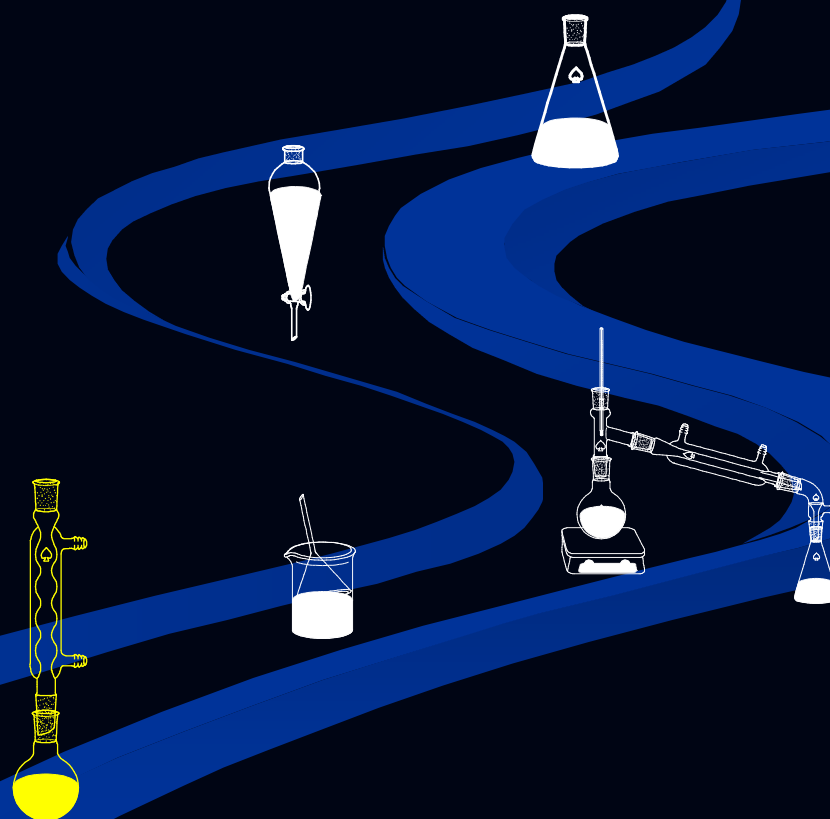
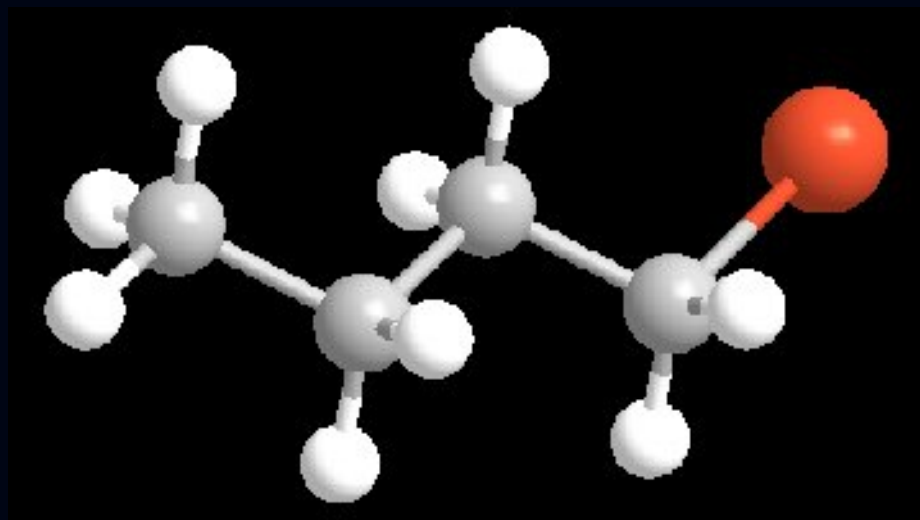


