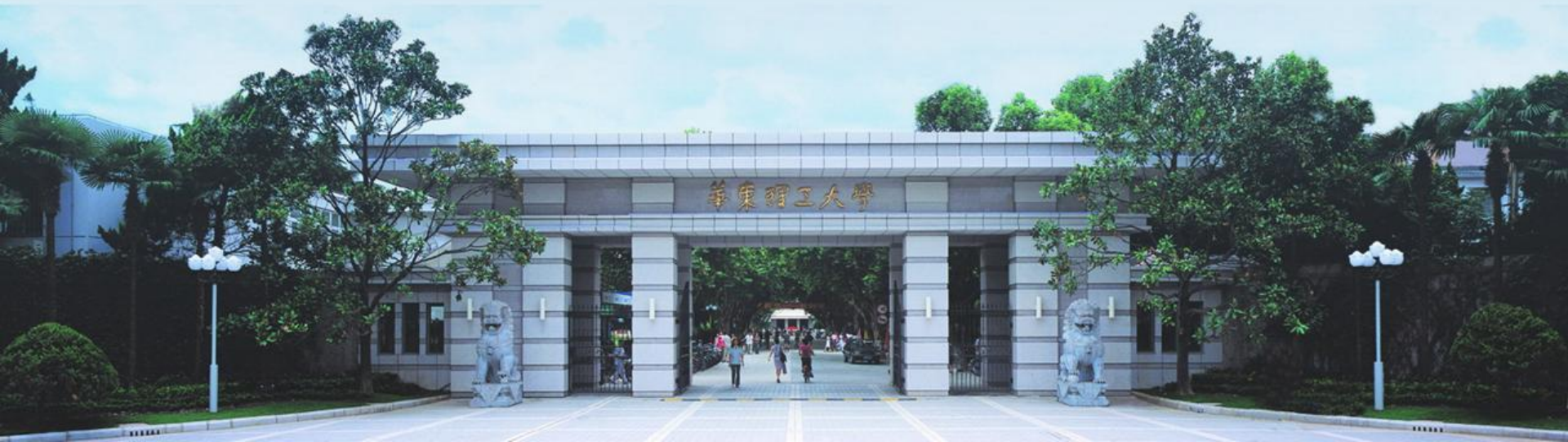


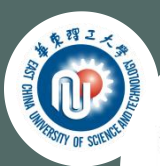


# 苯丁醚的合成提纯及鉴定

*Synthesis, Purification and Identification of Phenbutyl Ether*

**华东理工大学有机化学教研室、有机化学实验室**





华东理工大学  
ECUST.EDU

# 注意：安全实验三件套！



**WEAR LABORATORY**



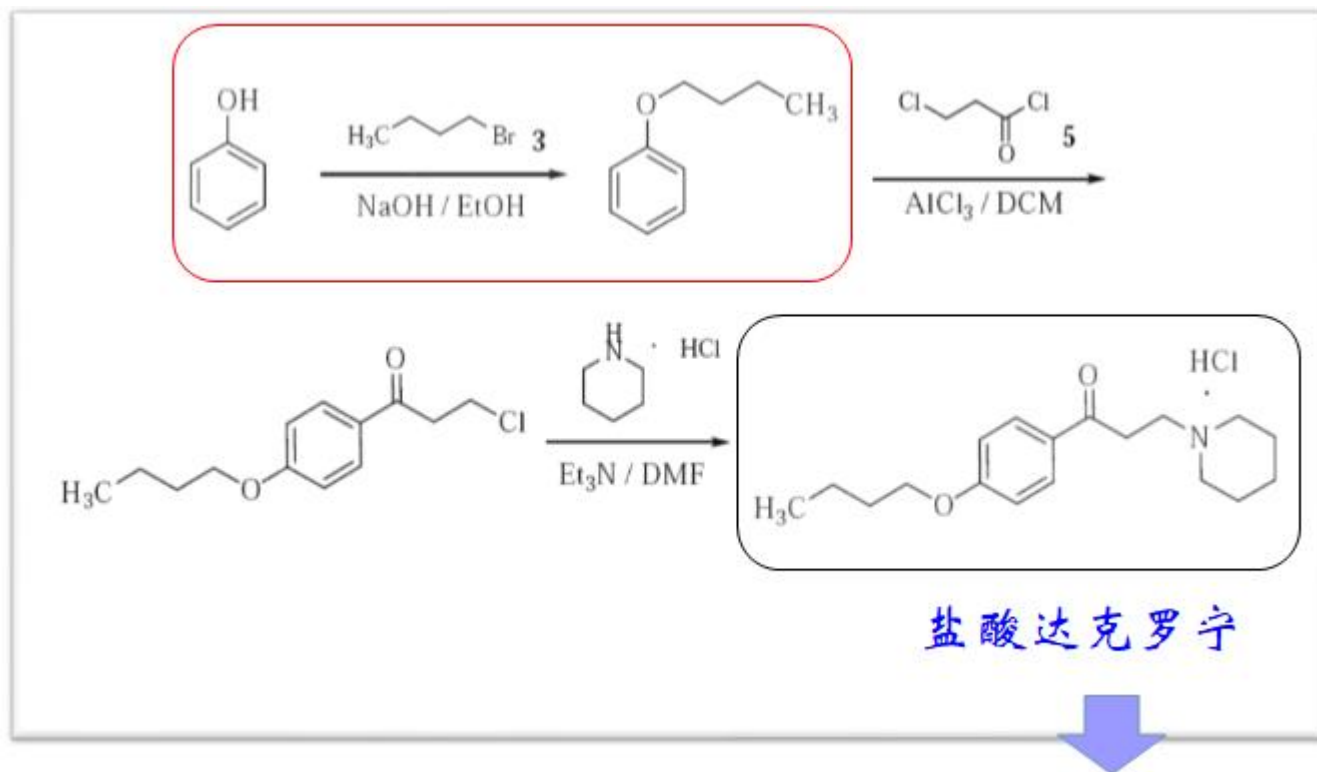
