

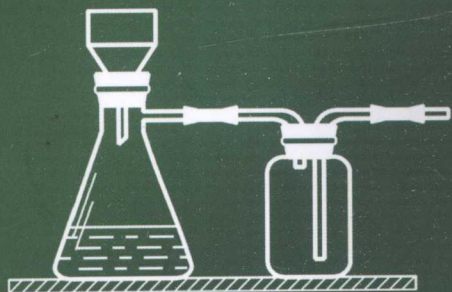


普通高等教育“十一五”规划教材
普通高等院校化学精品教材

基础性
综合性
设计性
研究性
创新性

基础化学实验(下)

主 编 杨道武 曾巨澜
副主编 申少华 李强国
刘治国 周 昕



华中科技大学出版社
<http://www.hustp.com>

普通高等教育“十一五”规划教材
普通高等院校化学精品教材

基础化学实验

(下)

主 编 杨道武 曾巨澜
副主编 申少华 李强国
刘治国 周 昕

参编人员 (按姓氏笔画排序)

申少华	刘治国	李强国
周 昕	张 玲	张雄飞
杨道武	曹 忠	曾巨澜
董君英	潘 彤	

华中科技大学出版社
中国·武汉

图书在版编目(CIP)数据

基础化学实验(下)/杨道武 曾巨澜 主编. —武汉:华中科技大学出版社,
2009年9月

ISBN 978-7-5609-5345-8

I. 基… II. ①杨… ②曾… III. 化学实验-高等学校-教材 IV. O6-3

中国版本图书馆 CIP 数据核字(2009)第 083502 号

基础化学实验(下)

杨道武 曾巨澜 主 编

策划编辑:周芬娜

责任编辑:王晓琼

责任校对:周 娟

封面设计:潘 群

责任监印:周治超

出版发行:华中科技大学出版社(中国·武汉)

武昌喻家山 邮编:430074 电话:(027)87557437

录 排:华中科技大学惠友文印中心

印 刷:华中科技大学印刷厂

开本:710mm×1000mm 1/16

印张:13

字数:250 000

版次:2009年9月第1版

印次:2009年9月第1次印刷

定价:21.00元

ISBN 978-7-5609-5345-8/O·488

(本书若有印装质量问题,请向出版社发行部调换)

内 容 提 要

本书是作者总结近几年来基础化学实验教学改革成果,并配合新的实验教学体系和模式编写而成的。

全书分上、下两册,共分八章四大部分,分别是基础知识、基本实验、创新研究性实验和附录,其中基本实验又分为基础性实验、综合性实验与设计性实验。创新研究性实验是根据作者多年从事的科研工作总结出来的,共有 16 个实验。全书共收录 140 个实验,其中“三性”实验达 117 个,占 84%。

本书可作为各类大专院校化学、应用化学、化工、环工、轻化、材料、农业、食品、生物、制药和医学等专业的教材,也适用于高等职业院校和师范院校的相关专业,还可供相关专业技术人员参考和选用。

前 言

本书是作者总结参编院校多年来,尤其是近几年进行国家级和省级基础课示范实验室建设以来,在基础化学实验教学方面的改革成果,并配合新的实验教学体系和模式编写而成的。与本书相关的已经立项的教研课题有全国高等学校教学研究中心的“化学化工类专业实习基地群的建立及实训指导资料的研制”、教育部基础化学教学分指导委员会的“实验室管理模式与开放实验”、湖南省教育科学“十一五”规划2008年度课题“理工科大学《分析化学》双语示范性课程建设研究”等。

众所周知,化学是一门实验性很强的学科,化学理论和化学规律的发展、演进和应用都来源于化学实验,离开了实验就不能称其为一门科学。高等学校在进行化学类和化学相关类专业的化学教学中,要从基础实验出发,培养学生“化学”思维创新能力,锻炼学生“化学”实践动手能力,从而为国家培养高素质的创新型人才打下坚实的基础。