实验1 1-溴丁烷的制备及折光率的测定



一、实验目的：

- 学习以溴化钠、浓硫酸和正丁醇制备正溴丁烷的原理与方法；
- 练习带有吸收有害气体装置的回流加热操作。

二、实验原理：

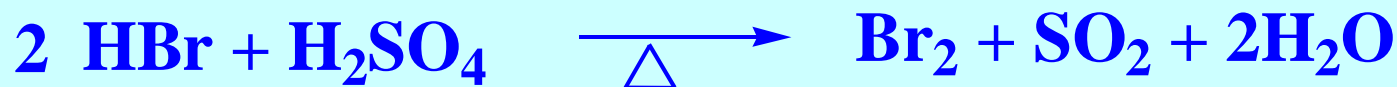
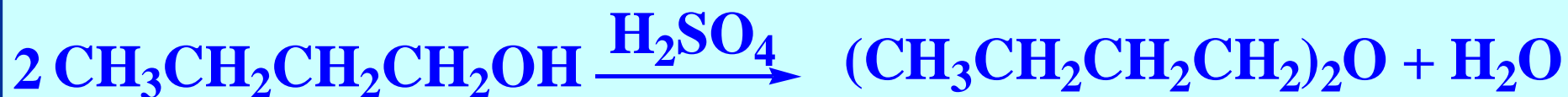
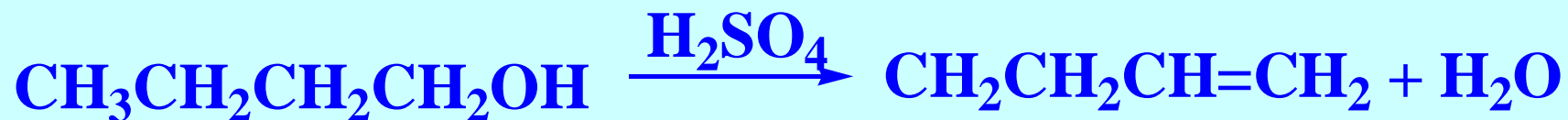
- 本实验中正溴丁烷是由正丁醇与溴化钠、浓硫酸共热而制得：