必须戴防护眼镜



# 一、实验目的

- 掌握苯丁醚的制备方法，熟悉混醚类化合物的合成原理及意义
- 掌握干燥装置的安装与操作
- 掌握液体化合物最基本提纯方法分液、萃取、洗涤、蒸馏等操作流程
- 掌握简单鉴定液体化合物的方法和原理——折光率的测定

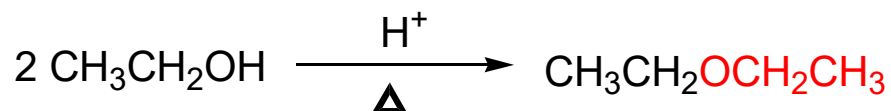
## 二、背景知识-苯丁醚的用途



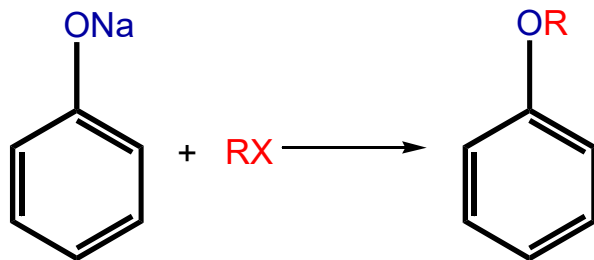
一种起效快、作用时间长、安全性高的**局部麻醉药**。  
主要用于食道、直肠等手术时的局部润滑麻醉