作者根据教育部相关要求并配合大学本科化学相关课程的学习,对原实验课程和教材进行了重组和改革,这也是进行各级化学类精品课程建设的需要。新的实验体系力图以较低的成本、较多的实践动手机会和较全面的知识来完善这门实验课程。本实验教材在对传统的无机化学实验、分析化学实验、有机化学实验、物理化学实验和化工基础实验内容改进和重组的基础上,将所有实验编排为基本实验与创新研究性实验两大块,其中基本实验又分为基础性实验、综合性实验与设计性实验。本教材大幅度增加了“三性”实验,即综合性、设计性与创新研究性实验,在所有实验中所占的比例达84%,使本教材更加适应新形势下在有限的实验课时内最大限度地增强基础化学实验对学生的综合化学知识、动手与动脑能力以及创新研究基本素质的培训与强化。

《基础化学实验》分上、下两册,共八章四大部分,即基础知识、基本实验、创新研究性实验和附录。上册由曹忠教授(长沙理工大学)和张玲教授(长沙理工大学)担任主编,由颜文斌教授(吉首大学)、龙立平教授(湖南城市学院)、阎建辉教授(湖南理工学院)、赵晨曦教授(长沙学院)等担任副主编;下册由杨道武教授(长沙理工大学)和曾巨澜博士(长沙理工大学)担任主编,由申少华教授(湖南科技大学)、李强国教授(湘南学院)、刘治国教授(湖南工业大学)、周昕副教授(南华大学)等担任副主编。吴道新博士、李丹副教授、陈平副教授、潘彤讲师、张雄飞博士和董君英副教授等(排名不分先后)在基础化学相关领域具有多年教学经验和从事教研教改的中青年骨干教

师参与了本书的编写。全书由曹忠教授和杨道武教授负责统编。此外,参编院校相关教研室(组)的一些同志对本书的编写给予了热情的帮助,在此表示衷心的感谢。

限于篇幅,对实验室的安全防护、误差与数据处理、参考文献等内容进行了压缩,对有关实验技术、化学仪器与维护等内容进行了省略。若有需要请参考有关文献。

由于编者水平有限,本教材难免存在不妥之处,敬请有关专家和读者提出宝贵意见。

《基础化学实验》教材编委会

2009年7月于长沙

目 录

第五章 基本实验(IV).....	(1)
第一节 基础性实验.....	(1)
实验一 卤代烃的鉴定.....	(1)
实验二 糖的鉴定.....	(2)
实验三 工业酒精的蒸馏.....	(5)
实验四 环己烯的制备.....	(6)
第二节 综合性实验.....	(8)
实验五 1-溴丁烷的制备.....	(8)
实验六 正丁醚的制备.....	(11)
实验七 己二酸的制备.....	(12)
实验八 乙酸乙酯的制备.....	(14)
实验九 吡喃甲醇和吡喃甲酸的制备.....	(16)
实验十 三苯甲醇的制备.....	(17)
实验十一 苯乙酮的制备.....	(20)
实验十二 对氨基苯磺酰胺的制备.....	(23)
实验十三 8-羟基喹啉的制备.....	(26)
实验十四 甲基橙的制备.....	(29)
I 常温制备甲基橙.....	(29)
II 低温制备甲基橙.....	(31)
实验十五 肉桂酸的制备.....	(33)
实验十六 7,7-二氯双环[4.1.0]庚烷的制备.....	(34)
实验十七 胺的鉴定.....	(36)
实验十八 醛和酮的鉴定.....	(39)
实验十九 从茶叶中提取咖啡因及鉴定.....	(41)
实验二十 阿司匹林的制备——用三氯化铁溶液控制反应时间 (半微量制备).....	(44)
实验二十一 乙酰乙酸乙酯的制备.....	(45)
实验二十二 α -苯乙胺外消旋体的拆分.....	(47)
实验二十三 安息香缩合反应.....	(49)

