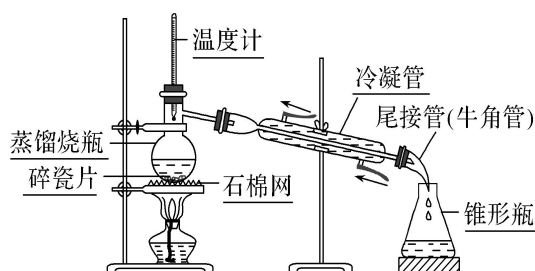


【选必三 有机】【一化辞典】研究有机化合物的一般方法

有机化合物的分离、提纯：蒸馏

1. 蒸馏原理：利用有机物与杂质的沸点差异，将有机化合物以蒸汽的形式蒸出，然后冷凝得到产品。
2. 适用对象：互相溶解、沸点不同的液态有机混合物
3. 适用条件：
 - ①有机物的热稳定性较强；
 - ②有机物与杂质的沸点相差较大（一般约大于 30°C ）
4. 实验装置与注意事项：
 - (1) 蒸馏烧瓶里盛液体的用量不超 $2/3$ ，不少于 $1/3$
 - (2) 加入沸石或碎瓷片，防止暴沸
 - (3) 温度计水银球应与蒸馏烧瓶的支管口平齐
 - (4) 冷凝水应下口进入，上口流出
 - (5) 实验开始时，先通冷凝水，后加热；实验结束时，先停止加热，后停止通冷凝水



有机化合物的分离、提纯：萃取

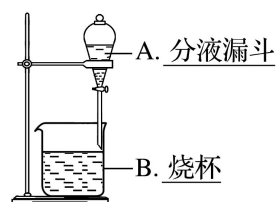
1. 原理：
 - (1) 液—液萃取：利用待分离组分在两种不互溶的溶剂中的溶解性不同，使待分离组分从溶解度较小的溶剂中转移到溶解度较大的溶剂中。
 - (2) 固—液萃取：用溶剂从固体物质中溶解出待分离组分
2. 萃取剂：
 - (1) 选择原则：
 - ①与原溶剂互不相溶；
 - ②与溶质、原溶剂均不反应；
 - ③溶质在萃取剂中的溶解度远大于原溶剂。
 - (2) 常用萃取剂：乙醚 ($\text{C}_2\text{H}_5\text{OC}_2\text{H}_5$)、乙酸乙酯、二氯甲烷等

3. 分液：将萃取后的两层液体（互不相溶、密度也不同的两种液体）分离开的操作方法。

4. 主要仪器：分液漏斗

5. 实验装置与注意事项：

操作步骤：检漏→加试剂振荡→静置分层→分液。



(1) 分液漏斗使用之前必须检漏

(2) 使用时需将漏斗上口的玻璃塞打开，或使玻璃塞上的凹槽对准分液漏斗上的小孔。

(3) 漏斗下端管口紧靠烧杯内壁，分液时下层液体从下口流出，上层液体从上口倒出。

有机化合物的分离、提纯：重结晶

1. 重结晶原理：利用被提纯物质与杂质在同一溶剂中的溶解度不同而将杂质除去。

2. 适用对象：固体有机化合物

3. 溶剂选择：要求杂质在此溶剂中溶解度很小或溶解度很大，易于除去；被提纯的有机化合物在此溶剂中的溶解度受温度的影响较大，能够进行冷却结晶。

4. 如果重结晶所得的晶体纯度不能达到要求，可以再次进行重结晶以提高产物的纯度。

重结晶法提纯苯甲酸

1. 实验目的：提纯含有少量氯化钠和泥沙杂质的苯甲酸

2. 资料：纯净的苯甲酸为无色结晶，其结构可表示为 c1ccccc1C(=O)O 熔点 122 °C，沸点 249 °C。苯甲酸微溶于水，易溶于乙醇等有机溶剂。

苯甲酸在水中的溶解度如下：

温度/°C	25	50	75
溶解度/g	0.34	0.85	2.2

3. 实验操作：

粗苯甲酸 $\xrightarrow{\text{加热溶解}}$ 溶液+泥沙 $\xrightarrow{\text{趁热过滤}}$ 溶液 $\xrightarrow{\text{冷却结晶}}$ 苯甲酸晶体