主反应：



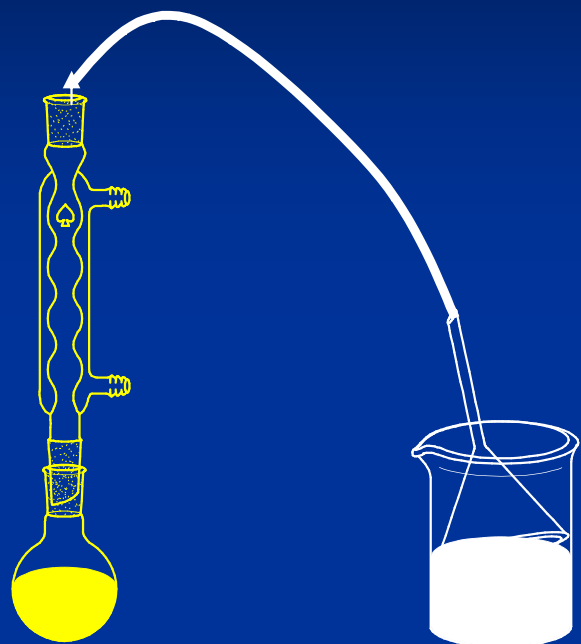
副反应：



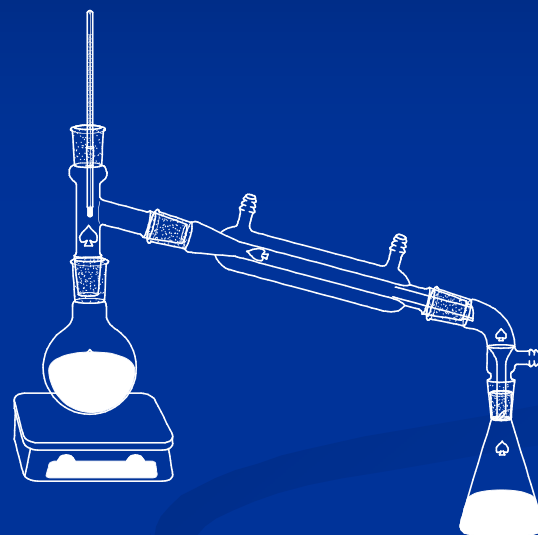
三、试剂

- 7.4g (9.2ml , 0.10mol) 正丁醇 ,
- 13g (约0.13mol) 无水溴化钠 ,
- 浓硫酸 ,
- 饱和碳酸氢钠溶液 ,
- 无水氯化钙

