



有机化学实验

1-溴丁烷的合成

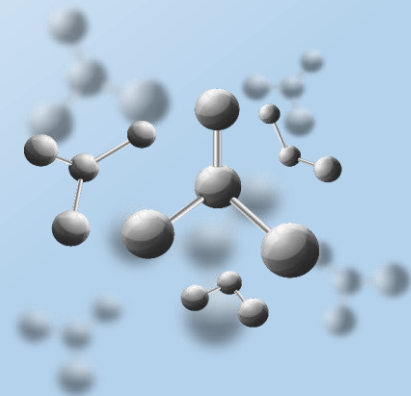
复旦大学化学教学实验中心





实验目的

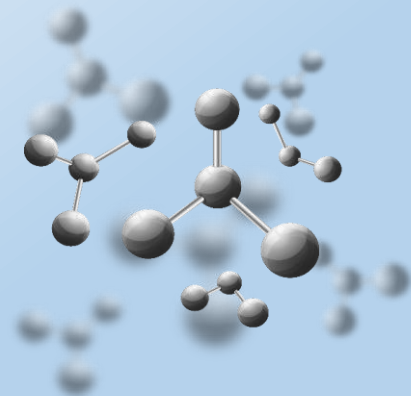
1. 学习气体吸收装置的安装
2. 掌握用分液漏斗进行萃取、洗涤、分液的方法
3. 掌握用干燥剂干燥液体有机物的方法
4. 合成 1-溴丁烷





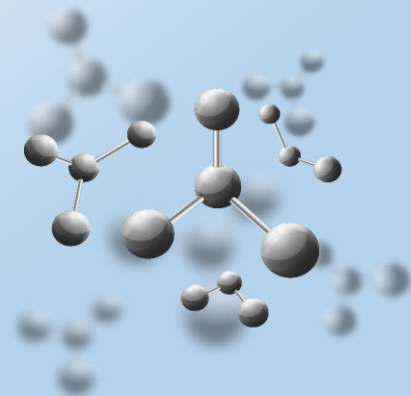
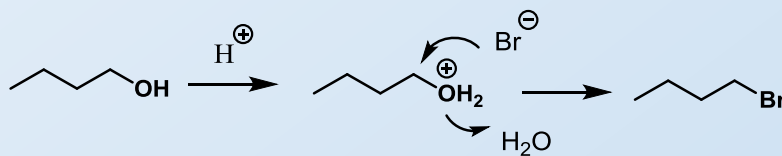
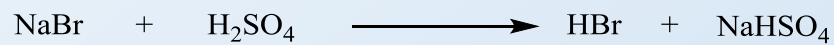
实验背景

1-溴丁烷是一种化学物质，分子式是 C_4H_9Br 。无色透明液体，不溶于水，微溶于四氯化碳，溶于氯仿，混溶于乙醇、乙醚、丙酮。可用作烷化剂、溶剂、稀有元素萃取剂和用于有机合成。