有机化合物的实验式确定

1. 研究有机化合物的基本步骤：



2. 元素分析

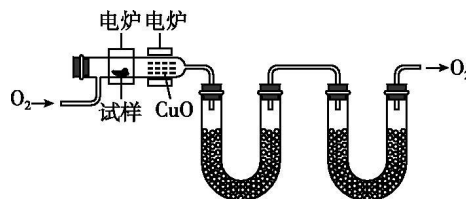
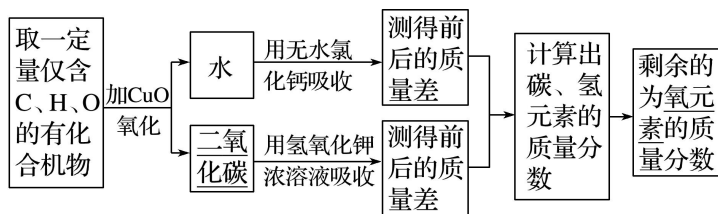
(1) 定性分析：确定有机物的元素组成。

(2) 定量分析：确定有机物的实验式。

3. 实验式：有机化合物分子内各元素原子的最简整数比，也称为最简式。

实验式与分子式的关系：分子式=(最简式) n

4. 实验式的测定步骤 (李比希法)：



某种含 C、H、O 三种元素的未知物 A，经燃烧分析实验测得其中碳的质量分数为 52.16%，氢的质量分数为 13.14%

- ① 氧的质量分数为 34.70%。
- ② C、H、O 的原子个数比 $N(C) : N(H) : N(O) \approx 2 : 6 : 1$ 。
- ③ 该未知物 A 的实验式为 C_2H_6O 。

有机化合物的分子式确定



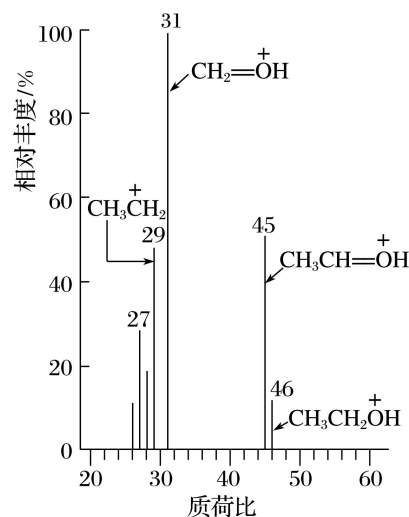
质谱仪用高能电子流等轰击样品，使有机分子失去电子，形成带正电荷的分子离子和碎片离子等。这些离子因质量不同、电荷不同，在电场和磁场中的运动行为不同。计算机对其分析后，得到它们的相对质量与电荷数的比值，即质荷比。