四、实验装置



回流装置



蒸馏装置



分液装置

五、实验步骤

13g 溴化钠

9.2ml 正丁醇

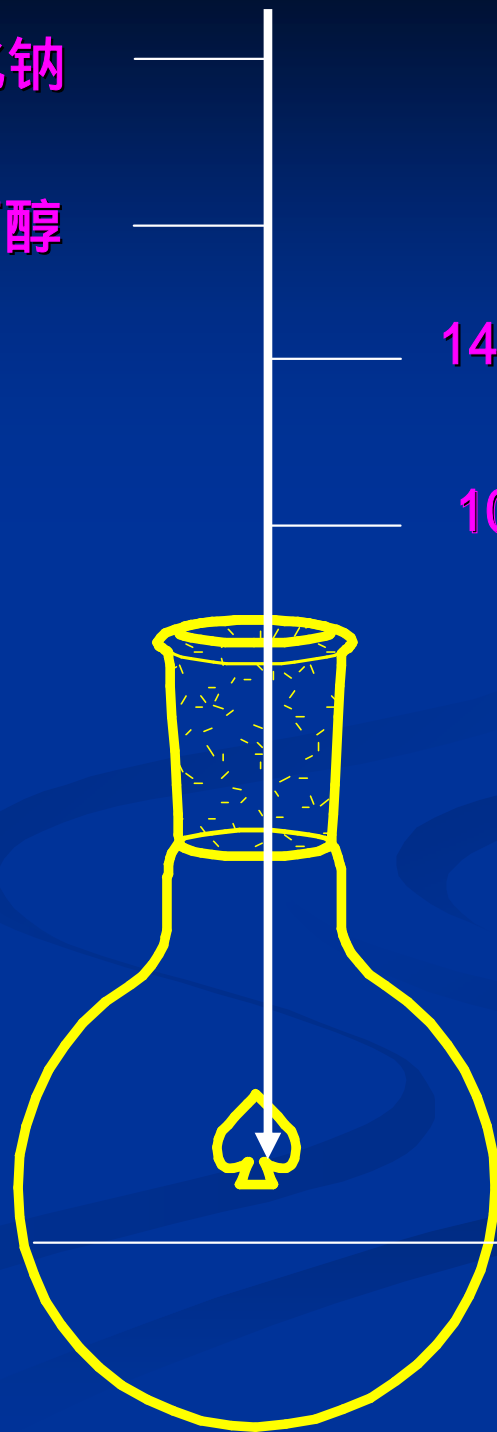
14ml 浓 H_2SO_4

10ml 水

■ 1、投料

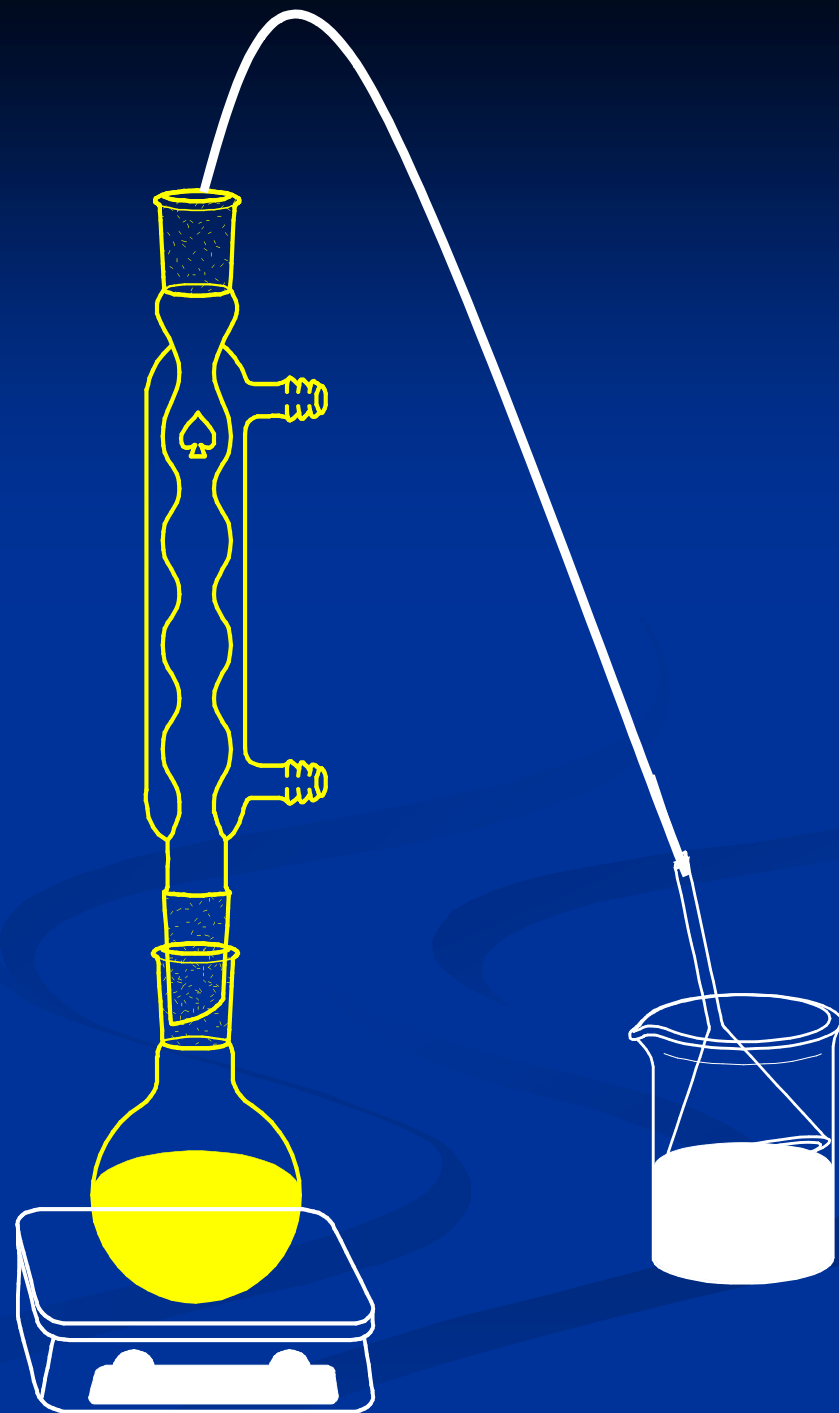
在圆底烧瓶中加入10ml水，再慢慢加入14ml浓硫酸，混合均匀并冷至室温后，再依次加入9.2ml正丁醇和13g溴化钠，充分振荡后加入几粒沸石。

（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正溴丁烷。硫酸用量和浓度过大，会加大副反应进行；若硫酸用量和浓度过小，不利于主反应的发生，即氢溴酸和正溴丁烷的生成）



