青岛科技大学
Qingdao University of Science & Technology

有机化学实验



基础化学实验中心

山东省省级实验教学示范中心

正溴丁烷的制备

Preparation of 1-bromobutane

1. 实验目的
2. 实验原理
3. 实验装置
4. 药品及物理常数
5. 实验流程图
6. 实验步骤
7. 思考题

实验目的

1. 了解从醇制取卤代烃的原理及方法。
2. 练习带有气体吸收装置的回流加热操作。
3. 熟练掌握液体有机物的洗涤、干燥、蒸馏等基本操作。

实验原理

主反应：

$$NaBr + H_2SO_4 \longrightarrow HBr + NaHSO_4$$

$$n\text{-}C_4H_9OH + HBr \longrightarrow n\text{-}C_4H_9Br + H_2O$$

副反应：

$$n\text{-}C_4H_9OH \xrightarrow{H_2SO_4} n\text{-}C_4H_8 + H_2O$$

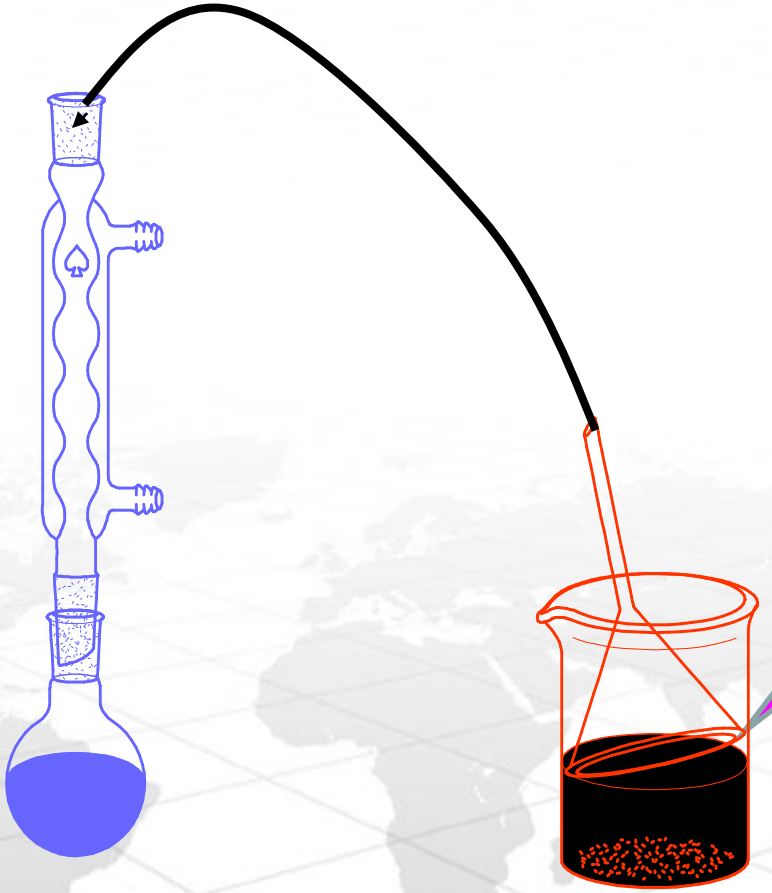
$$2n\text{-}C_4H_9OH \longrightarrow n\text{-}C_4H_9OC_4H_9\text{-}n + H_2O$$

$$2HBr + H_2SO_4 \longrightarrow Br_2 + SO_2 + 2H_2O$$

硫酸的作用

- 过量的硫酸可以起到移动平衡的作用，通过产生更高浓度的氢溴酸促使反应加速；
- 另外，可以将反应中生成的水质子化，阻止卤代烷通过水的亲核进攻而返回到醇。
- 但是，硫酸的存在易使醇生成烯和醚等副产品，因此要控制硫酸的用量。

实验装置



漏斗口不能全部浸没在液面以下

回流加尾气吸收装置

回流装置的使用:

(1) 在室温下有些反应很慢或者难于进行,为了使反应尽快进行,常需要使反应物质较长时间保持沸腾;

(2) 重结晶制备热饱和溶液时,为了避免有机溶剂的挥发,常常采用回流操作。

气体吸收装置的使用:

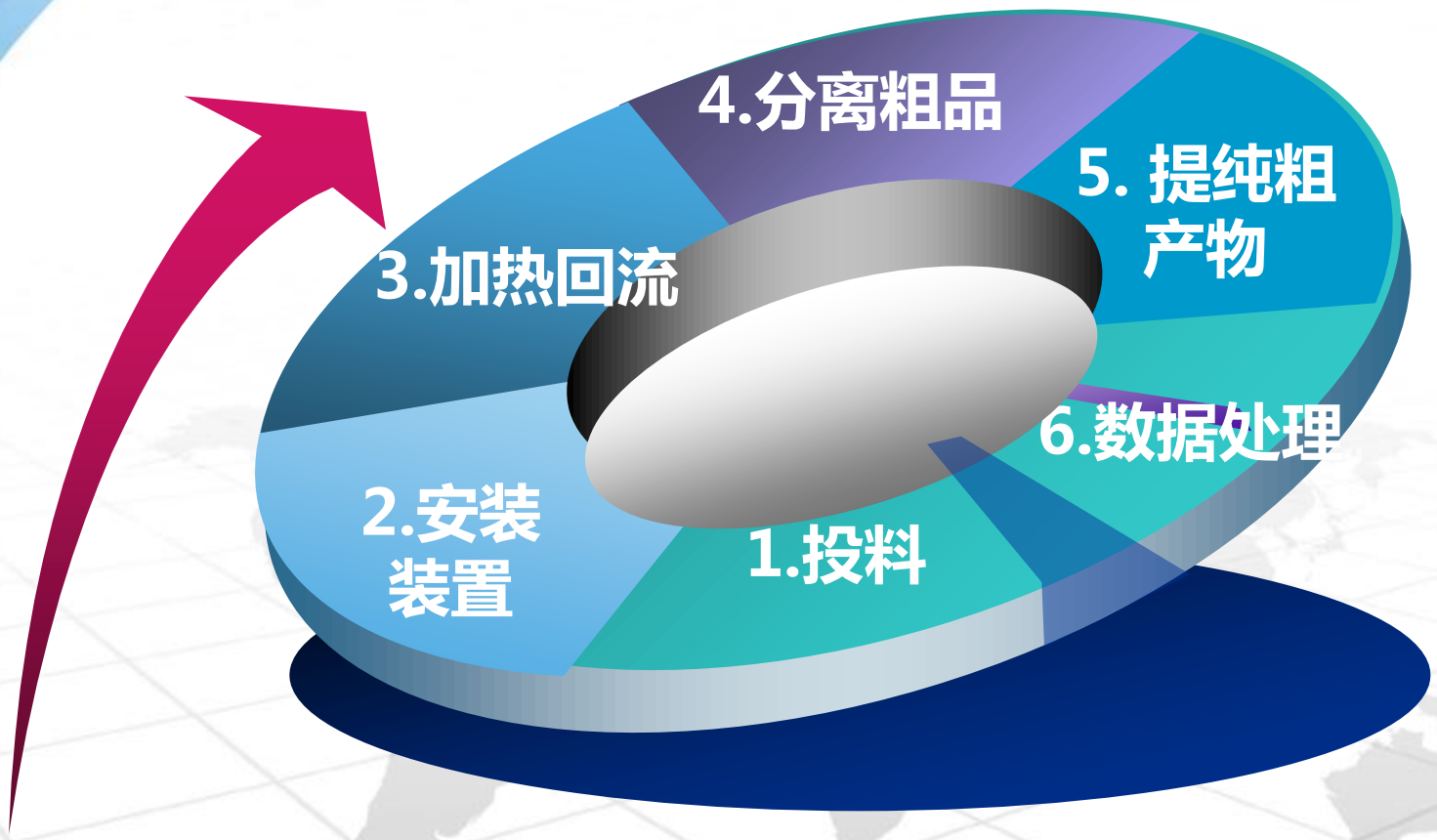
(1) 反应中有有毒的气体或者刺激性气体生成的反应，如硫化氢、二氧化硫、氨气、二氧化氮、甲硫醇等；

