

实验五 液体有机物的纯化及物性测试

- 实验目的：**
1. 理解萃取与洗涤的原理及意义，萃取与洗涤的区别和联系；
 2. 掌握液-液萃取、液体有机化合物的洗涤、液体有机化合物的干燥和提纯等实验方法和操作步骤；
 3. 掌握分液漏斗的使用及洗涤与保养，进一步掌握蒸馏基本操作；
 4. 掌握折光率的测定方法。

实验药品：乙酸乙酯粗品 10 mL，（乙酸乙酯：乙醇：水：醋酸 = 83：8：9：1（体积比））
约 5 mL 饱和 Na_2CO_3 溶液，5 mL 饱和食盐水，5 mL 饱和氯化钙，无水硫酸镁少许。

仪器设备：分液漏斗，锥形瓶，铁圈，折光仪，电热套，蒸馏装置等

实验原理：

萃取与洗涤：萃取和洗涤是利用物质在不同溶剂中的溶解度不同来进行分离的操作。萃取和洗涤在原理上是一样的，只是目的不同。萃取是从混合物中提取需要的物质；洗涤是从混合物中除去某种杂质。

折光率的测定：由于光在不同介质中的传播速度是不同的，所以光线从一个介质进入另一个介质，当它的传播方向与两个介质的界面不垂直时，则在界面处的传播方向发生改变。这种现象称光的折射现象。折光率是化合物的特性常数，尤其是液体，记载更为普遍。不仅作为化合物纯度的标志，也可用来鉴定未知化合物。化合物的折光率随入射光的波长不同而变，也随测定时的温度不同而变，所以折光率（ n ）的表示需要注明所用光线波长和测定时的温度。

实验步骤：

1. 分液漏斗的检查

- （1）确定分液漏斗的玻璃塞和活塞被橡皮筋或其他东西固定住；
- （2）确定分液漏斗没有漏水现象，并且活塞旋转灵活稳定，玻璃塞易于取下。

2. 分离提纯乙酸乙酯粗品：

①**除酸：**量取乙酸乙酯粗品 10 mL 于锥形瓶中，加入 5 mL 饱和 Na_2CO_3 溶液，不断振荡，直至无 CO_2 产生，然后将此混合物转至分液漏斗中，静置，打开玻璃塞分去水层（下层）。②**除碱：**有机层（上层）留在分液漏斗中，加入 5 mL 饱和食盐水，不断振荡，并每隔几秒将漏斗倒置，打开活塞以平衡内外压力，重复 2-3 次后静置，分去水层。③**除醇：**将有机层用 5 mL 饱和氯化钙洗涤，分去水层。④**除氯化钙：**将有机层用水洗涤，再分去水层。

3. 液体化合物的干燥：

将分液漏斗中的有机层从漏斗的上口转移至洁净而干燥的锥形瓶中。加入少许无水硫酸镁干燥，震荡片刻，静置，使所有的水分全被吸去。如果加入的干燥剂太少，使部分干燥剂溶解于水时，用吸管吸出水层，再加入新鲜的干燥剂，放置至澄清。

4. 液体化合物的进一步纯化及物性测定：

将干燥好地有机层滤至蒸馏瓶中进行蒸馏，收集 73~78℃ 的馏分。称重，计算回收率，并测定其折光率。

注意事项：

1. 不能把活塞上附有凡士林的分液漏斗放在烘箱内烘干
2. 不能用手拿住分液漏斗的下端
3. 不能用手拿住分液漏斗进行分离液体
4. 上口玻璃塞打开后才能开启活塞
5. 上层的液体不要由分液漏斗下口放出
6. 强酸、强碱、强腐蚀性物质不能用阿贝折光仪测定；

7. 擦洗镜面只能用擦镜纸或丝布，不能用力擦；
8. 每一次测定完毕需用丙酮或乙醇等溶剂洗净、干燥后再装箱。

思考题：学习 P54-61 有关萃取、折光率方面的知识；学习 P24-27 有关液体有机化合物干燥方面的知识，习题：P58，T2,T3。