### 三、反应机理和反应式

 醇分子间脱水。反应常在酸性催化剂，主要用于制备简单醚，如：

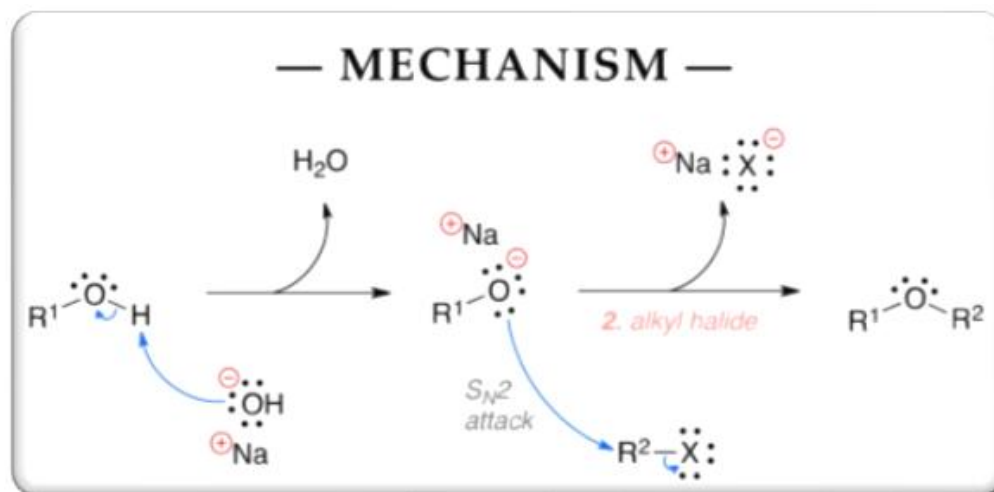


 **Williamson**反应制混醚。卤代烃、硫酸酯、磺酸酯与醇钠、酚钠反应：



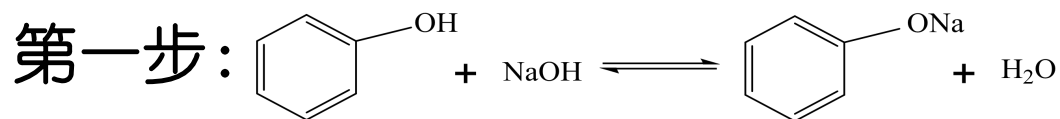
# 反应机理

- 混醚通常用威廉姆森 (Williamson) 合成法制备
- Williamson反应:  
烷基醇盐或芳香酚盐 + 烷基卤代烃反应制备醚,  
反应机理---S<sub>N</sub>2亲核反应

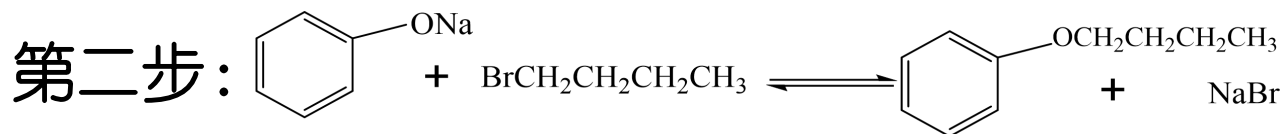


# 主副反应式

## 主反应



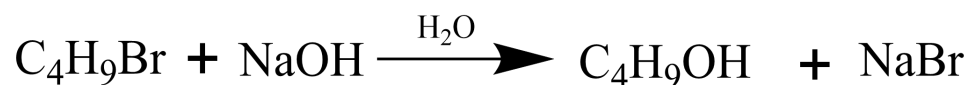
酚钠即是亲核试剂，又是强碱



- ✓ 苯丁醚是芳香混醚，由于芳香卤代烃发生亲核取代反应活性很低，一般由脂肪族卤代烃和酚钠在无水产品中反应制得
- ✓ 卤代烃以溴化物为适宜，酚钠可用酚和NaOH作用制得
- ✓ 酚氧负离子与溴代烷进行的S<sub>N</sub>2反应

