



# 中心科学实验

## 实验报告

系 \_\_\_\_\_ 专业 学号 \_\_\_\_\_ 姓名 \_\_\_\_\_

日期 2025.4.11 成绩 \_\_\_\_\_ 指导教师 \_\_\_\_\_

### 呋喃甲醛与呋喃甲酸的合成与分离

#### 1 实验目的

- 从呋喃甲醛合成呋喃甲醇和呋喃甲酸；
- 分离纯化呋喃甲醇和呋喃甲酸。

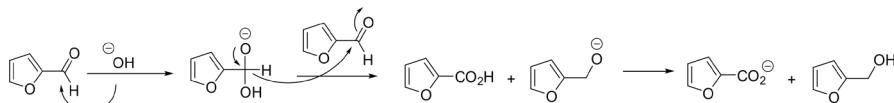
#### 2 实验原理

无 $\alpha$ 活泼氢的醛在浓的氢氧化钠溶液中会发生分子间的氧化还原反应，结果是一分子醛被氧化成酸，另一分子醛被还原成醇。从结果上说，这是一个歧化反应。由于该反应所需的碱液浓度很高，且反应放热，在反应过程中将不可避免的伴随着许多副反应，故实验中必须保持低温，且底物结构应该较为简单。

呋喃甲醛既无 $\alpha$ 活泼氢，又有稳定的芳香环活化醛基，且结构足够简单可以作为一个理想的反应物。呋喃甲醛发生 Cannizzaro 反应的方程式如下：



可能的机理如下：



产物呋喃甲酸钠和呋喃甲醇在有机溶剂中的溶解度不同，可通过这一性质进行分离。

#### 3 实验风险评估及预防措施

##### 3.1 化学品危险性评估及应急措施

化学品：33%氢氧化钠溶液，浓盐酸，呋喃甲醛，乙醚。氢氧化钠溶液、浓盐酸为浓度高的强酸强碱，使用时需格外小心，直接用手接触可能导致严重化学烧伤。眼或皮肤不慎接触需用大量清水冲洗，并用稀硼酸或小苏打溶液涂抹至接触部位。呋喃甲醛和乙醚蒸气有强烈的刺激性，并有麻醉作用。吸入、摄入或经皮肤吸收均可引起急性中毒。

##### 3.2 设备危险性评估及应急措施

无。

##### 3.3 操作过程危险性评估及应急措施

萃取过程中需使用易挥发的乙醚，需及时放气，避免液体喷溅。

#### 4 实验部分

##### 4.1 Cannizzaro 反应的发生

1. 将 8 mL 33% NaOH 溶液置于 100 mL 烧杯中，冰水浴冷却至 5 °C，不断搅拌下，慢慢滴加 8 mL 新



# 中心科学实验

## 实验报告

系 \_\_\_\_\_ 专业 学号 \_\_\_\_\_ 姓名 \_\_\_\_\_

日期 2025.4.11 成绩 \_\_\_\_\_ 指导教师 \_\_\_\_\_

蒸的  $\alpha$ - 呋喃甲醛（30 min 内加完），控制反应温度在 8~15 ℃。【刚开始要注意判断反应是否引发！】

2. 继续搅拌 30 min，得一黄色浆状物。

### 4.2 产物的分离与纯化

1. 在搅拌下加入适量的水（约 7-8 mL）使沉淀恰好溶解。为防止呋喃甲醇过多溶解，应先加入约 5 mL 水，搅拌，再边滴入边搅拌，直到沉淀恰好完全溶解。将溶液用 4×8 mL 乙醚萃取，合并乙醚萃取液，用无水碳酸钾干燥 30 min。【水不能多加！否则会造成呋喃甲醇的溶解损失！】

2. 为了提取呋喃甲酸，向水相中加入浓盐酸，将溶液酸化至 pH≈3，恰好使得刚果红试纸变蓝。冷却，抽滤，用少量水洗涤。用水重结晶，抽滤，干燥，称重。【酸化操作需在公用通风橱内进行。】

3. 为了提取呋喃甲醛，对提前干燥好的乙醚萃取液进行蒸馏，乙醚先蒸出。收集 168~171℃ 的馏分，称重，并进行折光率测定。

## 5 结果与讨论

### 5.1 内容

## 6 思考题

无。