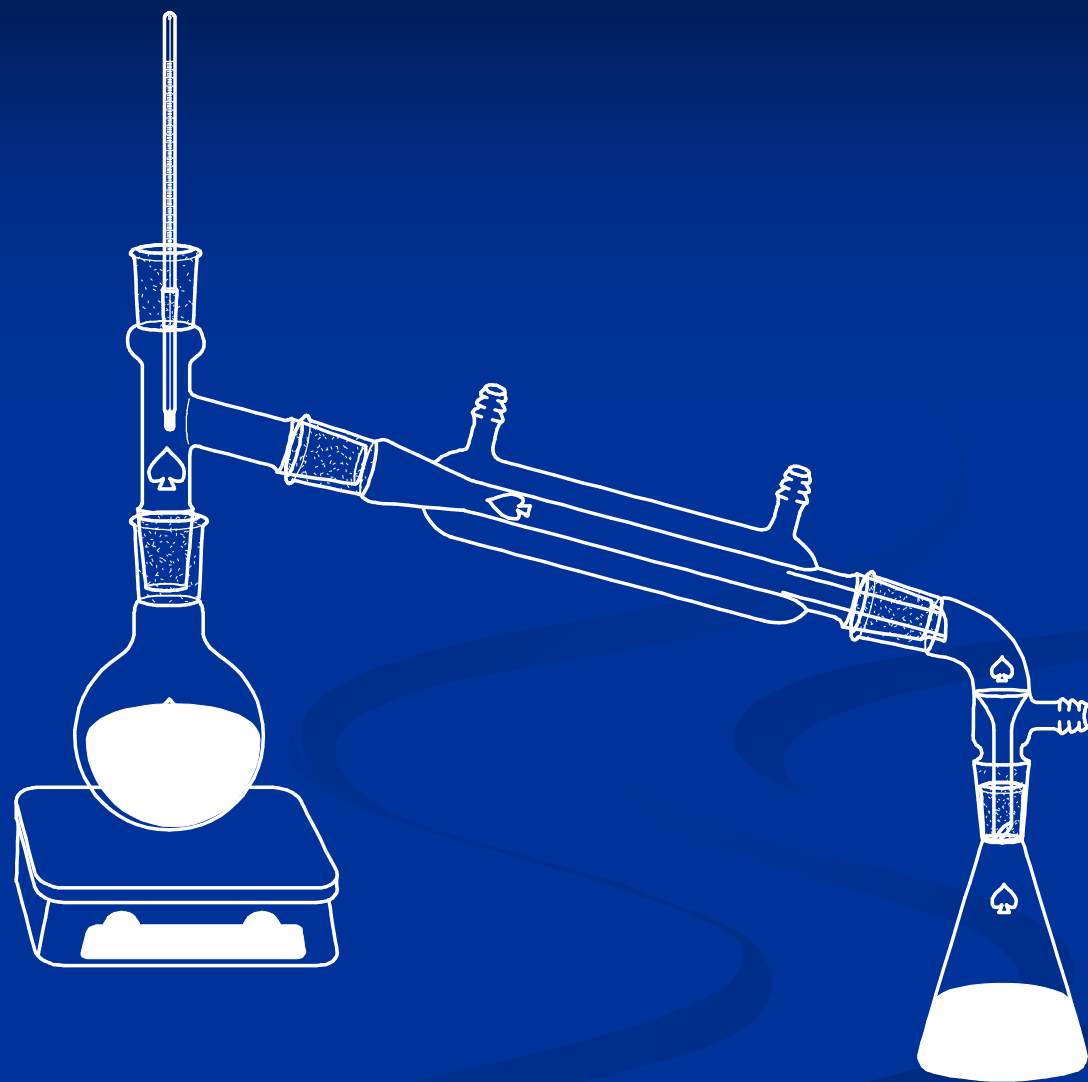
2、加热回流

- 以电热套为热源，安装回流装置（含气体吸收部分）。
- 加热至沸，反应约30—40min。



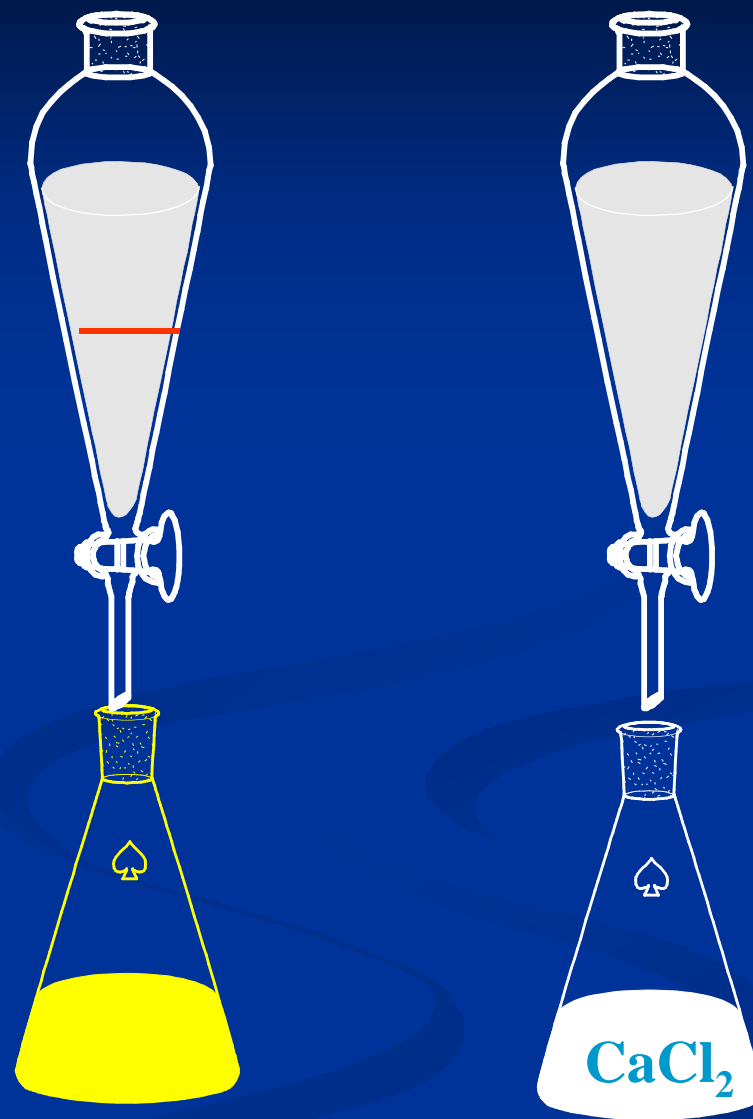
3、分离粗产物

- 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）。



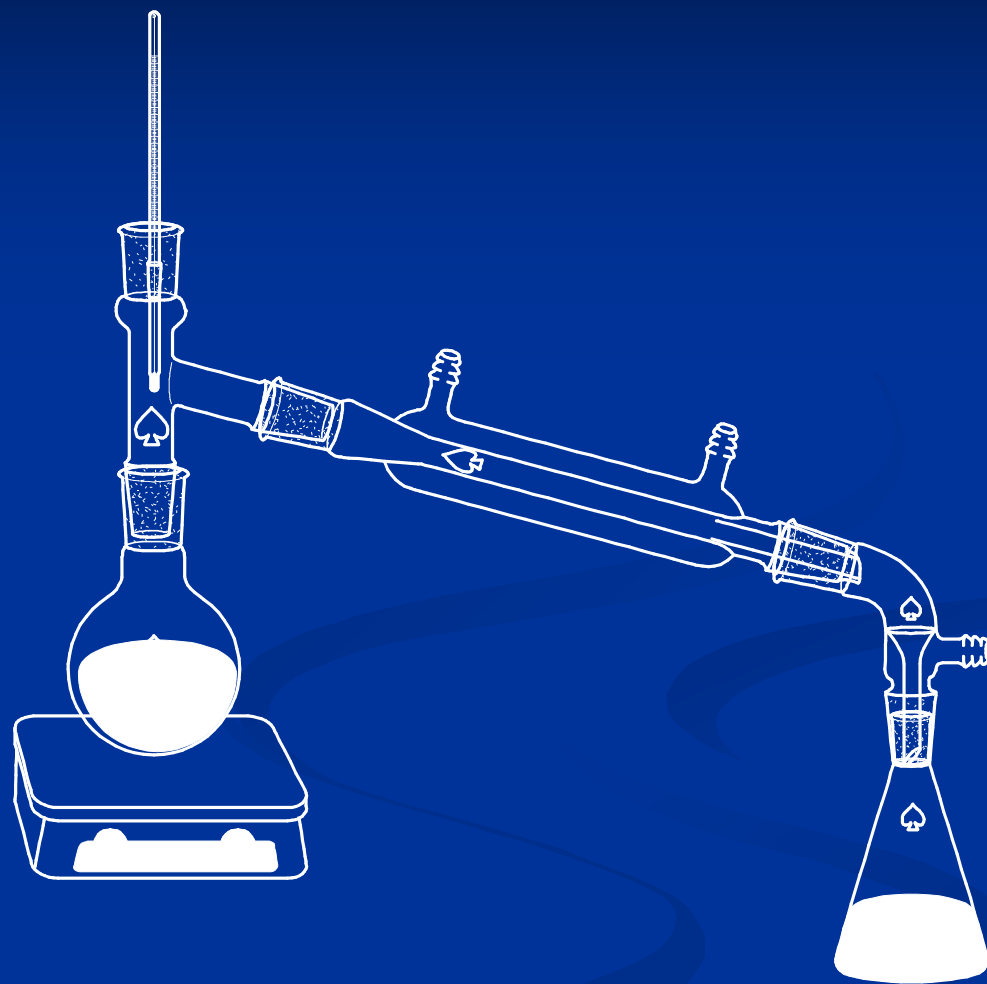
■5、洗涤粗产物

