究 .....	115
实验二十六 温敏性聚(N-异丙基丙烯酰胺)水凝胶的合成与表征 .....	121
实验二十七 刺五加中有效成分的提取与测定 .....	125
实验二十八 含芳烃废水的超声降解 .....	129
实验二十九 纳米结构羟基磷灰石的微波固相合成新方法 .....	132
实验三十 半导体光催化剂的合成以及在降解有机污染物上的应用研究 .....	136
实验三十一 $\mu$ -1, $\mu$ -1,3-叠氮桥联一维交替链状配合物的合成、表征、 结构和变温磁化率测定 .....	140

### 附录

附录一 实验室用水 .....	149
附录二 缓冲溶液的配制 .....	153
附录三 常用干燥剂 .....	155
附录四 滤纸、滤器的规格及使用 .....	157
附录五 部分离子选择电极的特性 .....	159
附录六 常用冷却剂 .....	160
附录七 溶剂的比蒸发速度 .....	161
附录八 各种气体和蒸气在空气中的燃烧极限(爆炸极限) .....	162
附录九 常见化学危险药品的分类、性质和管理 .....	163
附录十 多组分共溶体系的共沸点 .....	164
附录十一 一些基本物理常数 .....	166
附录十二 有机化合物的键能 .....	167
附录十三 实验室常用灭火器和灭火剂 .....	167
附录十四 中华人民共和国污水综合排放标准(部分) .....	168
附录十五 质谱解析特征数据 .....	170
附录十六 紫外光谱吸收特征及计算 .....	173
附录十七 一些官能团红外光谱特征吸收频率 .....	176
附录十八 核磁共振波谱化学位移 .....	180

## **第一部分**

# **基础应用性实验**



# 实验一 从废定影液中回收银

## 一、研究背景及原理

自从 19 世纪照相术发明以来,感光材料已被广泛应用于人类生活中,目前世界工业用银量约有 1/4~1/3 耗于感光材料。感光材料经曝光、显影、定影后,黑白片上 80% 左右的银进入定影液,彩色片上的银几乎全部进入定影液。银作为重要的工业原料其需求量不断增加,而银的自然资源十分匮乏,因此,对废定影液中的银资源进行回收,不仅可补充银原料的不足,同时也解决了含银废水对环境的污染问题。

目前,从废定影液中回收银的方法主要有以下几种:电解法、还原法、离子交换法和化学沉淀法。

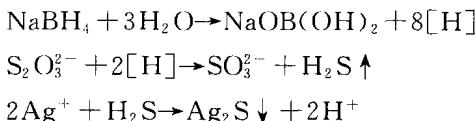
### 1. 电解法

电解法提取银已有 60 多年的历史,该法以废定影液为电解液,不锈钢作阴极,石墨为阳极,槽电压为 2V(直流电)进行电解。电解结束时,把银从阴极上剥离下来直接成为产品。此法操作简便,过程清洁,回收的银纯度高,但回收率相对较低且耗能大。

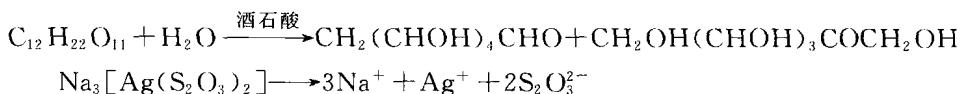
### 2. 还原法

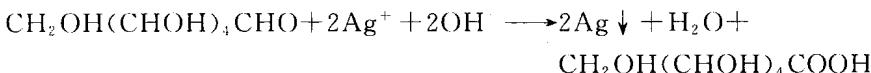
还原法是利用锌、铁、铝等活泼性较强的金属进行置换或采用一些强还原性物质如硼氢化钠、肼氢化硼等还原定影液中的银。根据使用的还原剂不同还原法又可分为:

#### (1) 硼氢化钠还原法



#### (2) 葡萄糖还原法

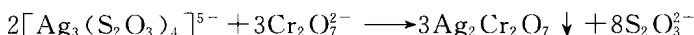




还原法的不足之处在于回收率不高,且需要额外添加化工产品,从而增加了废液处理处置的难度和成本等问题。

### 3. 离子交换法

离子交换法首先是利用重铬酸钠(或铵)先将废定影液中的硫代硫酸银钠络合成盐转化为简单的可溶性银盐(例如  $\text{AgNO}_3$ ),反应式如下:

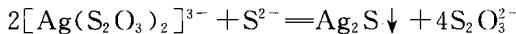


然后通过采用阴离子交换树脂利用离子交换法分离杂质,得到纯净的硝酸银溶液,溶液经蒸发浓缩至表面生皮膜,冷却让其结晶,过滤,用蒸馏水洗涤,烘干,得高纯度的硝酸银,可经还原和高温灼烧得金属银。

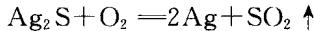
离子交换法的不足之处在于得到的硝酸银浓度低,回收率不高,操作较为复杂。

### 4. 化学沉淀法

化学沉淀法以其简单、便利、反应速度快、成本低且处理后的废液含银低,总回收率高等优点受到人们的欢迎。其中最常用的方法为硫化钠沉淀法,其实验原理如下:



该反应在生成硫化银沉淀的同时,又有硫代硫酸钠生成,而硫代硫酸钠经过处理又可用于定影。分离出来的硫化银沉淀经洗涤后,在高温( $1050\sim 1160^\circ\text{C}$ )下灼烧可得粗银:



粗银的精制方法有高温焙烧法、碳酸钠熔融还原法、湿法铁还原法、铁高温还原法。

## 二、实验目的

- (1) 了解从废定影液中回收银的主要方法及反应原理。
- (2) 熟悉并掌握一种以上从废定影液中回收银的实验方法。
- (3) 了解粗银的精制方法。

## 三、仪器与试剂

仪器:坩埚,瓷蒸发皿,磁力搅拌器,电炉,马弗炉。

试剂:废定影液,浓氨水,氢氧化钠,硼氢化钠,硼砂,pH试纸, $\text{Na}_2\text{CO}_3$ , $\text{Na}_2\text{S}$ ,酒石酸,蔗糖,铁粉(或铁屑),盐酸,氧化钙,硝酸银。

## 四、实验步骤

### (一)粗银的制备

#### 1. 硼氢化钠还原法

取500g回收的废定影液,用碱调pH值到8~9,搅拌下分批慢慢加入3.5g粉末状硼氢化钠,这时溶液逐渐由棕褐色变为黑色,伴随着少量硫化氢逸出,黑色硫化银生成并立即沉降。取上层液3~5mL,加少许硼氢化钠,当无黑色沉淀物出现即为还原终点。若有黑色硫化银出现,适量补加硼氢化钠,直到终点。稍静置,倾去上层清液,滤出黑色海绵状硫化银沉淀。将得到的硫化银沉淀加一些硼砂和碳酸钠固体高温灼烧,便得到粗银粉。称重并粗略计算废定影液中银的含量。

#### 2. 葡萄糖还原法

用酒石酸水解蔗糖制得还原糖溶液,然后用此还原糖溶液将废定影液中的银还原出来。

称取50g蔗糖溶于1000mL水中,加热并煮沸10min,分三次加入10g酒石酸再连续搅拌煮沸10min,充分冷却至室温,贮存备用。

取废定影液400mL,加入NaOH,再加还原糖溶液,加热使银析出,静置、倾析、抽滤、洗涤、灼烧,即得粗银。称重并粗略计算废定影液中银的含量。

#### 3. 硫化钠沉淀法

量取1L废定影液,向其中滴加浓氨水调pH值约为8,再缓慢地加入10%的 $\text{Na}_2\text{S}$ 溶液,并不断搅拌,则有硫化银沉淀生成。待沉淀完全后,静置1~2h,然后倾去上部清液,并不断漂洗沉淀2~3次,以除去 $\text{S}_2\text{O}_3^{2-}$ 等。将得到的硫化银沉淀加一些硼砂和碳酸钠固体高温灼烧,便得到粗银粉。称重并粗略计算废定影液中银的含量。