## ✂ 副反应

反应溶剂一般使用DMF，DMSO这类非质子极性溶剂，若使用乙醇一类的质子极性溶剂则非常容易让卤代烃发生消除反应。



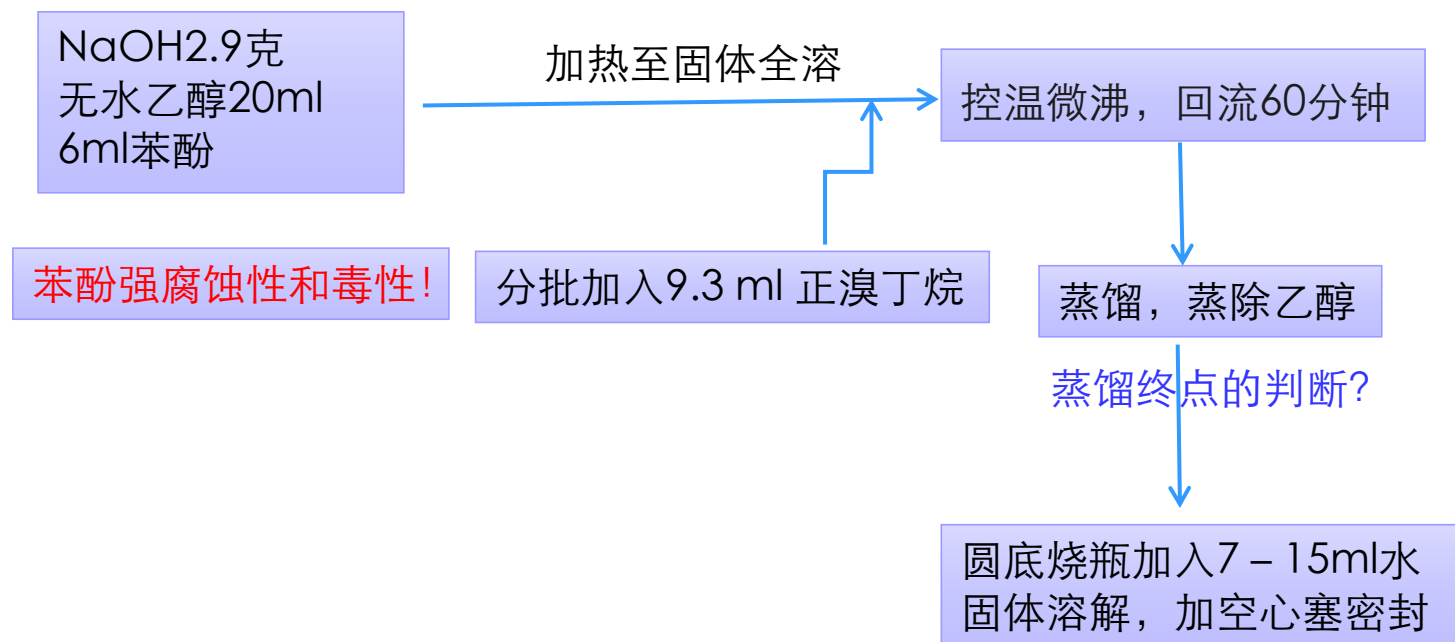


## 四、主要试剂的理化性质

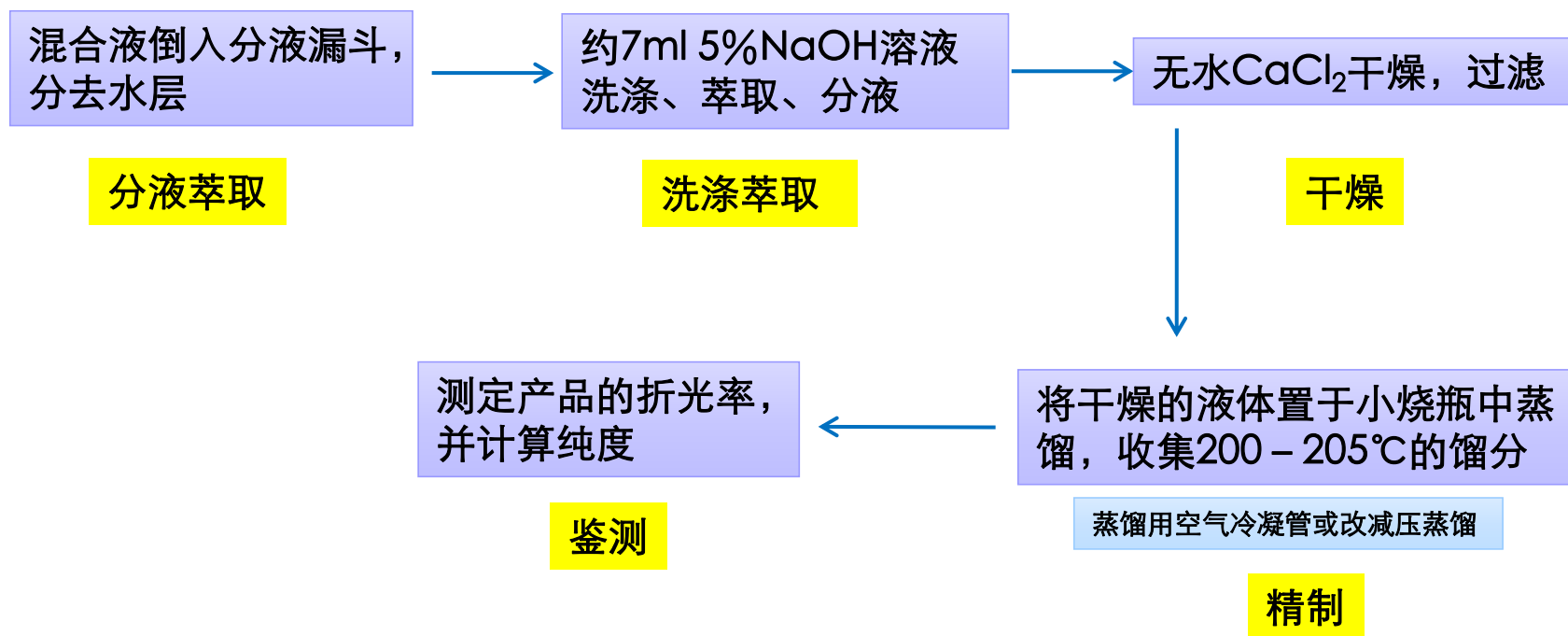
试剂	$m.p/^{\circ}\text{C}$	$b.p/^{\circ}\text{C}$	$\rho/\text{g}\cdot\text{cm}^{-3}$	性质
正溴丁烷	-112.4	100~104	1.27	不溶于水，溶于乙醇、乙醚
苯酚	43	181.9	1.071	微溶于冷水，在65℃与水混溶。可混溶于乙醇、醚、氯仿、甘油。弱酸性，腐蚀性、高毒类，突变原，还原性
