

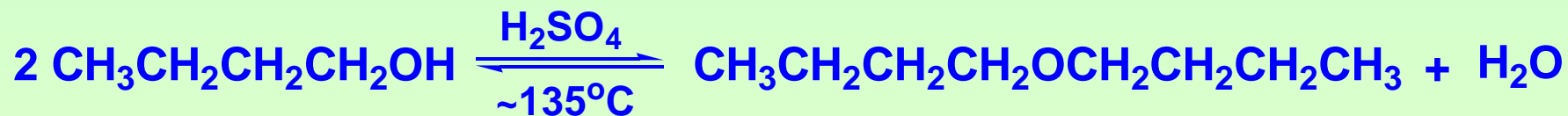
正丁醚的合成

一、目的和要求

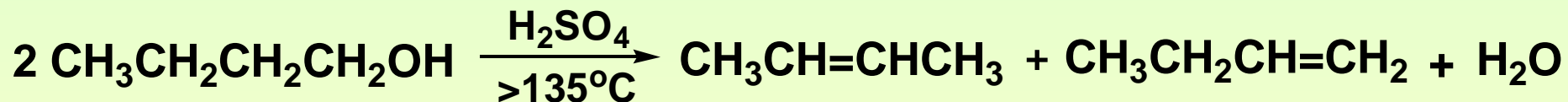
- 掌握由正丁醇分子间脱水制备正丁醚的原理和实验方法。
- 掌握分水装置的安装和操作。
- 掌握控制反应温度的实验技能。
- 掌握较高沸点液态有机物的蒸馏操作技能。
- 巩固萃取和蒸馏的基本操作。

二、实验原理

主反应:



主要副反应:



醇分子间脱水生成醚是制备简单醚的常用方法。用硫酸作为催化剂，在不同温度下正丁醇和硫酸作用生成的产物会有不同，主要是正丁醚或丁烯，因此反应须严格控制温度。

三、仪器与试剂

1. 仪器

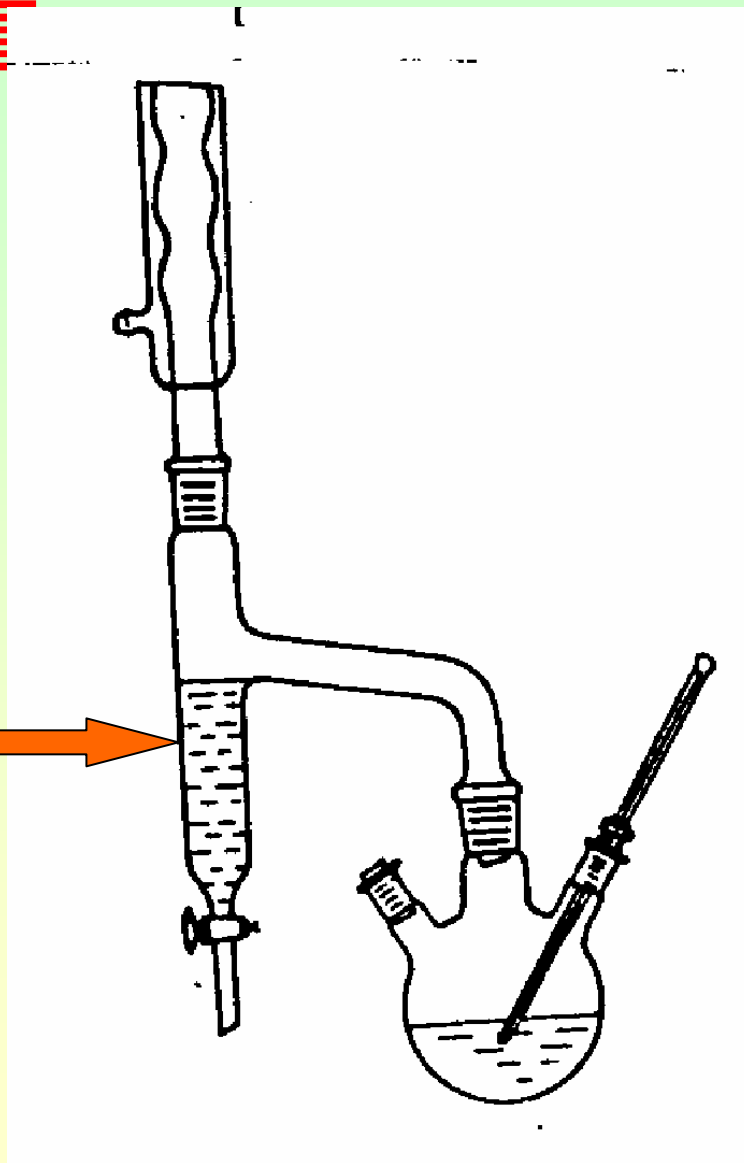
三口烧瓶 (100ml), 球形冷凝管, 分水器等。

2. 试剂

正丁醇, 浓 H_2SO_4 , 50%硫酸, 无水 CaCl_2 。

四、分水装置

分水器



五、实验步骤

* 图3.3-1

* 分水器检漏

* 分水器装满水,再放出1mL

100mL干燥三口瓶 $\xrightarrow[\text{1-2粒沸石}]{\begin{matrix} 7 \text{ mL正丁醇} \\ 1 \text{ mL浓硫酸} \end{matrix}}$ 振摇,混合均匀 \longrightarrow 装分水装置

\longrightarrow 加热至微沸,回流分水至分水器基本被水充满 $\xrightarrow{\text{停止加热}}$ 冷却后倾入含50 mL水的分液漏斗中

$\xrightarrow{\text{分液,弃下层}}$ 粗正丁醚 (有机层) $\xrightarrow[\text{2. 10 mL水洗涤}]{\text{1. 2}\times\text{5 mL 50\% H}_2\text{SO}_4\text{洗涤}}$ 无水CaCl₂干燥

过滤至蒸馏瓶,蒸馏产品 \longrightarrow 正丁醚
收集139-142 °C馏分
(空气冷凝管)

产物密度: 0.769 g/mL

注意事项

1. 投料时须充分摇动，否则硫酸局部过浓，加热后易使反应溶液变黑。
2. 反应开始回流时，因为有恒沸物的存在，温度不可能马上达到 135 。但随着水被蒸出，温度逐渐升高，最后达到 135 以上，即应停止加热。如果温度升得太高，反应溶液会炭化变黑，并有大量副产物丁烯生成。

思考题

1. 使用分水器的目的是什么？
2. 制备正丁醚时，试计算在本实验中理论上应分出多少体积的水？
3. 反应物冷却后，为什么要倒入水中？精制时，各步洗涤的目的何在？