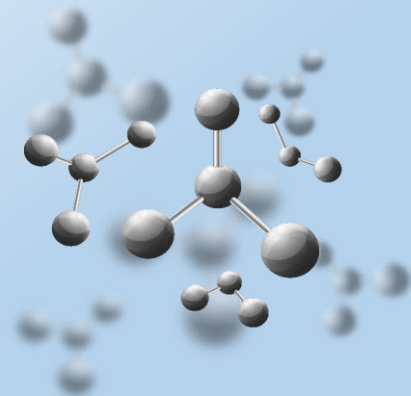
实验原理





实验中名词

1. 回流冷凝
2. 气体吸收
3. 萃取、洗涤
4. 粗蒸馏
5. 精蒸馏





实验药品

溴化钠 FW 102.89

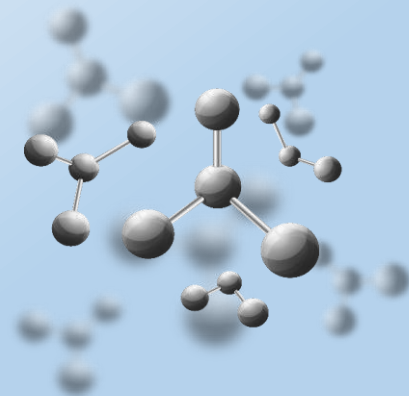
浓硫酸 FW 98 *d* 1.84

正丁醇 FW 74.12 *bp* 117.7 °C *d* 0.810

乙醇 FW 46.07 *bp* 78.3°C *d* 0.789

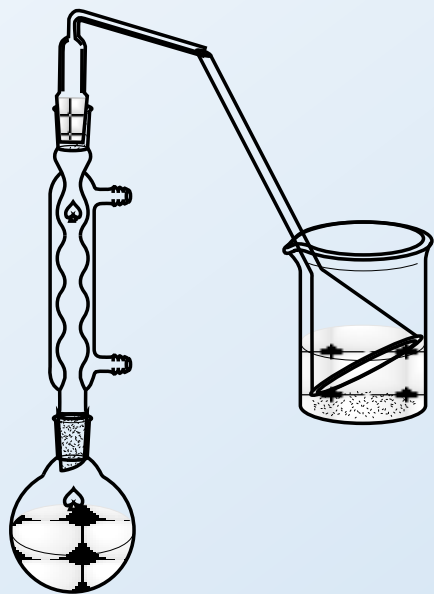
碳酸氢钠 FW 84.01

无水氯化钙 FW110.98

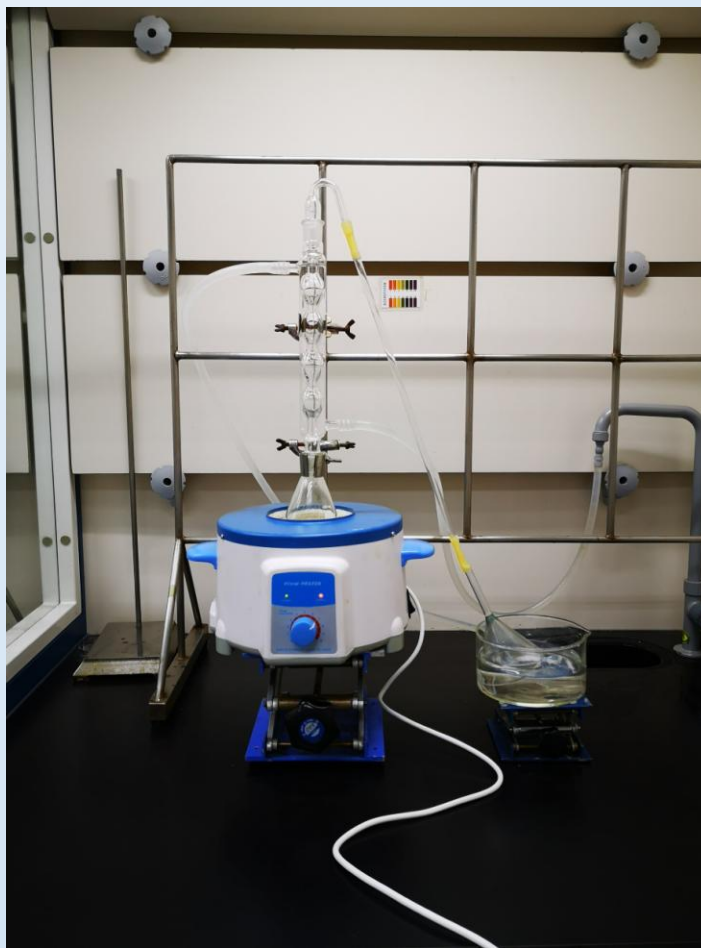




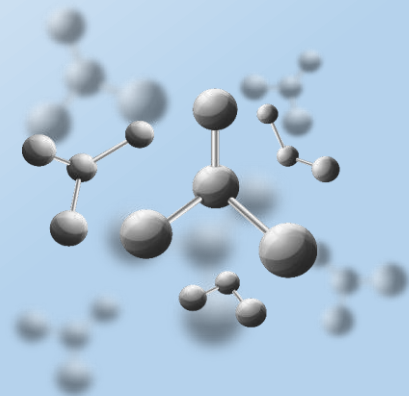
实验内容-回流、气体吸收装置