无水乙醇	-114.1	78.3	0.79	与水以任意比互溶，可混溶于醚、氯仿、甘油等多数有机溶剂
氢氧化钠	318.4	1390	2.13	强碱性、强吸湿性、强腐蚀性；易溶于水、乙醇、甘油，不溶于丙酮、乙醚

# 五、实验操作流程 图

## 第一部分-苯丁醚的制备

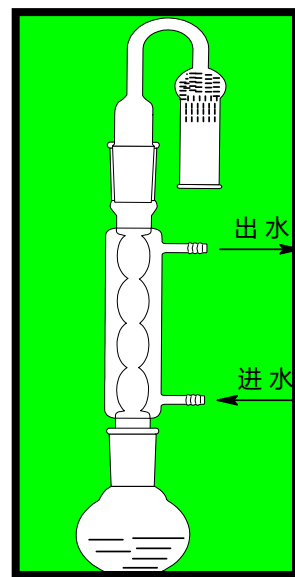


## 第二部分- 分离、提纯、鉴定



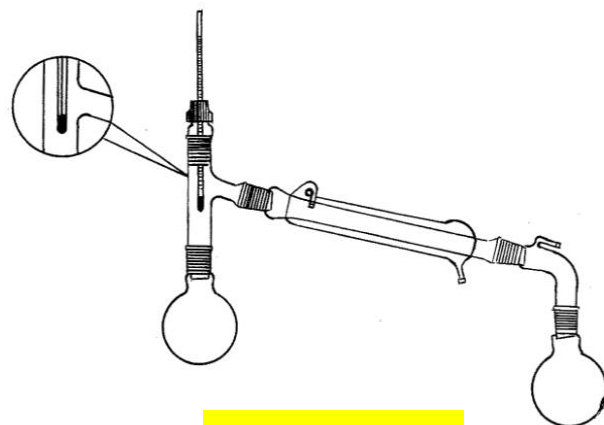
## 六、实验步骤与装置图

1. 安装反应装置
2. 将NaOH 2.9克、无水乙醇20ml和6ml苯酚置于圆底烧瓶中，开磁力搅拌器加热回流（若无磁力搅拌需加沸石）
3. 当反应液沸腾，NaOH完全溶解，从冷凝管上口分批加入9.3 ml 正溴丁烷。控制温度微沸，回流1h。（观察并记录实验现象）