### (二)粗银的精制

#### 1. 高温焙烧法

将硫化银直接转放坩埚中进行焙烧。焙烧过程中硫成为二氧化硫而被除去,焙烧完成后再利用硼砂造渣熔炼即得纯银。

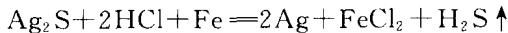
#### 2. 碳酸钠熔融还原法



还原工艺为:将硫化银转放瓷坩埚中干燥,然后加入固体碳酸钠和硼砂,混

合均匀,加热至1000℃使之反应,稍冷,加蒸馏水漂洗几次,洗去硫化钠。干燥后放入坩埚中加入适量硼砂,加热使之熔融,铸锭,即得纯银。

### 3. 湿法铁还原法



还原工艺为:将硫化银转入三口烧瓶中,加入适量铁粉(或铁屑)和过量的6mol·L<sup>-1</sup> HCl,加热使之充分反应,在反应过程中适当补充铁和盐酸,反应产生的有毒硫化氢用导气管引入石灰水中。当黑色的硫化银完全转变为灰色的银时,反应已经完成。此时将银和铁干燥后,用磁铁吸去未作用的铁,再进一步用6mol·L<sup>-1</sup> HCl或稀硫酸除去铁,最后用热水漂洗至无Cl<sup>-</sup>(用0.2%的硝酸银溶液检验)。干燥后放入坩埚中加入适量硼砂,加热使之熔融,铸锭,即得纯银。

### 4. 铁高温还原法



还原工艺为:将风干的硫化银放入石墨坩埚中,在1100~1200℃温度下熔化,加入过量铁片置换,保温30min,出渣铸锭。再次加入适量硼砂,铸锭,即得纯银。

## 五、思考题

(1)除用硫化钠做沉淀剂回收银外,还可以通过什么化学方法从废定影液中提取银?试设计切实可行的实验方案。

(2)灼烧硫化银时,为什么要往坩埚中加一些硼砂和碳酸钠固体?

## 六、参考文献

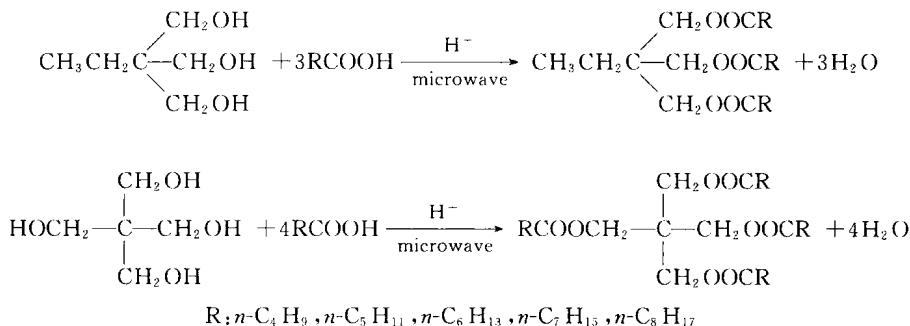
- [1] 米永红,慎义勇,周钦灵.利用新型电解槽回收废定影液中的银.工业安全与保险,2005,31(9):31~35
- [2] 张宗贵.从废定影液中回收银的方法简介.云南化工,1994,2:55~56
- [3] 赵荒,任东.碱金属硼氢化物在废定影液回收中的应用.感光材料,1994,4:24~25
- [4] 陈献桃.废定影液中银的回收——葡萄糖还原法.化学教育,1995,9:28~30
- [5] 张方宇.从废定影液中回收银的工艺研究.稀有金属,1997,21(3):164~167
- [6] 巩春龙.置换法从废定影液中提取银的工艺研究.黄金,1998,7:51~53
- [7] 马美玲,杨胜科.甲醛还原法回收废定影液中的银.贵金属,2005,26(3):12~14
- [8] 段玉峰.综合训练与设计.北京:科学出版社,2001

