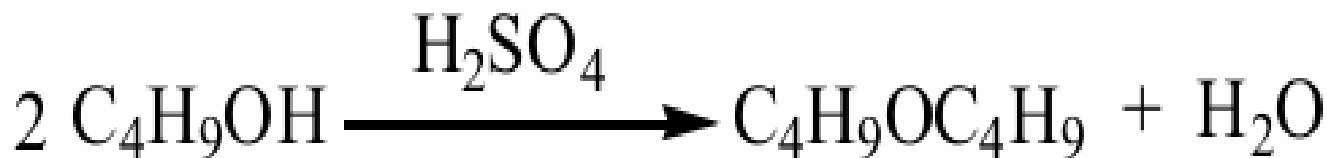


实验三 1-溴丁烷的合成及精蒸馏

一 实验目的

- ① 学习由醇制备卤代烃的原理和方法
- ② 练习带有吸收有害气体装置的回流加热操作
- ③ 学习液液萃取的原理及分液漏斗的使用方法

二 实验原理



三 物理参数

药品名称	分子量 (mol wt)	用量	沸点 (°C)	比重 (d_4^{20})	水溶解度 (g/100ml)
正丁醇	74.12	8ml	117.7	0.810	7.9
1-溴丁烷	137.03		101.6	1.299	不溶于水
溴化钠	102.89	11.5g	77.1	0.901	微溶于水
浓硫酸	98	13ml		1.84	易溶于水
其他药品	碳酸氢钠溶液、无水氯化钙				