4.反应结束，等反应物稍冷，改成简单蒸馏装置，蒸馏出乙醇并倒入回收瓶中。（如何判断蒸除完）

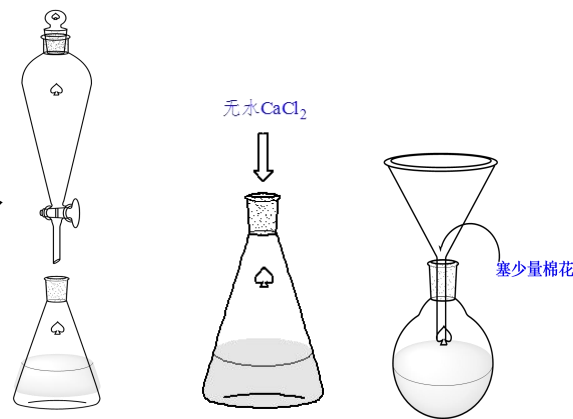
5.加入7 – 15ml水，使固体物溶解。  
加空心塞待第二次实验处理。



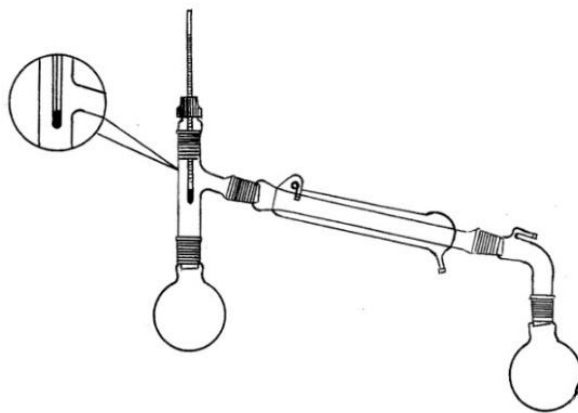
普通蒸馏

## 6. 分液、洗涤、干燥

- ① 把混合液倒入分液漏斗，分去下层的水层。
- ② 上层的油层用约7ml 5%氢氧化钠水溶液洗涤萃取分液
- ③ 将上层的油层置于干燥干净的小锥形瓶中，1~1.5克无水 $\text{CaCl}_2$ 干燥
- ④ 无水氯化钙干燥



7. 将干燥的液体倾滗法倒入干燥的小烧瓶中，蒸馏，用空气冷凝管，收集200 – 205℃的馏分。（可改减压蒸馏）
8. 用量筒量取体积或称重，以计算收率。测折光率，鉴定计算纯度。



## 七、注意事项

➤ 苯酚具有强腐蚀性，请注意小心取用



- 苯酚熔点为 $43^{\circ}\text{C}$ ，易凝固。
- 若用直型干燥管，注意多放棉花防止干燥剂 掉落
- 所用仪器要干净干燥
- 回流反应装置必须密封



## 八、实验清理

- 1. 固体废弃物（玻璃、纸屑、沸石、滤纸等）  
不得丢入水槽内，需倒入指定的固体回收桶
- 2. 滤液倒入废液桶、不得倒入水槽！
- 3. 蒸出的乙醇和产品要回收
- 4. 干燥管中的干燥剂（氯化钙）倒入指定回收容器。

## 九、思考题

1. 本实验的加料顺序？为什么？
2. 无水乙醇的作用？反应结束为什么要尽量蒸出乙醇？
3. 反应初期和后期的固体分别是什么？
4. 粗产物为什么要用氢氧化钠溶液洗涤？