第三节 设计性实验	(51)
实验二十四 乙酸戊酯的制备实验条件的研究	(51)
实验二十五 苯巴比妥的合成	(51)
实验二十六 多组分混合物的分离——环己醇、苯酚、苯甲酸 的分离	(52)
实验二十七 双酚 A 的合成	(52)
实验二十八 微波辐射法制备 9,10-二氢蒽-9,10- α,β 马来酸酐	(53)
实验二十九 苺叉丙酮的合成	(54)
主要参考文献	(55)
第六章 基本实验(V)	(56)
第一节 基础性实验	(56)
实验一 燃烧热的测定	(56)
实验二 凝固点降低法测定摩尔质量	(61)
实验三 双液系的气-液平衡相图	(64)
实验四 纯液体饱和蒸气压的测量	(68)
实验五 二组分固-液相图的测绘	(72)
第二节 综合性实验	(75)
实验六 配合物组成和稳定常数的测定	(75)
实验七 原电池电动势的测定	(79)
实验八 离子选择性电极的测试和应用	(84)
实验九 化学振荡反应	(87)
实验十 旋光法测定蔗糖转化反应的速率常数	(92)
实验十一 乙酸乙酯皂化反应速率常数的测定	(96)
实验十二 最大泡压法测定溶液的表面张力	(99)
实验十三 配合物的磁化率测定	(104)
实验十四 溶液法测定极性分子的偶极矩	(109)
第三节 设计性实验	(115)
实验十五 电泳	(115)
实验十六 煤的发热量的测定	(117)
实验十七 水-盐二组分固-液相图的测绘	(118)
实验十八 氯离子对混凝土中钢筋腐蚀的影响	(118)
主要参考文献	(119)
第七章 基本实验(VI)	(120)
第一节 基础性实验	(120)
实验一 流体流型演示实验	(120)
实验二 机械能转化演示实验	(122)

第二节 综合性实验	(125)
实验三 空气-蒸汽对流给热系数测定	(125)
实验四 流化床干燥实验	(132)
实验五 填料塔吸收传质系数的测定	(137)
实验六 流体流动阻力的测定	(140)
实验七 恒压过滤常数(真空过滤)测定实验	(145)
实验八 筛板精馏塔精馏实验	(150)
实验九 离心泵特性曲线测定	(154)
实验十 非均相分离演示实验装置	(158)
主要参考文献	(160)
第八章 创新性实验	(161)
实验一 从废铜制备硫酸铜和焦磷酸铜	(161)
实验二 磷酸盐在钢铁腐蚀中的应用	(162)
实验三 防锈颜料磷酸锌的制备	(163)
实验四 电厂水质综合检测	(164)
实验五 自组装膜金电极用于微量汞离子的检测研究	(164)
实验六 新型金纳米颗粒传感膜的制备和表面修饰	(164)
实验七 电化学分析法用于食品中微量亚硝酸根的检测	(165)
实验八 原子吸收光度法测定火电厂水汽中微量铁、铜、锌	(165)
实验九 奶粉中微量元素 Zn、Cu 的原子吸收光度法测定	(165)
实验十 电位滴定法测定维生素 B ₁ 药丸中维生素 B ₁ 含量	(165)
实验十一 未知有机物的结构鉴定	(166)
实验十二 丙交酯的制备研究	(166)
实验十三 采用原电池法从废旧电子元件中提取银	(167)
实验十四 纳米 TiO ₂ 光催化降解甲基橙的动力学研究	(167)
实验十五 C—O—C、C=O、O—H 等基团对导热涂料传热 效果的影响	(167)
实验十六 应用热重分析仪研究物质的分解	(168)
主要参考文献	(168)
附录	(170)
附录 A 常用有机溶剂的纯化	(170)
附录 B 常用溶剂的沸点、溶解性和毒性	(175)
附录 C 常见有机化合物物化常数	(180)
附录 D 部分仪器的使用方法	(190)
附录 E 常压下乙醇-水的气-液平衡数据	(195)
附录 F 氨在水中的亨利系数	(195)
附录 G 乙醇-水溶液的密度	(196)