四 实验装置图

① 1-溴丁烷的合成

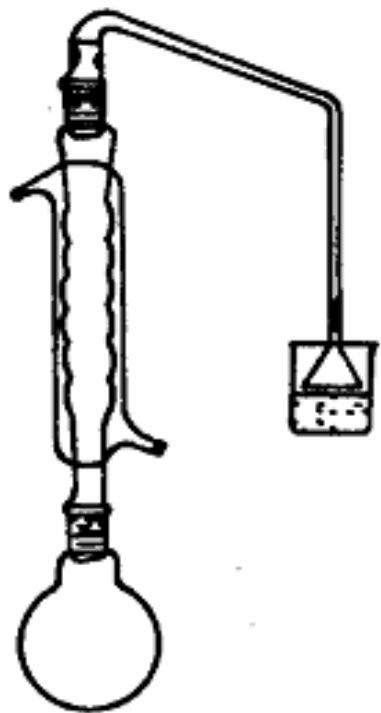


图 4-1 带气体吸收的回流装置图

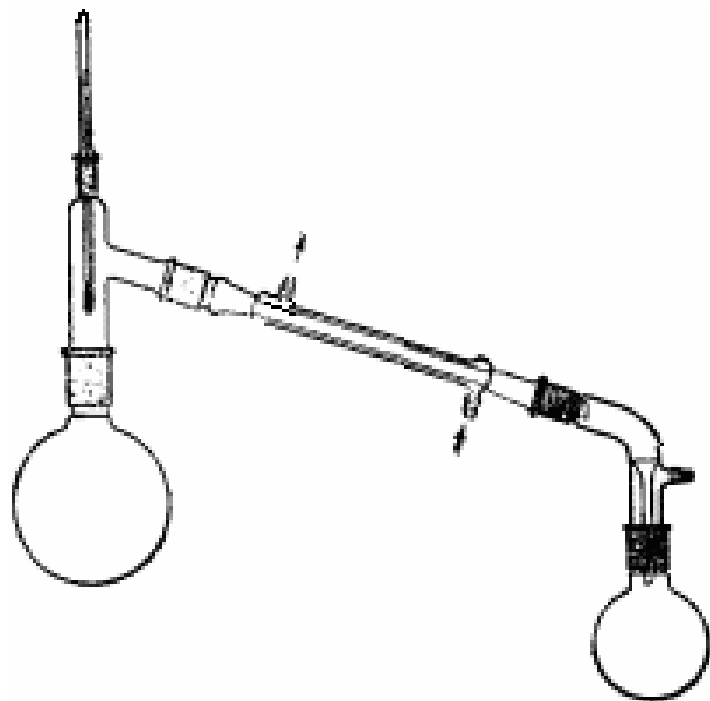


图 4-2 简单蒸馏装置

② 1-溴丁烷的纯化和精蒸馏

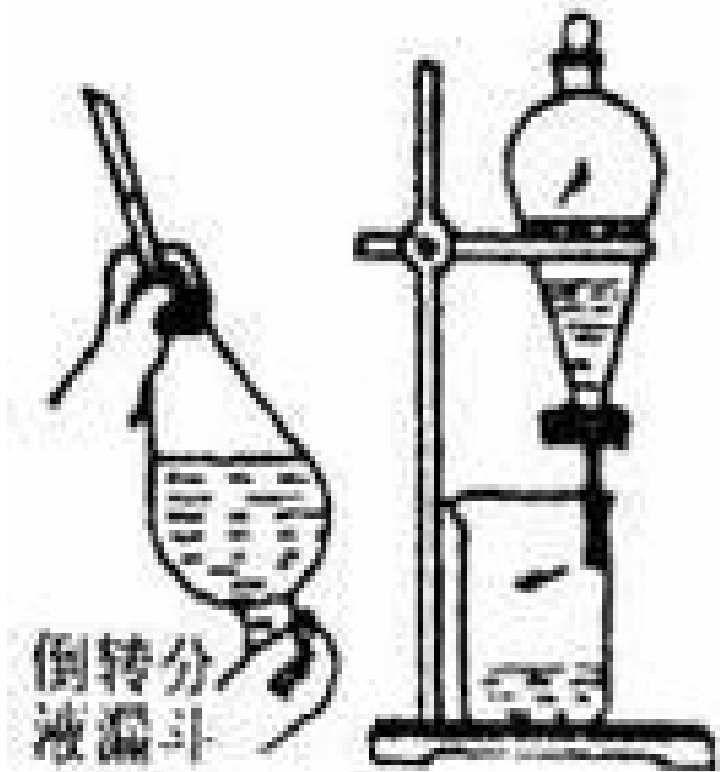


图 4-3 使用分液漏斗提纯粗产物

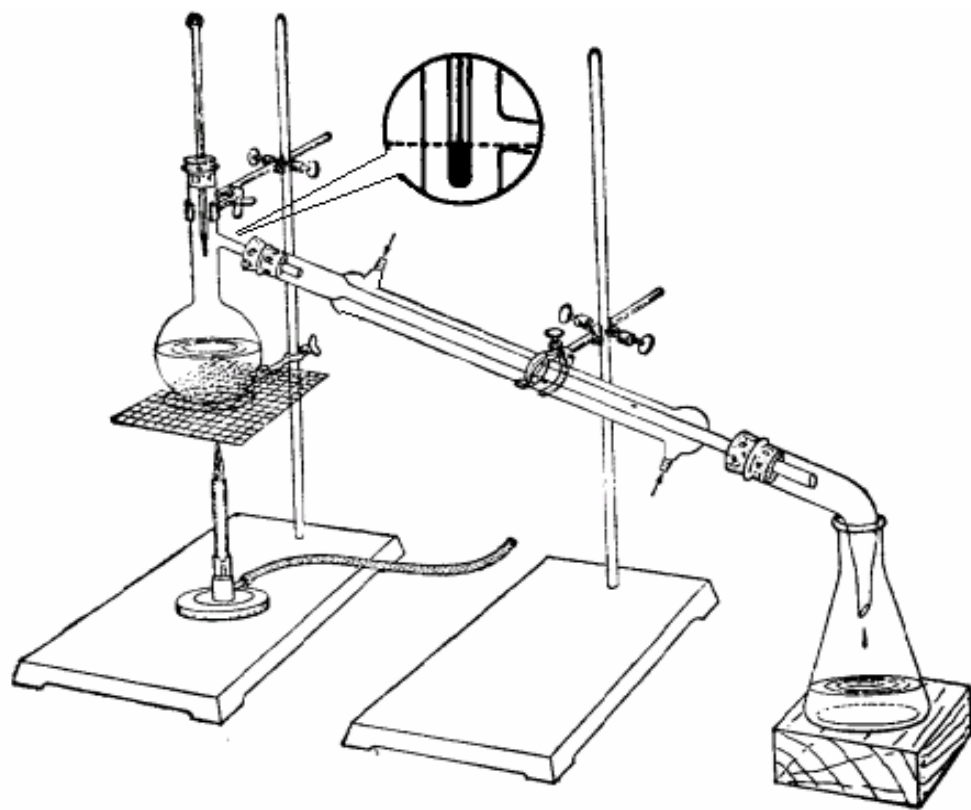
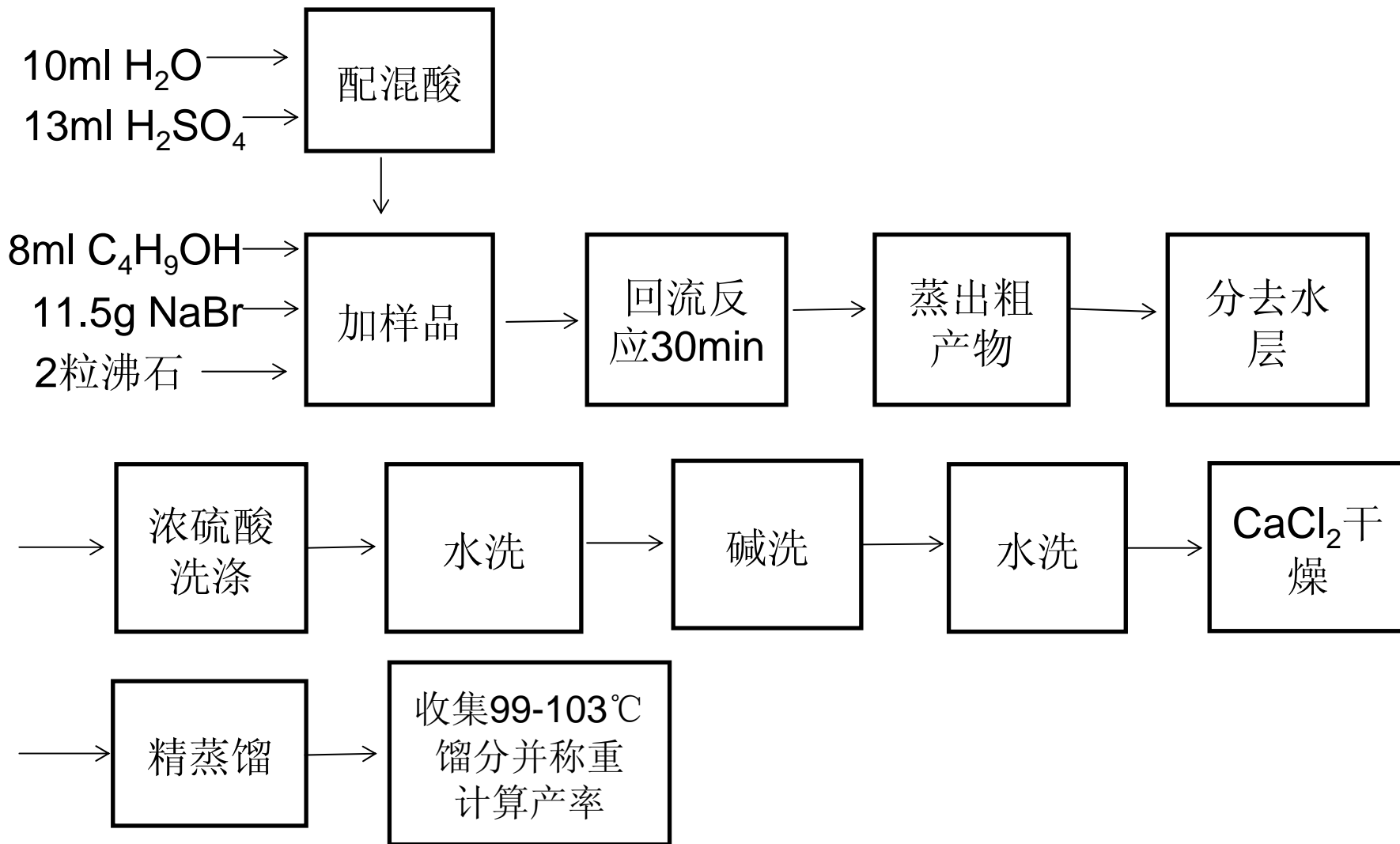