2. 质谱图：以质荷比为横坐标，以各类离子的相对丰度为纵坐标，根据记录结果所建立的坐标图。如下图为某有机物的质谱图：

从图中可知，该未知物 A 的相对分子质量为 46，即质荷比最大的数据就是样品 A 的相对分子质量。

3. 确定分子式：分子式=(最简式) n ，若 A 的最简式为 C_2H_6O ，则可知 A 的分子式为 C_2H_6O

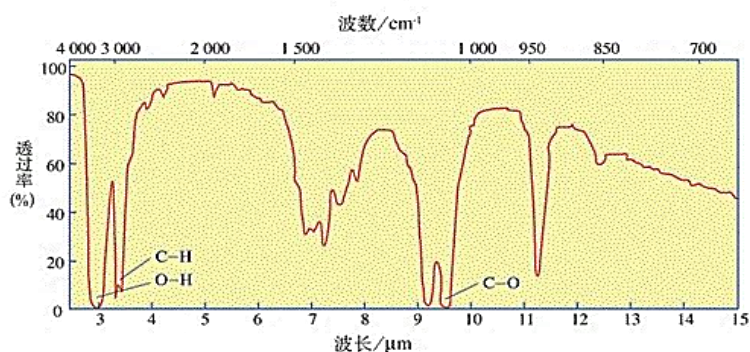


有机化合物的分子结构确定 — 红外线光谱

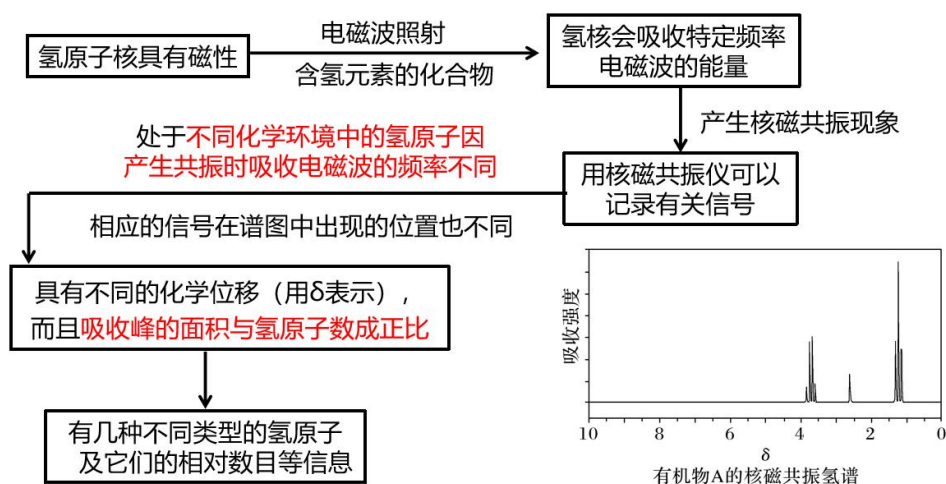
1. 作用：初步判断某有机物分子中所含有的化学键或官能团。
2. 原理：不同的化学键或官能团的吸收频率不同，在红外光谱图上将处于不同的位置。

例如：分子式为 C_2H_6O 的红外光谱上发现有 $O-H$ 、 $C-H$ 和 $C-O$ 的吸收峰，可推知该分子的结构简式为 C_2H_5OH

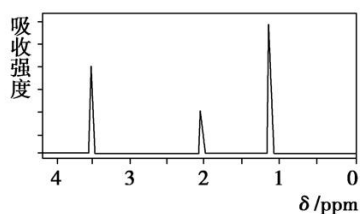
应用：可获得分子中所含有的化学键或官能团的信息。



有机化合物的分子结构确定—核磁共振氢谱

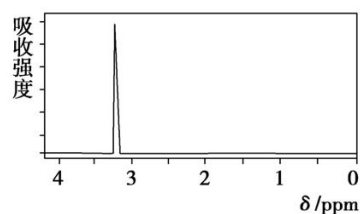


分子式： C_2H_6O



未知物A的核磁共振氢谱

CH_3CH_2OH （乙醇）分子中有3种处于不同化学环境的氢原子，对应的核磁共振氢谱图中只有3个峰，强度比为3:2:1



未知物B的核磁共振氢谱

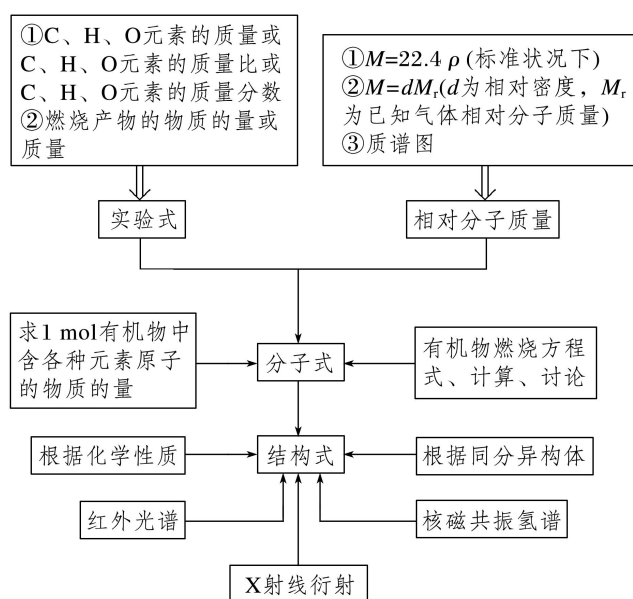
CH_3OCH_3 （二甲醚）分子中的6个氢原子的化学环境相同，对应的核磁共振氢谱图中只有一个峰

有机化合物的分子结构确定—x 射线衍射

1. 原理：x 射线是一种波长很短(约 10^{-10}m)的电磁波，它和晶体中的原子相互作用可以产生衍射图。经过计算可以从中获得分子结构的有关数据，包括键长、键角等分子结构信息。
2. 应用：将 x 射线衍射技术用于有机化合物(特别是复杂的生物大分子)晶体结构的测定，可以获得更为直接而详尽的结构信息。



研究有机化合物的一般方法总结



谱图法在确定有机物分子结构中的应用

1. **核磁共振氢谱图**：峰的个数即氢原子的种类数，而峰面积之比为各类氢原子个数之比。
2. **红外光谱图**：推知有机物分子中含有哪些化学键、官能团，从而确定有机物的结构。
3. **x 射线衍射技术**用于有机化合物 (特别是复杂的生物大分子) 晶体结构的测定。