实验步骤

1. 硝酸银试验

取 1 mL 5% AgNO_3 乙醇溶液盛于试管中,加 2~3 滴试样,振荡后静置 5 min,若无沉淀可煮沸片刻,生成白色或黄色沉淀,加入 1 滴 5% HNO_3 ,沉淀不溶者视为正反应;若煮沸后只稍微出现混浊(加 5% HNO_3 又会发生溶解),而无沉淀,则视为负反应。具体试验现象见表 5-1-1。

表 5-1-1 硝酸银试验现象

样品	正氯丁烷	仲氯丁烷	叔氯丁烷	正溴丁烷	溴苯	氯苯	三氯甲烷
现象	加热沉淀	加热沉淀	立即沉淀	加热沉淀	—	立即沉淀	—

2. NaI(KI) 丙酮溶液试验

在清洁干燥的试管中加入 2 mL 15% NaI 丙酮溶液,加入 4~5 滴试样,记下加入试样的时间,振荡后观察并记录生成沉淀所需的时间。若 5 min 内仍无沉淀生成,可将试管于 50 °C 水浴中温热(注意:勿超过 50 °C),在 6 min 末,将试管冷至室温,观察是否发生反应,记录结果(表 5-1-2)。

表 5-1-2 NaI 丙酮溶液试验现象

样品	正氯丁烷	仲氯丁烷	仲溴丁烷	叔氯丁烷	溴苯
现象	温热沉淀	温热沉淀	温热沉淀	3 min 内沉淀	—

3. 未知物的鉴定

现有 4 瓶无标签试剂,试设计一个表格,列出可能的未知物、选用的鉴定反应和预期出现的现象,给 4 瓶试剂分别贴上标签。

实验二 糖的鉴定

实验目的

- (1) 验证和巩固糖类物质的主要化学性质。
- (2) 熟悉糖类物质的鉴定方法。
- (3) 掌握成脎反应,学习根据糖脎的结晶形状初步判断糖的种类。

实验原理

1. Molish 反应

糖与 α -萘酚在浓硫酸存在下,生成紫色环。

酮糖能与间苯二酚反应,而醛糖不能,据此可区别酮糖和醛糖。

2. 还原性

还原糖:含有半缩醛(酮)的结构,能使 Fehling、Benedict 和 Tollens 试剂还原。

非还原糖:不与 Fehling、Benedict 和 Tollens 试剂作用。

3. 糖脎

单糖与过量苯肼形成糖脎,根据糖脎的晶形、生成时间区别单糖。

二糖中麦芽糖、乳糖、纤维二糖等还原糖能成脎,非还原性二糖如蔗糖不能成脎。

4. 淀粉水解

遇碘变蓝。

实验试剂

糖水溶液(5%); α -萘酚乙醇溶液(10%);浓硫酸;五结晶水酒石酸钾钠(17 g);五水合硫酸铜(20.8 g);氢氧化钠(5 g);无水碳酸钠。

实验步骤

1. α -萘酚试验(Molish 试验)

在试管中加入 0.5 mL 5%糖水溶液,滴入 2 滴 10% α -萘酚乙醇溶液,混合均匀后把试管倾斜 45°,沿管壁慢慢加入 1 mL 浓硫酸(勿摇动),硫酸在下层,试液在上层,若两层交界处出现紫色环,表示溶液含有糖类化合物(表 5-1-3)。

表 5-1-3 Molish 试验现象

样品	葡萄糖	蔗糖	淀粉	滤纸浆
现象	+	+	+	-

2. Fehling 试验

取 Fehling I 和 Fehling II 溶液各 0.5 mL,混合均匀,并于水浴中微热后,加入样品 5 滴,振荡,再加热,注意颜色变化及有无沉淀析出(表 5-1-4)。