回流、气体
吸收装置

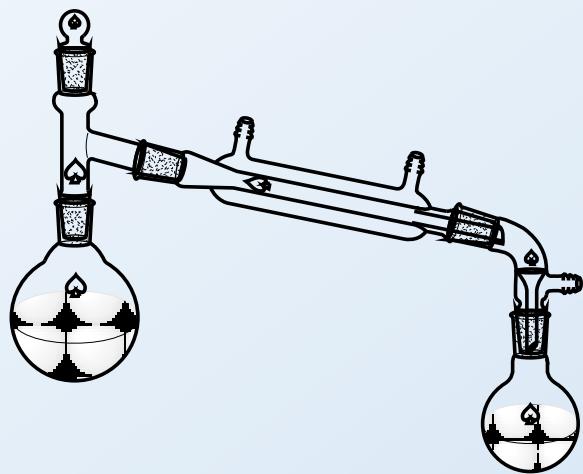


回流、气体吸
收装置

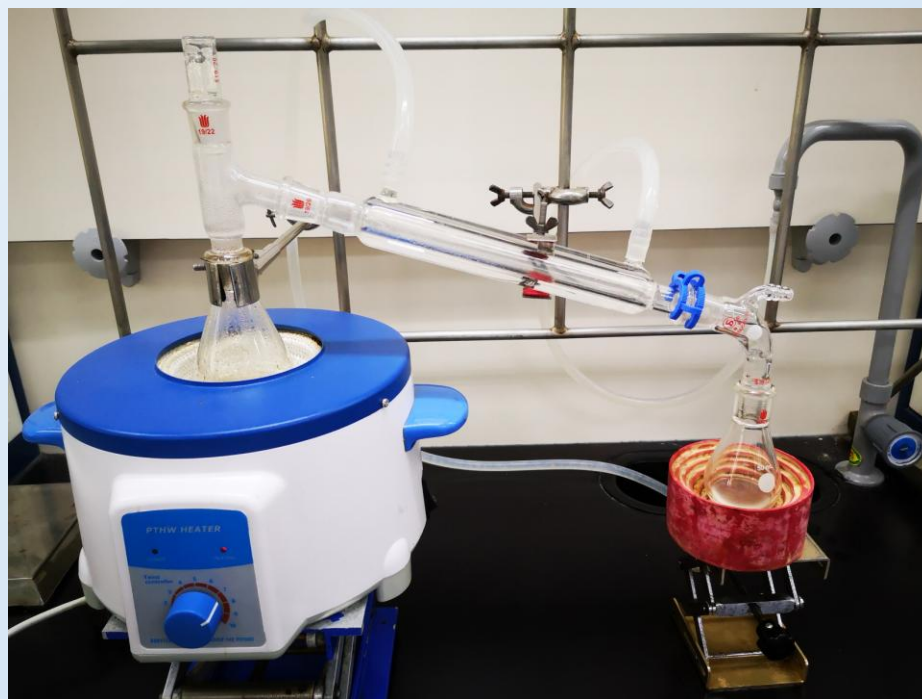




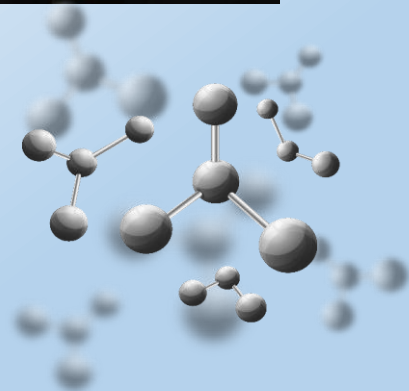
实验内容-粗蒸馏



粗蒸馏



粗蒸馏

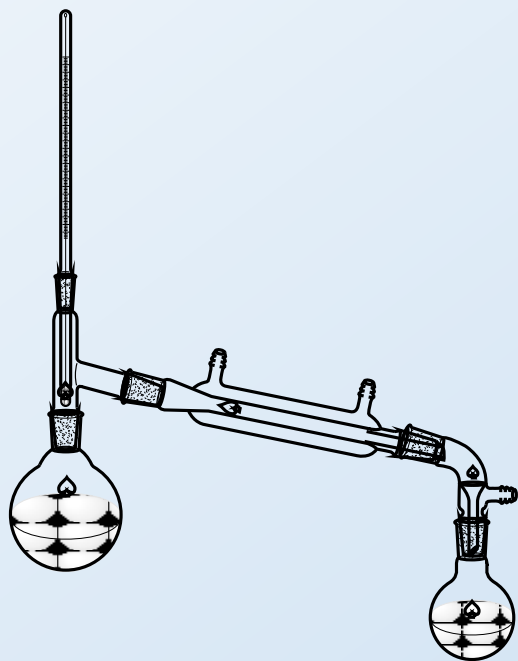




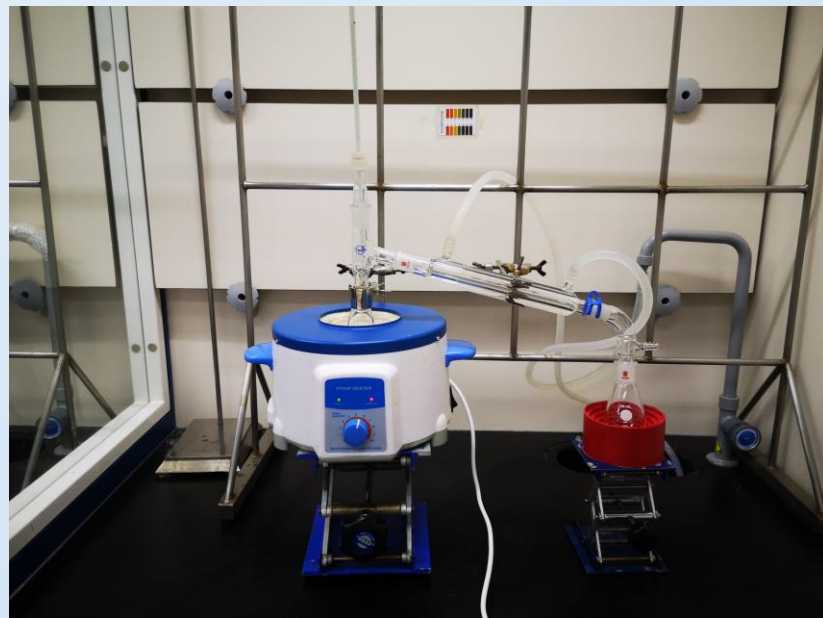
实验内容-萃取、精蒸馏



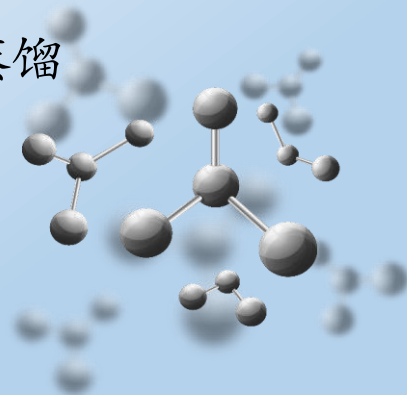
萃取



精蒸馏



精蒸馏





实验步骤

1. 加热回流反应

100 mL圆底烧瓶中加入10 mL的水，10 mL的浓硫酸，8 mL的正丁醇和11.5 g的溴化钠，1-2颗沸石，回流0.5 h。

2. 粗蒸馏