(2) 反应物有有毒气体或刺激性气体参与反应，且为过量，则过量的部分必须采用气体回收装置进行回收。

药品及物理常数

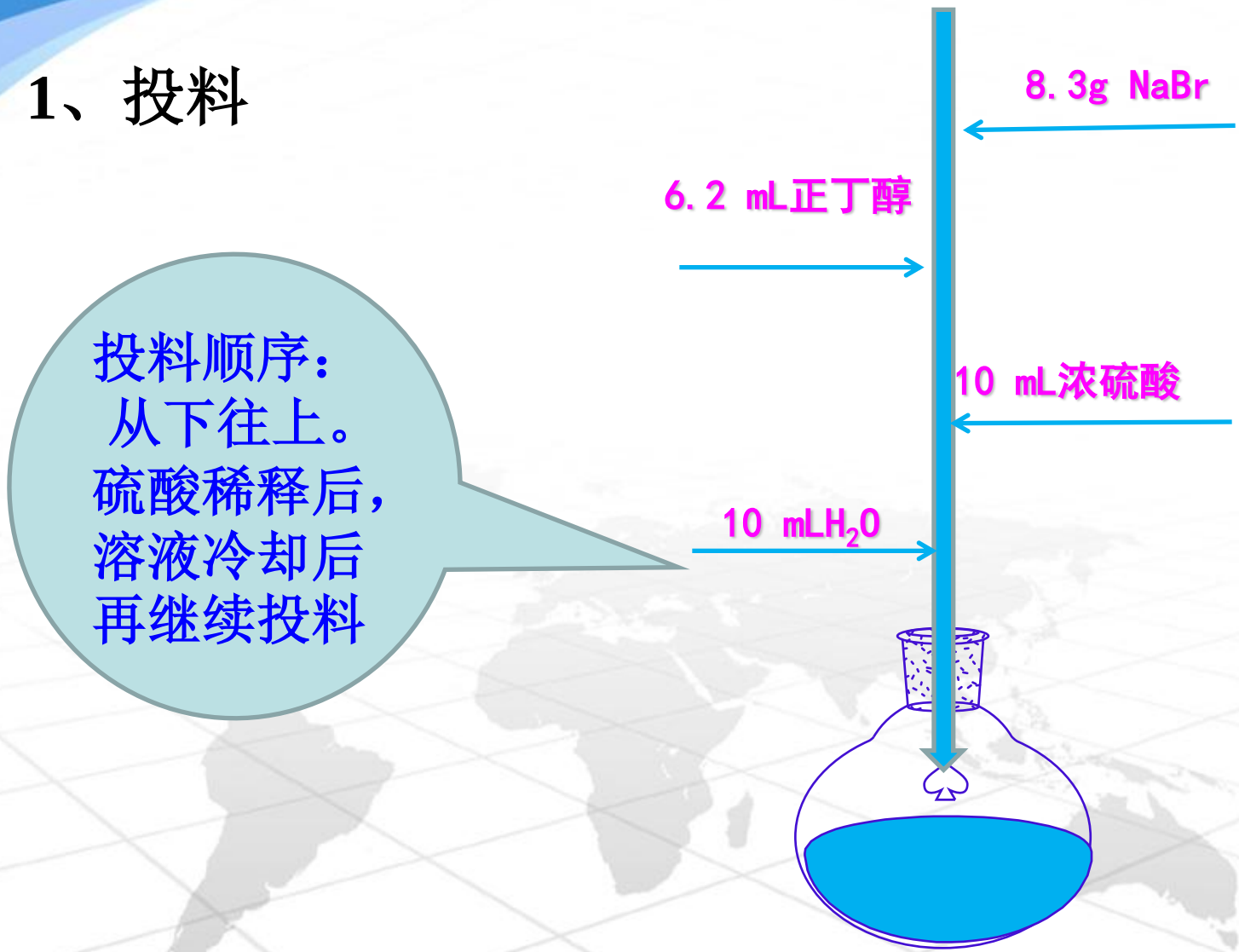
名称	分子量	性状	密度	熔点	沸点	折射率
正丁醇	74.12	无色透明液体	0.8098	-89.53	117.2	1.3993
正溴丁烷	137.0	无色透明液体	1.2758	-112.4	101.6	1.4401