表 5-1-4 Fehling 试验现象

样品	葡萄糖	果糖	蔗糖	麦芽糖
现象	+	+	-	+

Fehling 溶液的配制:因酒石酸钾钠和 $\text{Cu}(\text{OH})_2$ 混合后生成的配合物不稳定,故需分别配制,试验时将两溶液混合。

Fehling I 溶液:将 3.5 g $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ 溶于 100 mL 水中,得淡蓝色液体。

Fehling II 溶液:将 17 g 五结晶水酒石酸钾钠溶于 20 mL 热水中,然后加入 20 mL 含 5 g NaOH 的水溶液,稀释至 100 mL 即得无色清亮液体。

3. Benedict 试验

用 Benedict 试剂代替 Fehling 试剂做以上试验,试验现象如表 5-1-5 所示。

表 5-1-5 Benedict 试验现象

样品	葡萄糖	果糖	蔗糖	麦芽糖
现象	+	+	-	+

Benedict 试剂的配制:取 173 g 柠檬酸钠和 100 g 无水 Na_2CO_3 溶解于 800 mL 水中。再取 17.3 g $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ 溶解在 100 mL 水中,慢慢将此溶液加入上述溶液中,最后用水稀释至 1 L,如溶液不澄清,可过滤之。

Benedict 试剂为 Fehling 试剂的改进,试剂稳定,不必临时配制,同时它还原糖类时很灵敏。

4. Tollens 试验

在洗净的试管中加入 1 mL Tollens 试剂,再加入 0.5 mL 5%糖水溶液,在 50 °C 水浴中温热,观察有无银镜(表 5-1-6)。

表 5-1-6 Tollens 试验现象

样品	葡萄糖	果糖	蔗糖	麦芽糖
现象	+	+	-	+

5. 成脎反应

在试管中加入 1 mL 5%试样,再加入 0.5 mL 10%苯肼盐酸盐溶液和 0.5 mL 15%醋酸钠溶液,在沸水浴中加热并不断振摇,比较产生脎结晶的速度,记录成脎的时间,并在低倍显微镜下观察脎的结晶形状(表 5-1-7)。

表 5-1-7 成脎反应现象

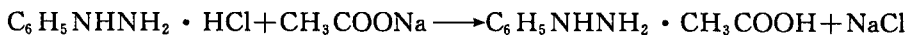
样品	葡萄糖	果糖	蔗糖	麦芽糖
现象	+	+	-	+

6. 淀粉水解

在试管中加入 3 mL 淀粉溶液,再加入 0.5 mL 稀硫酸,在沸水浴中加热 5 min,冷却后用 10%NaOH 溶液中和至中性。取 2 滴与 Fehling 试剂作用,观察现象。

实验注意事项

(1) 醋酸钠与苯肼盐酸盐作用生成苯肼醋酸盐,易水解生成苯肼。



苯肼毒性较大,实验过程中应小心,防止溢出或沾到皮肤上。如触及皮肤,应先

用稀醋酸洗,然后水洗。

(2) 蔗糖不与苯肼作用生成脎,但长时间加热可能水解成葡萄糖和果糖,而有少量脎沉淀出现。

实验三 工业酒精的蒸馏

实验目的

掌握蒸馏的基本原理和意义,掌握蒸馏的基本操作。

实验原理

蒸馏是分离和提纯液态有机物常用的重要方法之一。

液体分子由于分子运动有从表面逸出的倾向。在密闭容器中,当分子由液体逸出的速度与分子由蒸气中回到液体中的速度相等时,液面上的蒸气保持一定的压力,即达到饱和,称为饱和蒸气压。实验证明,液体的蒸气压只与温度有关,与液体和蒸气的绝对量无关。

当液态物质受热时,它的蒸气压随温度升高而增大。待蒸气压大到和大气压或所给压力相等时,液体沸腾,此时的温度称为液体的沸点。每种纯液态有机物在一定压力下具有固定的沸点。