## 实验二 微波辐射下三甲醇丙烷、季戊四醇与羧酸合成润滑油类羧酸酯

### 一、研究背景及原理

润滑油广泛用于军事、航空、机械等领域，其主要成分是多元醇与碳五至碳九的直链羧酸(简称九五酸)进行酯化反应得到的羧酸酯。由于季戊四醇、三甲醇丙烷在 $\beta$ -碳上无氢原子，得到的新戊基醇酯具有润滑性优良、热稳定性好、高电阻、耐老化和耐低温等特点，被广泛用作航空发动机润滑油、仪表油、宽温度润滑油的基础油等。特别是三甲醇丙烷型合成润滑油还可以做热传导液、高温液压油、高速热运转工业装置润滑油，与硅酸酯掺用以控制橡胶膨胀度等。目前，润滑油类羧酸酯的合成主要是在浓硫酸催化下，采用真空、高温、长时间常规加热方式而得到。在工业生产中，反应时间一般为十几个小时。因反应时间长，有较多的醚、烯烃等副产物生成，因此，该工艺还需要进一步改进。自从 1986 年 Gedye, Giguere 等将微波用于有机合成后，微波技术在有机合成中已得到广泛的应用，它具有反应速度快、副反应少、产率高等优点。

本实验中，用三甲醇丙烷、季戊四醇分别与碳五至碳九的直链一元羧酸在微波辐射加热条件下合成润滑油类羧酸酯，反应式如下：



## 二、实验目的

- (1)了解微波在有机合成中的应用。
- (2)了解酯化反应的原理。

## 三、仪器与试剂

仪器：微波反应器(功率在0~800W内任意可调)，红外光谱仪。

试剂：三甲醇丙烷，季戊四醇，正丁酸，正戊酸，正己酸，正庚酸，正辛酸，浓硫酸，活性炭，硅胶，乙醚。

## 四、实验步骤

(1) 在50mL圆底烧瓶中加入0.0224mol三甲醇丙烷(固体)、0.0750mol直链“九五”酸、0.20g浓硫酸和0.11g活性炭。在微波辐射下合成，反应生成的水抽真空分离。得产物粗产品。计算产率。

(2) 在50mL圆底烧瓶中加入0.0224mol季戊四醇(固体)、0.0960mol直链“九五”酸、0.30g浓硫酸和0.15g活性炭。方法同上。得产物粗产品。将产物冷却到室温，过滤后，滤液用蒸馏水洗涤2~3次后，再用10%的NaOH溶液洗涤，然后再水洗。干燥后，经柱层析分离(硅胶G10~40，乙醚溶剂)，蒸馏除去乙醚得产物。计算产率。

## 五、思考题

- (1)微波功率如何优化？
- (2)产物纯化时为什么要用10%NaOH溶液洗涤？
- (3)产物纯度可采用什么方法检测？

## 六、参考文献

- [1] Reddy G V, Rao G V, Iyengar D S. A novel simple and rapid protocol for N-protected-oxazolidine-5-ones. *Synth Commun*, 1999, 29(23): 4071~4077
- [2] 张凤秀，叶霞，张光先等. 微波辐射下三甲醇丙烷、季戊四醇与羧酸合成为润滑油类羧酸酯. *有机化学*, 2004(24): 1440~1443
- [3] Lin G, Lin W. Microwave-promoted lipase-catalyzed reactions. *Tetrahedron Lett*, 1998, 39(24): 4333~4336

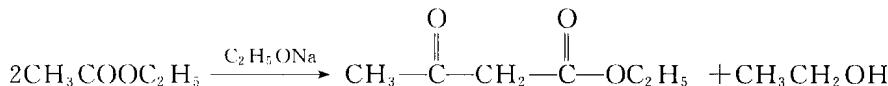
# 实验三 乙酰乙酸乙酯的合成及表征

## 一、研究背景及原理

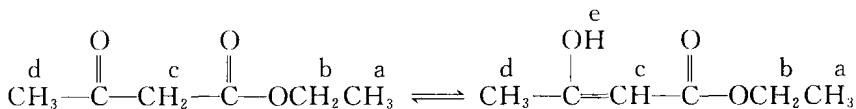
乙酰乙酸乙酯(EAA)是无色液体,与乙醇、乙醚、苯等一般有机溶剂混溶,易溶于水,具有使人愉快的水果香气。一般的 EAA 是酮式和烯醇式互变异构体的平衡混合物,酮式占 92.3%,烯醇式占 7.7%。酮式乙酰乙酸乙酯沸点为 41℃(0.267kPa)。