实验流程图



实验步骤

1、投料


8.3g NaBr
6.2 mL正丁醇
10 mL浓硫酸
10 mLH_2O
投料顺序：
从下往上。
硫酸稀释后，
溶液冷却后
再继续投料

2、加热回流

在烧瓶上装上冷凝管，并在冷凝管上接一个气体吸收装置，用电热套加热回流**40~45 min**，保持导气通畅。

3、分离粗产物

待反应液冷却后，改回流装置为蒸馏装置，蒸出正溴丁烷粗产品。

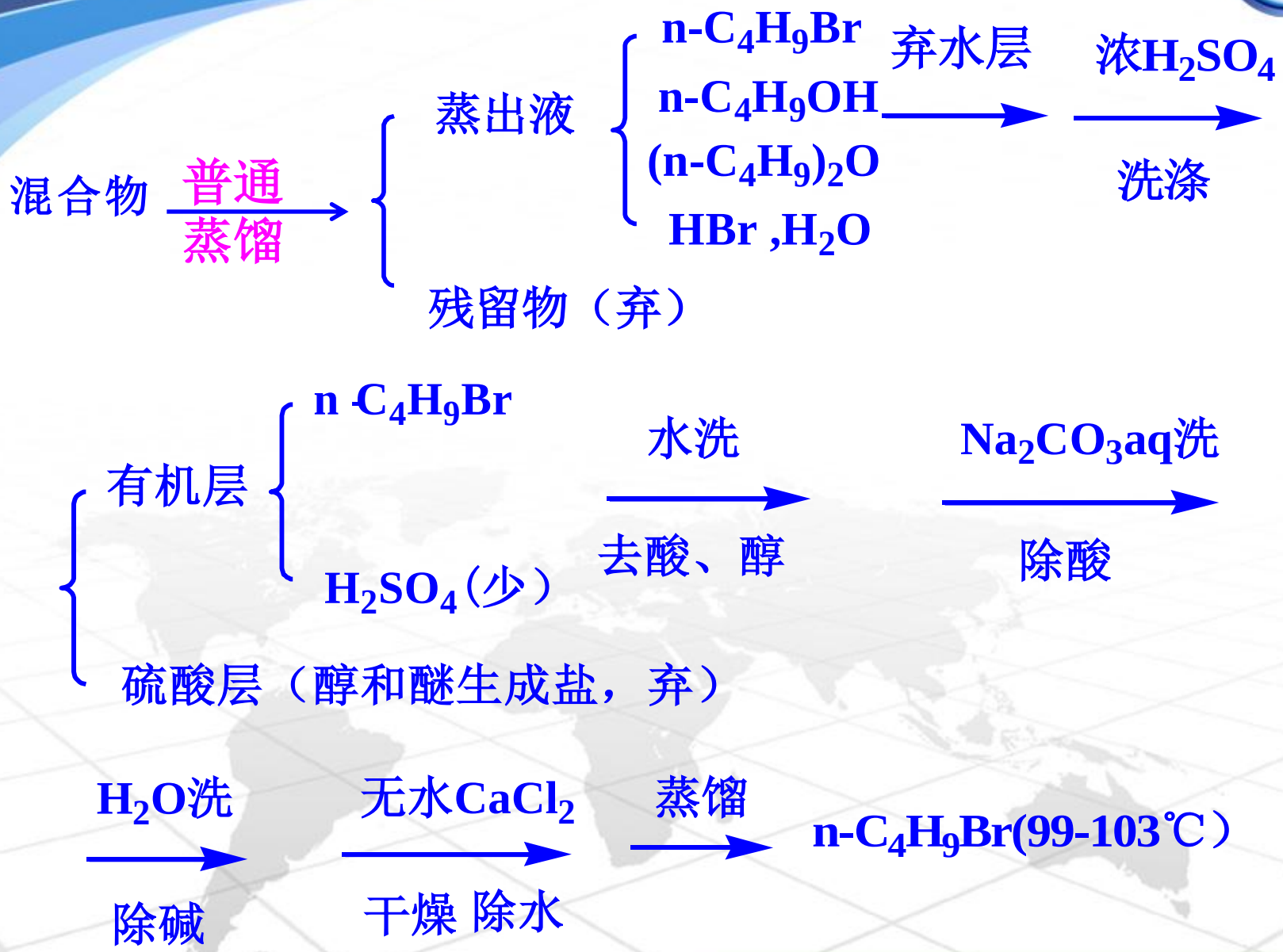
如何判断粗产物是否蒸完？

A、馏出液由浑浊变澄清；

B、蒸馏烧瓶内油层（上层）消失；

C、取几滴馏出液，加少量水摇动，如无油珠， 表示已蒸馏完毕。

4、粗产物的纯化过程


混合物
普通蒸馏
蒸出液
n-C4H9Br
n-C4H9OH
(n-C4H9)2O
HBr ,H2O
弃水层
浓H2SO4
洗涤
残留物（弃）
有机层
n-C4H9Br
H2SO4（少）
水洗
去酸、醇
Na2CO3aq洗
除酸
硫酸层（醇和醚生成盐，弃）
H2O洗
除碱
无水CaCl2
干燥 除水
蒸馏
n-C4H9Br(99-103℃)

5、数据处理

$$NaBr + H_2SO_4 \longrightarrow HBr + NaHSO_4$$

$$n\text{-}C_4H_9OH + HBr \longrightarrow n\text{-}C_4H_9Br + H_2O$$

1 1

$V_{正溴丁烷（理论）}=n_{正丁醇}\times M_{正溴丁烷}/d_{正溴丁烷}$

$=0.068\times137.02/1.28=7.28\ mL$

产率$=V_{正溴丁烷（实际）}/7.28\times100\%$

思考题

1. 本实验有哪些副反应？如何减少副反应的发生？

2. 反应时硫酸的浓度太高或太低会有什么影响？

3. 试说明各步洗涤的作用？

实验结束

离开实验室

清洗归还仪器

清理水槽台面

数据签字

关窗、断电

谢谢大家！

基础化学实验中心

山东省省级实验教学示范中心