

# 苏州大学实验报告

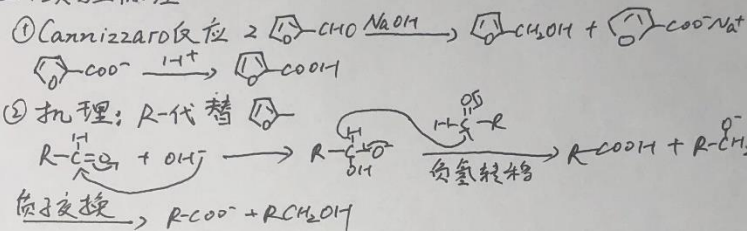
院、系 材料化学化工学部 年级专业 2018级应用化学 姓名 叶彦博 学号 1809401129  
 课程名称 有机化学实验(下) 成绩  
 指导老师 陈小红 高润生 同组实验者 实验日期 2020.4.23

## 实验名称 呋喃甲醇和呋喃甲酸的制备

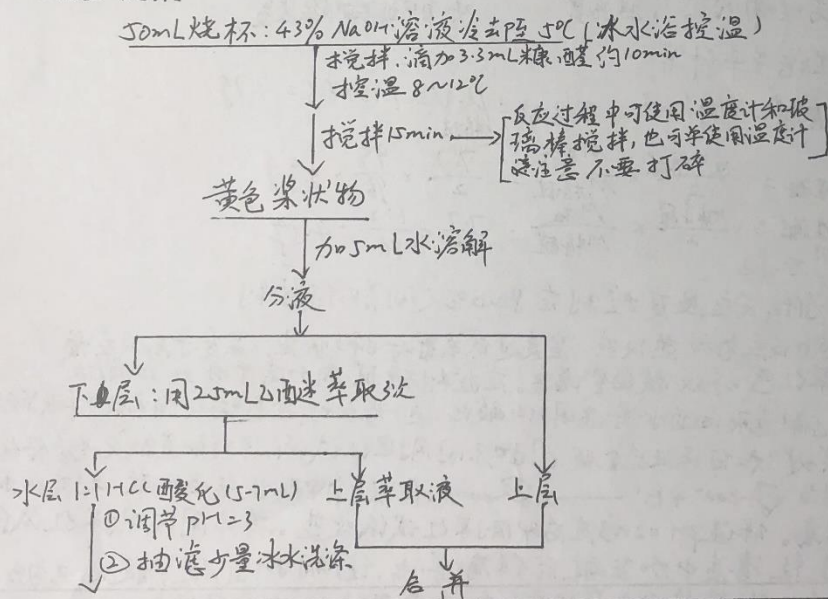
### 一、实验目的

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



### 三、实验步骤

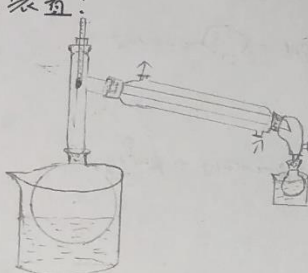


粗产品：咪喃甲酸  
 ① 热水重结晶干燥  
 ② 测熔点  
 产品：咪喃甲酸

全粗产品咪喃甲酸的乙醚溶液  
 ① 无水  $MgSO_4$  干燥  
 ② 水浴蒸馏，除尽乙醚  
 ③ 明火加热，于  $169 \sim 172^\circ C$  收集  
 馏分（空气冷凝管）量少，可转降  
 产品：咪喃甲醇

#### 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：咪喃甲醛、 $NaOH$  (43%)、无水  $MgSO_4$ 、乙醚、 $HCl$  (25%)
3. 装置：



浓缩咪喃甲醛乙醚装置



咪喃甲醛收集装置

#### 五. 理论产量计算

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

$$m_{\text{醛}} = \frac{m_{\text{醛}}}{2} \times \frac{M_{\text{醛}}}{M_{\text{醛}}} = \frac{7.7}{2} \times \frac{98}{96} = 3.9 \text{ g}$$

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

#### 六. 思考题

(1) 为什么反应温度控制在  $8 \sim 120^\circ C$  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。应控制咪喃醛滴加速度在  $8 \sim 10$  滴/次

(2) 乙醚萃取后的水溶液用  $HCl$  酸化，这一步为什么是影响咪喃甲酸产量的关键？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  $\text{R-COO}^- + \text{H}^+ \longrightarrow \text{R-COOH}$ ，使咪喃甲酸盐变回酸，酸溶于有机相分离。保证  $\text{pH} = 2 \sim 3$  左右即刚果红试纸变蓝。若不用刚果红试纸，则往清液中加盐酸后仍有浑浊，说明析出不足，酸化不够

(3) 本实验根据什么原理来分离咪喃甲酸和咪喃甲醇？

教务处制

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