EAA 结构的特殊性,决定了它既有酮的性质,又有烯醇的反应特征,化学性质非常活泼。我国 EAA 最大的用途是用来合成药物及其中间体,如  $\gamma$ -乙酰丁内酯(维生素 B 的重要中间体)、4-甲基-7-羟基香豆素(一种抗敏药的中间体)、4-羟基香豆素(可制造抗凝血药物新抗凝)等;与 1,3-溴氯丙烷环合得到 2-甲基-3-乙氧羰基-5,6-二氢吡喃,这是血管扩张药己酮可可碱的中间体;乙酰乙酸乙酯还用于合成双氯苯唑青霉素钠、羟氨苄青霉素、选择性冠脉扩张剂延通心和唑嘧啶;乙酰乙酸乙酯与苯胺缩合得到 4-羟基喹哪啶,用于消毒防腐药克菌定的生产。乙酰乙酸乙酯也被用来制备乙酰乙酰邻氯苯胺(合成 1,3,5-吡唑酮及染料和颜料中间体)、乙酰基乙酰邻甲基苯胺(用来合成有机黄染料包装增效颜料黄)等染料的中间体。此外,EAA 还用来生产农药如甲基嘧啶磷、嘧啶磷等。在国外,它在不饱和聚酯共促进剂以及合成香料如制备芳樟醇、紫罗兰酮和大环香料等方面也有应用。乙酰乙酸乙酯还用作食品着香剂。乙酰乙酸乙酯也可作为溶剂使用,它还是检测铊、氧化钙、氢氧化钙和铜的试剂。总之,乙酰乙酸乙酯在药物、农药、香料、光化学品、聚合催化剂等方面也都有重要的应用。

含有  $\alpha$ -氢的酯在碱性催化剂存在下,能与另一分子的酯发生克莱森酯缩合反应,生成  $\beta$ -酮酸酯,乙酰乙酸乙酯就是通过这个反应来制备的。本实验是以无水乙酸乙酯和金属钠为原料,以过量的乙酸乙酯为溶剂,通过酯缩合反应制得乙酰乙酸乙酯。



乙酰乙酸乙酯有酮式和烯醇式两种互变异构体：



一般情况下两者共存,但随着温度、溶剂等条件的不同,两种互变异构体的相对比例有很大差别。

产品通过紫外光谱和核磁共振谱进行表征,并计算乙酰乙酸乙酯中烯醇式含量。

## 二、实验目的

- (1)了解酯缩合反应制备  $\beta$ -酮酸酯的原理及方法。
- (2)掌握无水反应的操作要点,掌握蒸馏、减压蒸馏等基本操作。
- (3)掌握紫外吸收光谱的原理,了解溶剂对紫外光谱的影响;熟悉紫外分光光度计的使用方法。
- (4)熟悉核磁共振谱仪的操作和谱图解析;学习核磁共振氢谱定量方法。

## 三、仪器与试剂

仪器:圆底烧瓶(50mL),球形冷凝管,干燥管,分液漏斗,克氏蒸馏烧瓶(50mL),温度计,真空接收管,直形冷凝管,减压系统装置。

试剂:乙酸乙酯,金属钠,乙酸,无水碳酸钠,氯化钠,氯化钙,无水硫酸镁。

## 四、实验步骤

### (一)乙酰乙酸乙酯的合成

将所用的玻璃仪器烘干,乙酸乙酯加入无水碳酸钾固体干燥。

在50mL圆底烧瓶中,加入9.8mL(0.1mol)干燥的乙酸乙酯,小心地称取1g(0.044mol)金属钠块,快速地切成小的钠丝后立即加入烧瓶中,安装好反应装置。水浴加热。反应开始时反应液呈黄色。若反应太剧烈可暂时移去热水浴,以保持反应液缓缓回流为宜。反应1.5~2h后,金属钠全部作用完毕,停止加热。此时,反应混合物变为橘红色并有黄白色固体生成。待反应液冷至室温,边振荡烧瓶,边小心地滴加30%乙酸,使呈弱酸性(约10mL 30%的乙酸),此时固体溶解,反应液分层。用分液漏斗分出酯层,水层用3mL乙酸乙酯萃取2次,萃取液与酯层合并。有机层用5mL 5%的碳酸钠溶液洗涤至中性(洗涤2~3次),再用无水硫酸镁干燥酯层。