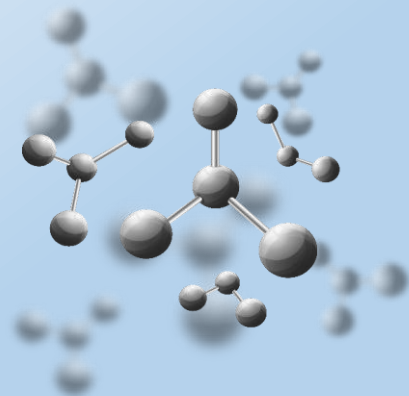
换成蒸馏装置，进行蒸馏。直至馏出液无油滴或澄清为止。

3. 萃取、干燥

分别用10 mL的水，10ml浓硫酸洗涤粗蒸馏产物，再用水、碳酸钠水溶液和水洗涤一次洗涤，无水氯化钙干燥。

4. 精蒸馏

将干燥后的产物滤入干燥圆底烧瓶，进行精蒸馏。收集99~103°C的馏分，称重，计算产率。





注意事项

1. 气体吸收装置中的漏斗与水面间的空隙要控制好。
2. 浓硫酸与水的加入顺序不能改变，必须浓硫酸慢慢滴入水中。
3. 溴化钠加入后可用纸巾将瓶口粉末擦拭，保证气密性。
4. 回流反应中控制反应速率。
5. 产物粗蒸馏时判断产物是否蒸完全，用盛水的烧杯接两滴馏出液，观察是否分层。
6. 蒸馏装置搭与拆需要按照顺序。
7. 萃取过程中首先需要对分液漏斗检漏，萃取过程中按照规范操作姿势，及时打开旋塞放气。
8. 精蒸馏前馏分判断看温度计是否恒定不变，便可接住产物。