图 4-4 精蒸馏装置

五 实验步骤



六 实验注意事项

(1) 加热回流

加料时要注意样品的投入顺序，并且不要让溴化钠粘附在液面以上的烧瓶壁上。加完物料后要充分摇匀，防止硫酸局部过浓，一加热就会产生氧化副反应，使产品颜色加深。取用浓硫酸时要格外小心。

加热前，先在烧瓶中放入沸石，以防暴沸。回流停止后要再进行加热，必须重新放入沸石。实验过程中应注意回流速度的控制，通常以每秒1至2滴为宜。

(2) 有害气体吸收

漏斗口应略为倾斜，使一半在水中，一半露出水面，这样既能防止气体逸出，又可防止水被倒吸至反应瓶中。

六 实验注意事项

(3) 粗产物的纯化

用浓硫酸洗涤粗产品时，一定要事先将油层与水层彻底分开，否则浓硫酸被稀释而降低洗涤的效果。如果粗蒸时蒸出的HBr洗涤前未分离除尽，加入浓硫酸后就被氧化生成Br₂，而使油层和酸层都变为橙黄色或橙红色。可加入少量NaHSO₃，充分振摇而除去。

(4) 精蒸馏

本实验精蒸馏时收集99—103℃的馏分，但是由于干燥时间较短，水一般不能完全除尽，因此水和产品形成的共沸物会在99℃以前就被蒸出来，这称为前馏分，不能做为产品收集。要另用瓶接收，等到99℃后，再用事先称重的干燥的锥形瓶接收产品。

七 问题研究与讨论

- a) 1-溴丁烷合成时为什么要用回流反应装置？
- b) 什么时候用气体吸收装置？怎样选择吸收剂？
- c) 怎样减少副反应的发生？
- d) 为什么投料的顺序不能颠倒？