- 将馏出液移至分液漏斗中，加入等体积的水洗涤（产物在下层），静置分层后，将产物转入另一干燥的分液漏斗中，用等体积的浓硫酸洗涤（除去粗产物中的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）。有机相依次用等体积的水（除硫酸）、饱和碳酸氢钠溶液（中和未除尽的硫酸）和水（除残留的碱）洗涤后，转入干燥的锥形瓶中，加入1—2g的无水氯化钙干燥，间歇摇动锥形瓶，直到液体清亮为止。



6、收集产物

- 将干燥好的产物移至小蒸馏瓶中，在石棉网上加热蒸馏，收集99—103 的馏分。



7、折光率的测定

- 用阿贝折光仪测定产物的折光率。



实验关键步骤：

- 投料时应严格按教材上的顺序；投料后，一定要混合均匀。
- 反应时，保持回流平稳进行，防止导气管发生倒吸。
- 洗涤粗产物时，注意正确判断产物的上下层关系。
- 干燥剂用量合理。

六、思考题

- 1、反应后的粗产物中含有哪些杂质？各步洗涤的目的何在？
- 2、用分液漏斗洗涤产物时，正溴丁烷时而在上层，时而在下层，若不知道产物的密度，可用什么简便的方法加以判断？
- 3、正溴丁烷必须蒸完，否则会影响产率，这可以从以下几个方面判断：
 - (1) 溜出液是否由浑浊变为澄清。
 - (2) 反应瓶上层油层是否消失。
 - (3) 取一试管收集几滴溜出液，加水振摇，观察有无油珠出现。
- 4、产物处理过程中，加入浓硫酸是为了除去未反应的正丁醇，否则它与正溴丁烷形成共沸物而难以除去。