

# 苏州大学实验报告

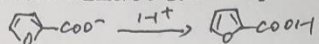
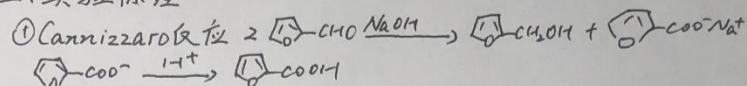
院、系 材料化学化工学院 年级专业 2018级应用化学 姓名 叶彦博 学号 1809401129  
 课程名称 有机化学实验(下) 成绩  
 指导老师 陈小红 曹润生 同组实验者 实验日期 2020.4.23

## 实验名称 呋喃甲醇和呋喃甲酸的制备

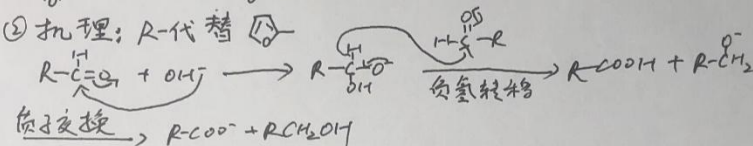
### 一、实验目的

1. 学习呋喃甲醇制备呋喃甲醇、呋喃甲酸的原理和方法
2. 学习掌握分液漏斗的使用、重结晶和熔点测定等操作

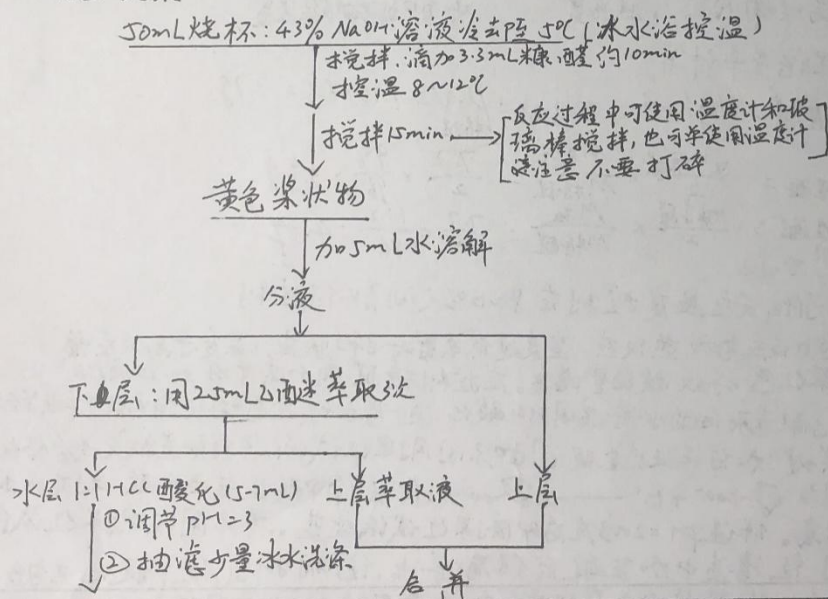
### 二、实验原理



### ② 机理: R-代替



### 三、实验步骤



粗产品: 呋喃甲酸

- ① 热水重结晶干燥
- ② 测熔点

产品: 呋喃甲酸

全粗产品: 呋喃甲酸的乙醚溶液

- ① 无水  $MgSO_4$  干燥
  - ② 水浴蒸馏, 降至乙醚
  - ③ 明火加热, 于  $169 \sim 172^\circ C$  收集
- (馏分(安全冷凝管)量少, 可移接)

产品: 呋喃甲醇

#### 四. 仪器、药品、装置

1. 仪器: 电子天平、电热套、水浴锅、普通玻璃、普通玻璃仪器、标准磨口玻璃仪器、显微熔点测定仪

2. 药品: 呋喃甲醛、 $NaOH$  (43%)、无水  $MgSO_4$ 、乙醚、 $HCl$  (25%)

3. 装置:



浓缩呋喃甲醇乙醚装置



呋喃甲醇收集装置

#### 五. 理论产量计算 两人 $V = 6.6 mL$

$$\rho_{\text{醛}} = 1.16 g/cm^3 \quad m_{\text{醛}} = \rho \cdot V = 1.16 \times 6.6 = 7.7g$$

$$m_{\text{醛}} = \frac{m_{\text{醛}}}{2} \times \frac{M_{\text{醇}}}{M_{\text{醛}}} = \frac{7.7}{2} \times \frac{98}{96} = 3.9g \quad \text{个人为 } m_{\text{醇}} = \frac{2.9}{2} = 2.0g$$

$$m_{\text{醛}} = \frac{m_{\text{醛}}}{2} \times \frac{M_{\text{醇}}}{M_{\text{醛}}} = \frac{7.7}{2} \times \frac{112}{96} = 4.5g \quad m_{\text{醇}} = \frac{4.5}{2} = 2.3g$$

#### 六. 思考题

(1) 为什么反应温度控制在  $8 \sim 12^\circ C$  之间? 如何控制?

因为此反应为放热反应, 温度过低会暂时抑制反应, 温度过高反应液呈深红色, 导致酸的量增多。应控制呋喃醛滴加速度在  $8 \sim 10$  滴/次。

(2) 乙醚萃取后的水溶液用  $HCl$  酸化, 这一步为什么会影响呋喃甲酸产量的?

关键: 如何保证完全酸化? 如不用刚果红试纸, 怎样知道酸化是否恰当? 因为  $R-COO^- + H^+ \rightarrow R-COOH$ , 使呋喃甲酸盐变回呋喃甲酸, 有有机相分离。保证  $pH = 2 \sim 3$  左右即刚果红试纸变蓝。若不用改用刚果红试纸, 则往溶液中加入盐酸后仍有浑浊, 说明析出不足, 酸化不够。

(3) 本实验根据什么原理来分离呋喃甲酸和呋喃甲醇?

教学处制

呋喃甲酸不溶于乙醚, 沸点熔点高为固体, 呋喃甲醇为液体可溶于乙醚, 经过萃取可将二者分离。