所谓蒸馏就是将液态物质加热到沸腾变为蒸气,又将蒸气冷凝为液体这两个过程的联合操作。利用蒸馏可将易挥发和不易挥发的物质分离,将沸点相差较大(如相差 30°C)的液态混合物分离。纯液态有机物在蒸馏过程中沸点范围很小($0.5\sim 1^{\circ}\text{C}$),所以蒸馏可用来测定沸点。如果在蒸馏过程中,沸点发生变动,说明物质不纯,可用来检验物质的纯度。但沸点一定的物质不一定是纯物质,某些有机物往往能和其他组分形成二元或三元共沸混合物。

实验仪器及试剂

烧瓶(50 mL);蒸馏头;温度计;温度计套管;直形冷凝管;接收器;锥形瓶;量筒;漏斗;十字夹;铁架台;冷凝管夹。

工业酒精 30 mL;沸石。

蒸馏装置主要包括蒸馏瓶、冷凝管和接收器三部分。

安装仪器顺序一般都是自下而上,从左到右。要准确端正,横平竖直。

所蒸馏的原料体积应占蒸馏瓶容量的 $1/3\sim 2/3$ 。

温度计水银球的位置:温度计水银球的上限应和蒸馏头侧管的下限在同一水平线上。

冷凝管出水口的方向:从下口流入,从上口流出,以保证冷凝管的套管中始终充满水。

同一实验桌上的两套装置应蒸馏瓶对蒸馏瓶或接收器对接收器,以防止火灾。

蒸馏易燃液体,接收器上应连接一长橡皮管通入水槽或室外。

蒸馏的物质易受潮时,接收器上可连接一干燥管。

当蒸馏的液体沸点高于 140 °C 时,应该换用空气冷凝管。

实验步骤

加料:将待蒸馏液通过长颈玻璃漏斗倒入蒸馏瓶中,注意不要使液体从支管中流出。加入沸石,塞好带温度计的塞子。

选用合适的热浴。

先通水后加热。(如何控制火的大小?)

注意蒸馏速度,通常以每秒 1~2 滴为宜。如实记录收集液体的沸程($\Delta T \leq 2\text{ }^{\circ}\text{C}$)。

进行蒸馏前,至少要准备两个接收瓶。在达到沸点前先蒸出的馏液称为前馏分,正式接收馏液的接收瓶应事先称重并做记录。

不管蒸馏什么物质,即使杂质含量很少,也不能蒸干,防止爆炸。

测定液体物质的纯度,可通过测定它的折射率来判断。

蒸馏完毕,先应灭火,然后停止通水,先取下接收器,然后取下尾接管、冷凝管、蒸馏头和蒸馏瓶。

实验注意事项

(1) 不要忘记加沸石,每次重蒸前都要重新添加沸石。若忘记加沸石,则需待液体冷却一段时间后,再行补加,防止暴沸。

(2) 系统不能封闭,尤其在装配有干燥管或气体吸收装置时更要注意。

(3) 若用油浴加热,切不可将水弄进油中。

(4) 蒸馏过程中欲向烧瓶中加入液体,必须停火后进行,不得中断冷凝水。

(5) 蒸馏过程需密切注意温度计读数。液体在接近沸点时蒸气增多并上升,当蒸气到达温度计水银球后,温度计读数会快速上升直达沸点;而蒸馏完毕后,温度计读数会下降,这也是某一组分液体蒸馏完成的标志。

(6) 在蒸馏前应检查是否有对热敏感物质,如乙醚中是否有过氧化物,若有,须除去后方可蒸馏。在蒸馏过程中,不得离人。如遇停水,应立即关闭火源。

实验四 环己烯的制备

实验目的

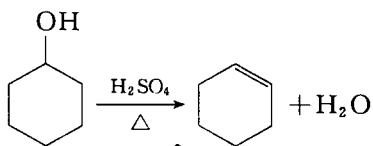
(1) 学习以浓硫酸催化环己醇脱水制备环己烯的原理与方法。

(2) 掌握分馏和水浴蒸馏的基本操作技能。

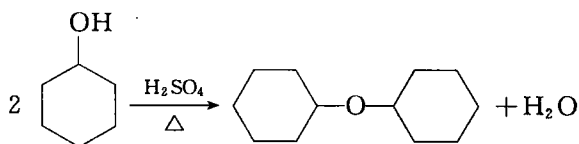
实验原理

实验室中通常可以用浓磷酸或浓硫酸作催化剂,脱水制备环己烯。本实验以浓硫酸作脱水剂来制备环己烯。

主反应:



副反应:



实验仪器及试剂

圆底烧瓶(50 mL);分馏柱;直形冷凝管;石棉网;三角烧瓶(50 mL);烧杯;分液漏斗。

环己醇(15.6 mL, 15 g, 0.15 mol);浓硫酸;精盐;碳酸钠溶液(5%);无水氯化钙;沸石。

实验步骤

1. 环己烯粗产品的制备

将 15 g 环己醇、1 mL 浓硫酸和几粒沸石依次加入 50 mL 干燥的圆底烧瓶中,充分振荡使之混合均匀,安装分馏装置,接上冷凝管,接收瓶浸在冷水浴中。将烧瓶里的混合物加热至沸腾,控制分馏柱馏出温度不超过 90 °C。慢慢蒸出环己烯和水的混浊液体。当烧瓶中只剩下很少量的残渣并出现阵阵白雾时,即可停止加热,全部蒸馏时间为 1 h 左右。

2. 粗产品的后处理

馏出液先用食盐饱和,然后加 5% 的碳酸钠溶液 3~4 mL 中和微量的酸。将液体转入分液漏斗中,振荡后静置分层,分出有机相(上层),上层粗产品转入干燥的小三角烧瓶中,加入 1~2 g 无水氯化钙干燥。

3. 粗产品的提纯

将干燥后清亮透明的溶液滤入蒸馏瓶中,加入沸石,水浴蒸馏,用一干燥的小三角烧瓶收集 80~85 °C 的馏分,称重,计算产率。

纯环己烯为无色液体,沸点为 82.98 °C,折射率为 1.446 5,相对密度为 0.808。

实验注意事项

(1) 本实验也可用浓磷酸代替浓硫酸作脱水剂,其用量必须是浓硫酸的一倍以上。它与浓硫酸相比有明显的优点:①不生成炭渣;②不产生难闻气体(二氧化硫)。

(2) 环己烯在常温下是黏稠状液体(熔点为 24 °C),若用量筒量取时应注意转移中的损失。

(3) 最好使用空气浴,即将烧瓶底稍微离开石棉网进行加热,使蒸馏瓶受热均匀,防止局部过热。

(4) 本实验关键在于控制反应温度。反应中环己烯与水形成共沸物(沸点 70.8 °C,含水 10%),环己醇与环己烯形成共沸物(沸点 64.9 °C,含环己醇 30.5%),环己醇与水形成共沸物(沸点 97.8 °C)。因此,在加热时温度不可过高,蒸馏速度不可太快,以减少未作用的环己醇的蒸出。

(5) 加入食盐的目的是减少有机物在水中的溶解度,但食盐也不可加得过多,以免堵塞活塞孔。

(6) 水层应尽可能分离完全,否则将增加无水氯化钙的用量,使产物更多地被干燥剂吸附而招致损失。无水氯化钙还可除去少量环己醇。

(7) 蒸馏装置必须充分干燥,否则产品有可能出现混浊(含水),需重新干燥后蒸馏。

思考题

- (1) 在制备过程中为什么要控制分馏柱顶部的温度?
- (2) 在粗制的环己烯中,加入精盐使水层饱和的目的是什么?
- (3) 在蒸馏产物时,若在 80 °C 以下有较多液体蒸出,这是什么原因? 如何避免?

第二节 综合性实验

实验五 1-溴丁烷的制备

实验目的

- (1) 学习以溴化钠、浓硫酸和正丁醇制备 1-溴丁烷的原理和方法。
- (2) 练习带有吸收气体装置的回流加热操作。

实验原理

正丁醇与溴化钠、浓硫酸共热而制得 1-溴丁烷。

主反应: