



## 有机实验

日期: \_\_\_\_\_ 时间: \_\_\_\_\_ 姓名: \_\_\_\_\_  
Date: \_\_\_\_\_ Time: \_\_\_\_\_ Name: \_\_\_\_\_



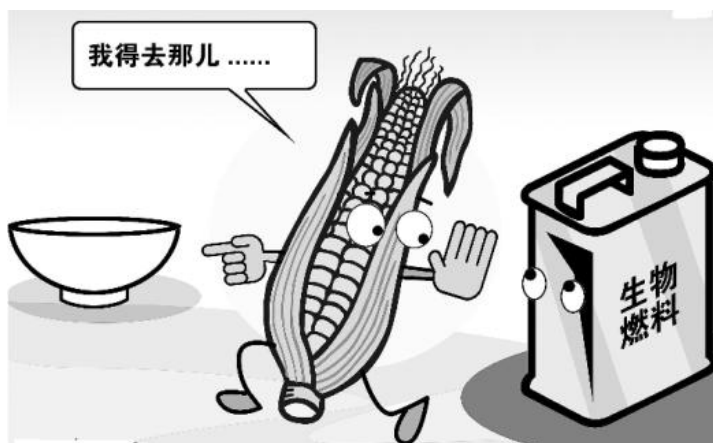
### 初露锋芒

#### 燃料乙醇

燃料乙醇指以生物物质为原料通过生物发酵等途径获得的可作为燃料用的乙醇。燃料乙醇经变性后与汽油按一定比例混合可制车用乙醇汽油。

燃料乙醇生产技术主要有第一代和第二代两种。第一代燃料乙醇技术是以糖质和淀粉质作物为原料生产乙醇。其工艺流程一般分为五个阶段，即液化、糖化、发酵、蒸馏、脱水。第二代燃料乙醇技术是以木质纤维素质为原料生产乙醇。与第一代技术相比，第二代燃料乙醇技术首先要进行预处理，即脱去木质素，增加原料的疏松性以增加各种酶与纤维素的接触，提高酶效率。待原料分解为可发酵糖类后，再进入发酵、蒸馏和脱水。

我国燃料乙醇的主要原料是陈化粮和以木薯、甜高粱等淀粉质或糖质非粮作物，今后研发的重点主要集中在以木质纤维素为原料的第二代燃料乙醇技术。目前，国家发改委已核准了广西的木薯燃料乙醇、内蒙的甜高粱燃料乙醇和山东的木糖渣燃料乙醇等非粮试点等项目，以农林废弃物等木质纤维素原料制取乙醇燃料的技术也已进入年产万吨级规模的中试阶段。

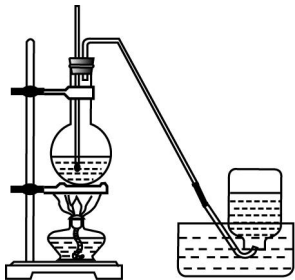
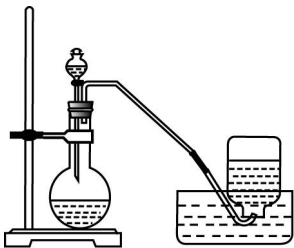




## 根深蒂固

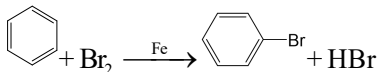
### 一、主要有机制备实验

#### 1. 乙烯、乙炔的制取

	乙烯	乙炔
原理	$\text{CH}_3\text{CH}_2\text{OH} \xrightarrow[170^\circ\text{C}]{\text{浓硫酸}} \text{CH}_2 = \text{CH}_2 \uparrow + \text{H}_2\text{O}$	$\text{CaC}_2 + 2\text{H}_2\text{O} \rightarrow \text{HC} \equiv \text{CH} \uparrow + \text{Ca}(\text{OH})_2$
反应装置		
收集方法	排水集气法	排水集气法或向下排空气法
实验注意事项	<p>①酒精与浓硫酸的体积比为_____；</p> <p>②酒精与浓硫酸混合方法：先在容器中加入酒精，再沿器壁慢慢加入浓硫酸，边加边冷却或搅拌；</p> <p>③温度计的水银球应插入_____；</p> <p>④应在混合液中加入几片碎瓷片_____；</p> <p>⑤应使温度迅速升至 <math>170^\circ\text{C}</math>；</p>	<p>①因反应放热且电石易变成粉末，所以不能使用启普发生器；</p> <p>②为了得到比较平缓的乙炔气流，可用_____代替水；</p> <p>③因反应太剧烈，可用分液漏斗控制滴水速度来控制反应</p>
净化	因酒精被炭化，碳与浓硫酸反应，乙烯中会混有 $\text{CO}_2$ 、 $\text{SO}_2$ 等杂质，可用盛有 $\text{NaOH}$ 溶液的洗气瓶将其除去。	因电石中含有 $\text{CaS}$ 等，与水反应会生成 $\text{H}_2\text{S}$ 等，可用硫酸铜溶液或 $\text{NaOH}$ 溶液将其除去。

## 2. 溴苯的实验室制法（如图所示）

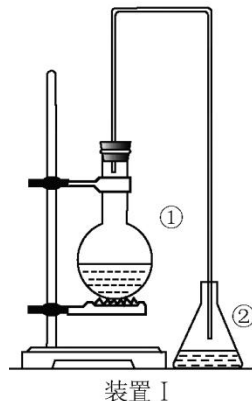
（1）反应原料：苯、液溴、铁粉

（2）反应原理：

（3）制取装置：圆底烧瓶、长玻璃导管（锥形瓶）（如图所示）

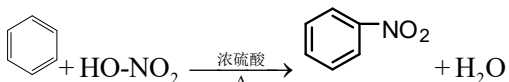
（4）注意事项：

- ①反应原料不能用溴水。苯与溴水混合振荡后，苯将溴从溴水中萃取出来，而并不发生溴代反应。
- ②反应过程中铁粉（严格地说是溴化铁）起催化剂作用。
- ③苯的溴代反应较剧烈，反应放出的热使苯和液溴汽化，使用长玻璃导管除导气外，还兼起使苯和液溴\_\_\_\_\_的作用，使反应充分进行。
- ④长玻璃导管口应接近锥形瓶（内装少量水）液面，而不能插入液面以下，否则会产生倒吸现象。实验过程中会观察到锥形瓶液面上方有白雾生成，若取锥形瓶中的溶液加入经硝酸酸化的硝酸银溶液会产生淡黄色沉淀，证明反应过程中产生了 HBr，从而也说明了在铁粉存在下苯与液溴发生的是取代反应而不是加成反应。
- ⑤反应完毕可以观察到：在烧瓶底部有褐色不溶于水的液体生成，这是溶解了液溴的粗溴苯，将粗溴苯倒入稀 NaOH 溶液中振荡洗涤，可除去溶解在溴苯中的液溴，得到无色，不溶于水，密度比水大的液态纯溴苯。



## 3. 硝基苯的实验室制法（如图所示）

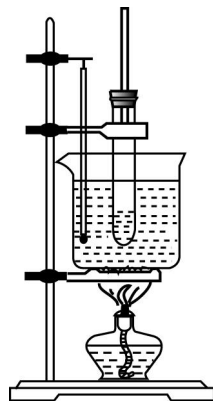
（1）反应原料：苯、浓硝酸、浓硫酸

（2）反应原理：

（3）制取装置：大试管、长玻管、水浴加热装置和温度计

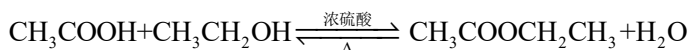
（4）注意事项：

- ①反应过程中浓硫酸起\_\_\_\_\_作用。
- ②配制一定比例的浓硝酸和浓硫酸的混合酸时，应先将\_\_\_\_\_注入容器中，再慢慢注入\_\_\_\_\_，同时不断搅拌和冷却。
- ③混合酸必须冷却至 50~60℃ 以下才能滴入苯是为了防止苯的挥发；在滴入苯的过程中要不断振荡是因为反应放热。若不振荡会因为温度升高加快了硝酸的分解和苯的挥发及副反应的发生。
- ④为了使反应在 50~60℃ 下进行，通常将反应器放在 50~60℃ 的水浴中加热，水浴加热的好处是保持恒温，受热均匀、易于控温（≤100℃）。
- ⑤将反应后的混合液倒入冷水中，多余的苯浮在水面上，多余的硝酸和硫酸溶于水中，而反应生成的硝基苯则沉在容器底部，由于其中溶有 NO<sub>2</sub> 而呈淡黄色，将所得的粗硝基苯用\_\_\_\_\_洗涤除去其中溶有的残留酸后，可观察到纯硝基苯是一种无色，有\_\_\_\_\_味，比水重的油状液体。
- ⑥硝基苯有毒，万一溅在皮肤上，应立即用酒精清洗。



#### 4. 乙酸乙酯的制备

(1) 实验原理:



(2) 实验装置

(3) 反应特点

- ①通常反应速率较小。
- ②反应是可逆的、乙酸乙酯的产率较低。

(4) 反应的条件及其意义

①加热。加热的主要目的是提高反应速率，其次是使生成的乙酸乙酯挥发而收集，使平衡向正方向移动，提高乙醇、乙酸的转化率。

②以浓硫酸作催化剂，提高反应速率。

③以浓硫酸作吸水剂，提高乙醇、乙酸的转化率。

(5) 实验需注意的问题

①加入试剂的顺序为  $\text{C}_2\text{H}_5\text{OH} \rightarrow \text{浓硫酸} \rightarrow \text{CH}_3\text{COOH}$ 。

②用盛  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  饱和溶液的试管收集生成的乙酸乙酯，一方面中和蒸发出来的\_\_\_\_\_、溶解蒸发出来的\_\_\_\_\_；另一方面降低\_\_\_\_\_的溶解度，有利于酯的分离。

③导管不能插入到  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  溶液中，以防止倒吸回流现象的发生。

④加热时要用小火均匀加热，防止乙醇和乙酸大量挥发，液体剧烈沸腾。

⑤装置中的长导管起导气兼冷凝作用。

⑥充分振荡试管、然后静置，待液体分层后，分液得到的上层液体即为乙酸乙酯。

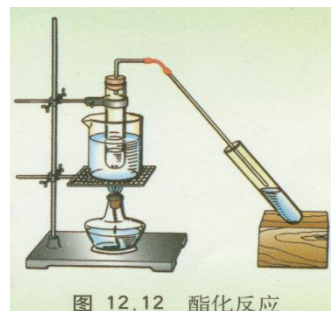
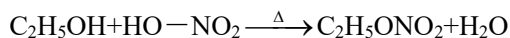


图 12.12 酯化反应

点拨：①苯的硝化反应，②实验室制乙烯，③实验室制乙酸乙酯。实验中浓  $\text{H}_2\text{SO}_4$  所起的作用不完全相同，实验①和③中浓  $\text{H}_2\text{SO}_4$  均起催化剂和吸水剂作用，实验②中浓  $\text{H}_2\text{SO}_4$  作催化剂和脱水剂。

(6) 能与醇发生酯化反应的酸除羧酸外，还有无机含氧酸，如



硝酸乙酯



#### 5. 乙酸丁酯制取

(1) 反应原料：1-丁醇、冰乙酸、浓硫酸、15%碳酸钠溶液、pH 试纸。

注：反应温度：115-125℃

乙酸丁酯的性质：带水果香味的无色液体；沸点：126.3℃；密度：0.88g/cm<sup>3</sup>；

微溶于水，能与乙醇等互溶。

1-丁醇的性质：沸点：117.2℃；密度：0.81g/cm<sup>3</sup>

## (2) 实验过程:

- ①大试管中加入 1-丁醇、冰醋酸(过量)、再滴入几滴浓硫酸,混合均匀。
- ②放在石棉网上方加热,当反应液呈沸腾状时,继续加热回流 10min
- ③将大试管中的反应液倒入分液漏斗中,静置,分去水层。分别用水洗、15%碳酸钠溶液洗涤(注意放气),直至无气体生成,用 pH 试纸测定无酸性,分去水层,收集乙酸丁酯。

## (3) 实验现象:

制备时:大试管反应液上有油状液体。

提纯时:得到无色透明的油状液体,有香味。

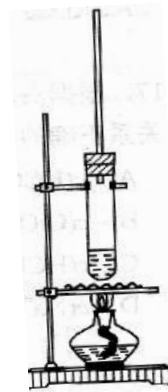
## (4) 注意事项:

①酯化反应有一定的可逆性,制备中一般通过提高相对廉价乙酸的浓度和及时移去生成物中的水,提高转化率。

②制备时温度较高,不用水浴,为了防止温度过高(易碳化)把大试管放在石棉网上方的空气中加热。

③长玻璃管:作空气冷凝器,冷凝回流反应物,以提高反应转化率。

④由于乙酸丁酯的沸点较高,故采取先制备,后提纯。



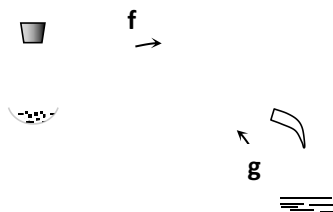
## 6. 石油的分馏实验(如图所示)

(1) 反应原料:原油

(2) 反应原理:利用加热和冷凝,把石油分成不同沸点范围的馏分

(3) 反应装置:酒精灯、蒸馏烧瓶、温度计、冷凝器、锥形瓶等

(4) 注意事项:



①实验前应认真检查装置的气密性。

②温度计水银球应位于蒸馏烧瓶支管口略低处,以测定生成物的沸点。

③冷凝器中冷凝水的流向与气流方向相反,上口出水。

④为防止液体暴沸,在反应混合液中需加入少许碎瓷片。

⑤实验过程中收集沸点 60~150℃的馏分是汽油,沸点为 150~300℃的馏分是柴油。

## 6. 煤的干馏

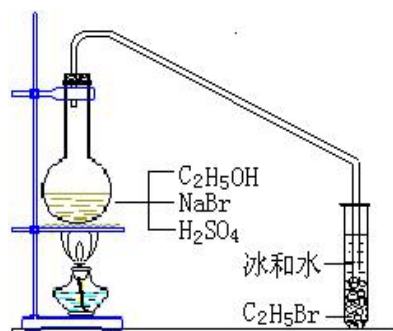
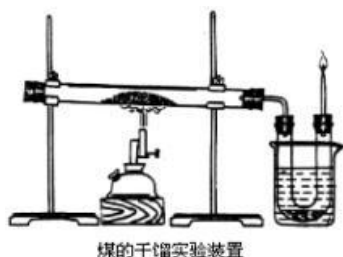
(1) 反应原料：煤

(2) 干馏后得到的产物：

硬质试管中（固体）：焦炭

U 形管中（液体）：煤焦油(经分馏可得到芳香烃、酚、萘等有机物)、粗苯、粗氨水

点燃（气体）：焦炉气（ $\text{H}_2$ 、 $\text{CH}_4$ 、 $\text{C}_2\text{H}_4$ 、 $\text{CO}$  等）



## 7. 溴乙烷的制取

(1) 反应原料：溴化钠固体、1:1 硫酸、95% 乙醇

(2) 反应原理： $\text{C}_2\text{H}_5\text{OH} + \text{NaBr} + \text{H}_2\text{SO}_4 \xrightarrow{\text{微热}} \text{NaHSO}_4 + \text{C}_2\text{H}_5\text{Br} + \text{H}_2\text{O}$

注：溴乙烷沸点  $38.4^\circ\text{C}$  无色油状液体，不溶于水，易溶于有机溶剂，密度大于水。

(3) 实验过程：

- ①在圆底烧瓶中加入研细的溴化钠，然后加入硫酸（1:1）、95% 乙醇，小心摇动烧瓶使其混合均匀
- ②加入几粒碎瓷片，
- ③小心加热，使其充分反应；
- ④再将试管中液体冷却后倒入亚硫酸钠溶液中洗涤分液。

(4) 实验现象：试管的底部有油状液体。

(5) 注意事项：

- ①硫酸不宜过浓，否则容易把刚生成的溴化氢氧化生成溴。
- ②亚硫酸钠溶液的作用是：除去溴乙烷中的溴并溶解其中的乙醇。
- ③烧杯中是冰水，用于冷凝溴乙烷。
- ④该实验可能有乙醚、乙烯等副产物生成。



## 二、主要有机物性质实验

实验名称	原料及原理	步骤	现象	注意事项
银镜反应	原料：2%AgNO <sub>3</sub> 溶液、2%稀氨水、乙醛溶液 原理：	1.配银氨溶液：在 AgNO <sub>3</sub> 溶液中逐滴滴入稀氨水直至沉淀恰好溶解 2.在银氨溶液中小心加入乙醛溶液 3.将试管放在水浴中加热	试管内壁上有一层光亮如镜的银	1.银氨溶液要现配现用。 2.试管要洁净。 3.水浴温度以 50~60℃为宜。 4.不能搅拌 5.做完银镜反应的试管先用稀硝酸洗涤再用水冲洗。
醛基与新制氢氧化铜悬浊液	原料：10%NaOH溶液 2%CuSO <sub>4</sub> 溶液、乙醛溶液 原理：	1.配氢氧化铜悬浊液：在 2mL10%NaOH 溶液中滴入 4-6 滴 CuSO <sub>4</sub> 溶液。 2.在新制的氢氧化铜悬浊液中加入乙醛溶液 3.加热至沸腾	有砖红色沉淀生成	1.此实验必须在碱性条件下才可进行。 2.氢氧化铜悬浊液要现配现用。
卤代烃的水解	原料：溴乙烷、5%的 NaOH 溶液、稀硝酸、AgNO <sub>3</sub> 溶液 原理：	在试管甲中加入 15 滴溴乙烷，再加入数滴 AgNO <sub>3</sub> 溶液，充分振荡，加热。 在试管乙中加入 15 滴溴乙烷，再加入 1ml5%的 NaOH 溶液，充分振荡，加热，充分反应后，冷却，取上层水溶液于另一试管中加 1ml 稀硝酸，再加入数滴 AgNO <sub>3</sub> 溶液。	试管甲中：无浅黄色沉淀。 试管乙中：有浅黄色沉淀。	1.加稀硝酸是中和氢氧化钠，防止干扰 Br <sup>-</sup> 的检验。 2.通过对照实验说明：溴乙烷在加热的条件下，在 NaOH 溶液中发生了水解反应。
乙酸乙酯的水解	原料：乙酸乙酯、蒸馏水、稀硫酸、30%NaOH 溶液 原理：	甲、乙、丙三支试管分别加入 6 滴乙酸乙酯，甲中再加入 5.5ml 蒸馏水；乙中再加入 0.5ml 稀硫酸 5ml 蒸馏水；丙中再加入 0.5mlNaOH 溶液 5ml 蒸馏水。振荡、摇匀后，把三支试管放在 70-80℃的水浴中加热。	甲中酯的量未减少； 乙中酯的量减少一些； 丙中几乎无酯。	1.无机酸或碱均可作酯水解催化剂。 2.碱可中和生成的酸使平衡向右移动，所以酯在碱性条件下水解程度大。

### 三、主要有机物检验、鉴别、除杂

#### 1. 有机物的检验

##### (1) 常用试剂

- ①溴水
- ②酸性高锰酸钾溶液
- ③银氨溶液
- ④新制的  $\text{Cu}(\text{OH})_2$  悬浊液
- ⑤ $\text{FeCl}_3$  溶液

##### (2) 几种重要有机物的检验

有机物或官能团	常用试剂	反应现象
$\text{C}=\text{C}$ 双键	溴水	褪色
$\text{C}\equiv\text{C}$ 叁键	酸性 $\text{KMnO}_4$ 溶液	褪色
苯的同系物	酸性 $\text{KMnO}_4$ 溶液	褪色
	溴水	不褪色
醇中的 $-\text{OH}$	金属钠	产生无色无味气体
苯酚	浓溴水	溴水褪色产生白色沉淀
	$\text{FeCl}_3$ 溶液	呈紫色
醛基 $-\text{CHO}$	银氨溶液	水浴加热生成银镜
	新制 $\text{Cu}(\text{OH})_2$ 悬浊液	煮沸生成砖红沉淀
羧基 $-\text{COOH}$	指示剂	变色
	新制 $\text{Cu}(\text{OH})_2$ 悬浊液	常温沉淀溶解呈蓝色溶液
	$\text{Na}_2\text{CO}_3$ 溶液	产生无色无味气体
淀粉	碘水	呈蓝色

#### 2. 有机物的鉴别

所谓鉴别，就是根据给定的两种或两种以上的被检物质的性质，用物理方法或化学方法，通过必要的实验，根据产生的不同现象，把它们一一区别开来。有机物的鉴别主要是利用官能团的特征反应进行鉴别。鉴别有机物常用的试剂及特征反应有以下几种：

##### (1) 水

适用于 ① 不溶于水，且密度不同的有机物的鉴别，例如：苯与硝基苯。

② 一种易溶于水，一种难溶于水的物质间的鉴别。



**附：溶解性与密度的相关知识****一、相似相溶原理**

1. 极性溶剂（如水）易溶解极性物质（离子晶体、分子晶体中的极性物质如强酸等）；
2. 非极性溶剂（如苯、汽油、四氯化碳、酒精等）能溶解非极性物质（大多数有机物、 $\text{Br}_2$ 、 $\text{I}_2$ 等）；
3. 含有相同官能团的物质互溶，如水中含羟基（ $-\text{OH}$ ）能溶解含有羟基的醇、酚、羧酸

**二、有机物的溶解性与官能团的溶解性**

（1）易溶于水的官能团（即亲水基团）有 $-\text{OH}$ 、 $-\text{CHO}$ 、 $-\text{COOH}$ 、 $-\text{NH}_2$ 。

（2）难溶于水的官能团（即憎水基团）有：所有的烃基（ $-\text{C}_n\text{H}_{2n+1}$ 、 $-\text{CH}=\text{CH}_2$ 、 $-\text{C}_6\text{H}_5$ 等）、卤原子（ $-\text{X}$ ）、硝基（ $-\text{NO}_2$ ）等。

**三、液态有机物的密度**

1. 难溶于水，且密度小于水的有机物例如，液态烃（乙烷、乙烯、苯、苯的同系物……），液态酯（乙酸乙酯、硬脂酸甘油酯……），一氯卤代烷烃（1-氯乙烷……），石油产品（汽油、煤油、油脂……）注：汽油产品分为直馏汽油和裂化汽油（含不饱和烃）。
2. 难溶于水，且密度大于水的有机物例如：四氯化碳、氯仿、氯苯、硝基苯、溴乙烷、溴苯、二硫化碳

**（2）溴水**

- ①与分子结构中含有  $\text{C}=\text{C}$  键或  $\text{C}\equiv\text{C}$  键的有机物发生加成反应而褪色。例如：烯烃，炔烃和二烯烃等。
- ②与含有醛基的物质发生氧化还原反应而褪色。例如：醛类，甲酸。
- ③与苯酚发生取代反应而褪色，且生成白色沉淀。

**（3）酸性  $\text{KMnO}_4$  溶液**

- ①与分子结构中含有  $\text{C}=\text{C}$  键或  $\text{C}\equiv\text{C}$  键的不饱和有机物发生氧化还原反应而褪色。例如：烯烃，炔烃和二烯烃等。
- ②苯的同系物的侧链被氧化而褪色。例如：甲苯，二甲苯等。
- ③与含有羟基、醛基的物质发生氧化还原反应而使褪色。例如：醇类，醛类，单糖等。

**（4）银氨溶液**

与含有醛基的物质水浴加热发生银镜反应。例如：醛类，甲酸，甲酸酯和葡萄糖等。

(5) 新制  $\text{Cu}(\text{OH})_2$  悬浊液

- ①与较强酸性的有机酸反应,混合液澄清。例如: 甲酸, 乙酸等。
- ②与含有醛基的物质混合加热, 产生砖红色沉淀。例如: 醛类, 甲酸, 甲酸酯和葡萄糖等
- ③与多元醇生成绛蓝色溶液。如丙三醇。

(6) 金属钠: 与含有羟基的物质发生置换反应产生无色气体。例如: 醇类, 酸类等。

(7)  $\text{FeCl}_3$  溶液: 与苯酚反应生成紫色溶液。

(8) 碘水: 遇到淀粉生成蓝色溶液。

(9)  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  溶液: 与酸性较强的羧酸反应产生气体。如: 乙酸和苯甲酸等。

总结: 鉴别的过程中对实验的要求是:

- (1) 操作简便; (2) 现象明显; (3) 反应速度快; (4) 灵敏度高。

【思考 1】如何用化学方法区别乙醇、乙醛、甲酸和乙酸四种物质的水溶液?

加入新制 $\text{Cu}(\text{OH})_2$ 后的现象				
混合溶液加热后现象				
结论				

【思考 2】如何检验卤代烃中的卤素原子?

【思考 3】烯醛中碳碳双键的检验

【思考 4】如何检验溶解在苯中的苯酚？

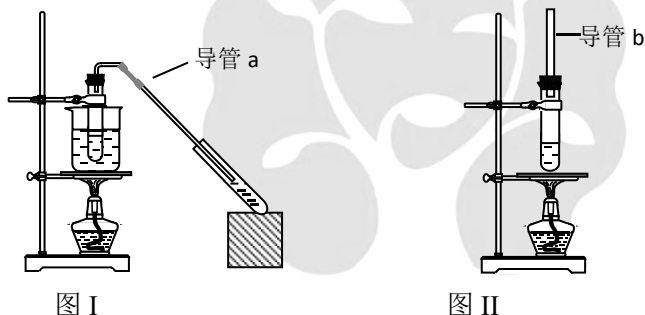


## 枝繁叶茂

### 知识点 1：制备实验

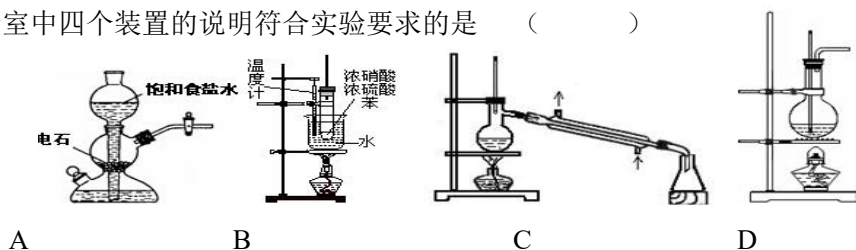
#### 题型一：选择题

例 1：现有下列两套实验装置，用于实验室制取乙酸乙酯或乙酸丁酯。下列说法错误的是 ( )



- A. 图 I 装置用于制取乙酸乙酯，图 II 装置用于制取乙酸丁酯
- B. 导管 a 和导管 b 的作用都是冷凝回流
- C. 都可用饱和  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  溶液来洗去酯中的酸和醇
- D. 加入过量的乙酸可以提高醇的转化率

变式 1：关于实验室中四个装置的说明符合实验要求的是 ( )



- A. 若需制备较多量的乙炔可用此装置
- B. 可用此装置来制备硝基苯，但产物中可能会混有其他副产物
- C. 可用此装置来分离含碘的四氯化碳液体，最终在锥形瓶中可获得碘
- D. 可用此装置来制备乙酸乙酯并在烧瓶中获得产物

## 题型二：实验填空题

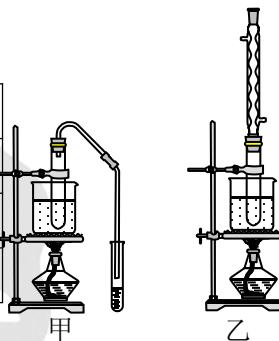
**例 1：**乙醇是制取饮料、香精、染料、涂料、洗涤剂等产品的原料。

完成下列填空：

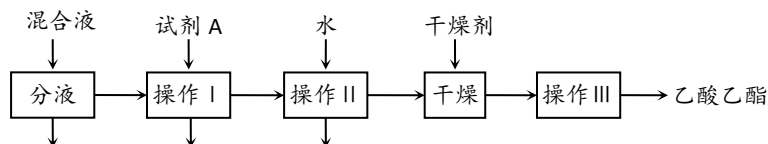
- 实验室用乙醇制取乙烯时，浓硫酸的用量远远超过作为催化剂的正常用量，原因是\_\_\_\_\_。
- 验证乙烯加成反应性质时，需对乙烯气体中的干扰物质进行处理，可选用的试剂是\_\_\_\_\_（填写化学式）；能确定乙烯通入溴水中发生了加成反应的事实是\_\_\_\_\_。（选填编号）
  - 溴水褪色
  - 有油状物质生成
  - 反应后水溶液酸性增强
  - 反应后水溶液接近中性
- 实验室用乙醇和乙酸制备乙酸乙酯时，甲乙两套装置都可以选用。关于这两套装置的说法正确的是\_\_\_\_\_。（选填编号）

- 甲装置乙酸转化率高
- 乙装置乙酸转化率高
- 甲装置有冷凝回流措施
- 乙装置有冷凝回流措施

物质	沸点(°C)
乙醇	78.5
乙酸	117.9
乙酸乙酯	77



- 用乙装置实验时，提纯乙中乙酸乙酯的流程如下：



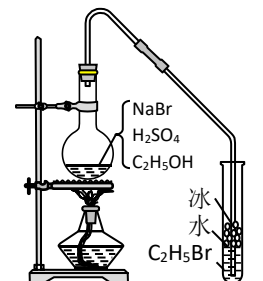
以上流程中试剂 A 的化学式是\_\_\_\_\_；操作 II 的名称是\_\_\_\_\_；操作 III 一般适用于分离\_\_\_\_\_混合物。

- 右图是用乙醇制备溴乙烷的装置，实验中有两种加料方案：

- 先加溴化钠→再加乙醇→最后加 1：1 浓硫酸；
- 先加溴化钠→再加 1：1 浓硫酸→最后加乙醇。

按方案①和②实验时，产物都有明显颜色，若在试管中加入\_\_\_\_\_，产物可变为无色。

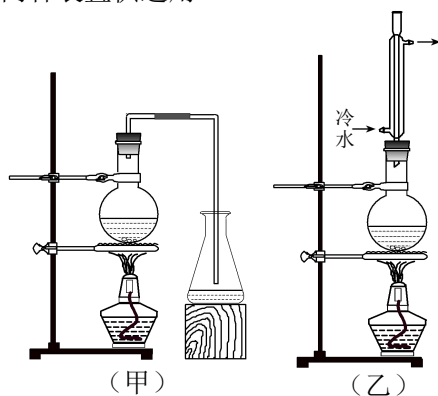
与方案①相比较，方案②的明显缺点是\_\_\_\_\_。



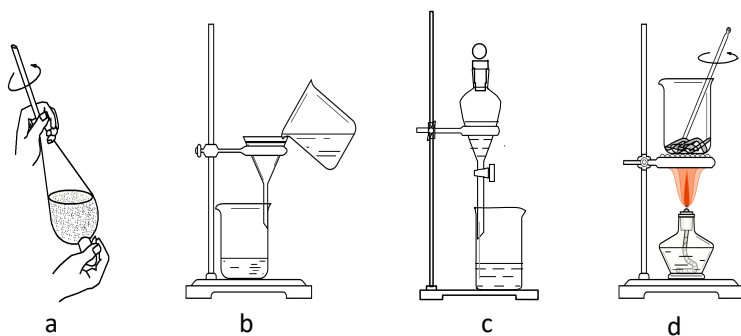
变式 1：实验室制取乙酸丁酯的实验装置有如右图所示两种装置供选用。

其有关物质的物理性质如下表：

	乙酸	1-丁醇	乙酸丁酯
熔点(°C)	16.6	-89.5	-73.5
沸点(°C)	117.9	117	126.3
密度(g/cm <sup>3</sup> )	1.05	0.81	0.88
水溶性	互溶	可溶(9g/100g水)	微溶



- 制取乙酸丁酯的装置应选用\_\_\_\_\_（选填“甲”或“乙”）。不选另一种装置的理由是\_\_\_\_\_。
- 该实验生成物中除了主产物乙酸丁酯外，还可能生成的有机副产物有（写出结构简式）\_\_\_\_\_、\_\_\_\_\_。
- 酯化反应是一个可逆反应，为提高 1-丁醇的利用率，可采取的措施是\_\_\_\_\_。
- 从制备乙酸丁酯所得的混合物中分离、提纯乙酸丁酯时，需要经过多步操作，下列图示的操作中，肯定需要的化学操作是\_\_\_\_\_（选填编号）。

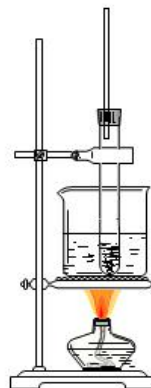


- 有机物的分离操作中，经常需要使用分液漏斗等仪器。使用分液漏斗前必须\_\_\_\_\_（填写操作）；某同学在进行分液操作时，若发现液体流不下来，其可能原因除分液漏斗活塞堵塞外，还可能\_\_\_\_\_（写出一点）。

**变式 2:** 硝基苯是制造染料的重要原料。某同学在实验室里用右图装置制取硝基苯, 主要步骤如下: ①在大试管里将 2mL 浓硫酸和 1.5mL 浓硝酸混合, 摇匀, 冷却到 50~60℃ 以下。然后逐滴加入 1mL 苯, 边滴边振荡试管。

②按图连接好装置, 将大试管放入 60℃ 的水浴中加热 10 分钟。

完成下列填空:



- 指出右图中的错误\_\_\_\_\_、  
\_\_\_\_\_。
- 向混合酸中加入苯时, “逐滴加入”、“边滴边振荡试管”的目的是\_\_\_\_\_。
- 反应一段时间后, 混合液明显分为两层, 上层呈\_\_\_\_\_色, 其中主要物质是\_\_\_\_\_ (填写物质名称)。把反应后的混和液倒入盛有冷水的烧杯里, 搅拌, 可以看到\_\_\_\_\_。(选填编号)  
a. 水面上是含有杂质的硝基苯      b. 水底有浅黄色、苦杏仁味的液体  
c. 烧杯中的液态有机物只有硝基苯      d. 有无色、油状液体浮在水面
- 为了获得纯硝基苯, 实验步骤为: ①水洗、分离; ②将粗硝基苯转移到盛有\_\_\_\_\_的烧杯中洗涤、用\_\_\_\_\_ (填写仪器名称) 进行分离; ③\_\_\_\_\_; ④干燥; ⑤\_\_\_\_\_。
- 实验装置经改进后, 该同学按照上述实验步骤重新进行了多次实验, 充分反应后有两种情况出现, 请帮助他作出分析:  
(1) 产率低于理论值, 原因是\_\_\_\_\_;  
(2) 产率高于理论值, 原因是\_\_\_\_\_。



## 知识点 2：性质实验

**例 1：**乙醛在催化剂存在的条件下，可以被空气氧化成乙酸。依据此原理设计实验制得并在试管 C 中收集到少量乙酸溶液（如图所示：试管 A 中装有 40% 的乙醛水溶液、氧化铜粉末；试管 C 中装有适量蒸馏水；烧杯 B 中装有某液体）。已知在  $60^{\circ}\text{C}\sim 80^{\circ}\text{C}$  时用双连打气球鼓入空气即可发生乙醛的氧化反应，连续鼓入十几次反应基本完全。有关物质的沸点见下：

请回答下列问题：

物质	乙醛	乙酸	甘油	乙二醇	水
沸点	$20.8^{\circ}\text{C}$	$117.9^{\circ}\text{C}$	$290^{\circ}\text{C}$	$197.2^{\circ}\text{C}$	$100^{\circ}\text{C}$

（1）试管 A 内在  $60^{\circ}\text{C}\sim 80^{\circ}\text{C}$  时发生的主要反应的化学方程式为（注明反应条件）\_\_\_\_\_。

（2）如图所示在实验的不同阶段，需要调整温度计在试管 A 内的位置，在实验开始时温度计水银球的位置应在\_\_\_\_\_；当试管 A 内的主要反应完成后温度计水银球的位置应在\_\_\_\_\_，目的是\_\_\_\_\_。

（3）烧杯 B 的作用是\_\_\_\_\_；烧杯 B 内盛装的液体可以是\_\_\_\_\_（写出一种即可）。

（4）若想检验试管 C 中是否含有产物乙酸，请你在所提供的药品中进行选择，设计一个简便的实验方案。所提供的药品有：pH 试纸、红色的石蕊试纸、白色的醋酸铅试纸、碳酸氢钠粉末。实验仪器任选。该方案为\_\_\_\_\_。



**变式 1:** 实验室合成乙酸乙酯的步骤如下: 在圆底烧瓶内加入乙醇、浓硫酸和乙酸, 瓶口竖直安装通有冷却水的冷凝管(使反应混合物的蒸气冷凝为液体流回烧瓶内), 加热回流一段时间后换成蒸馏装置进行蒸馏, 得到含有乙醇、乙酸和水的乙酸乙酯粗产品。

请回答下列问题:

- (1) 在烧瓶中除了加入乙醇、浓硫酸和乙酸外, 还应放入\_\_\_\_\_目的是\_\_\_\_\_
- (2) 反应中加入过量的乙醇, 目的是\_\_\_\_\_
- (3) 如果将上述实验步骤改为在蒸馏烧瓶内先加入乙醇和浓硫酸, 然后通过分液漏斗边滴加乙酸, 边加热蒸馏。这样操作可以提高酯的产率, 其原因是\_\_\_\_\_
- (4) 现拟分离粗产品乙酸乙酯、乙酸和乙醇的混合物下列框图是分离操作步骤流程图:



则试剂 a 是: \_\_\_\_\_, 分离方法 I 是\_\_\_\_\_分离方法 II 是\_\_\_\_\_,  
试剂 b 是\_\_\_\_\_, 分离方法 III 是\_\_\_\_\_。

- (5) 甲、乙两位同学欲将所得含有乙醇、乙酯和水的乙酸乙酯粗产品提纯, 在未用指示剂的情况下, 他们都是先加 NaOH 溶液中和酯中过量的酸, 然后用蒸馏法将酯分离出来。甲、乙两人实验结果如下:

甲得到了显酸性的酯的混合物;

乙得到了大量水溶性的物质;

丙同学分析了上述实验目标产物后认为上述实验没有成功。

试解答下列问题:

- ①甲实验失败的原因是: \_\_\_\_\_
- ②乙实验失败的原因是: \_\_\_\_\_

## 知识点 3: 检验、鉴别、除杂

例 1: 下列除去杂质(括号内物质为少量杂质)的方法中, 正确的是 ( )

- A. 乙烷(乙烯): 光照条件下通入  $\text{Cl}_2$ , 气液分离
- B. 乙酸乙酯(乙酸): 用饱和碳酸钠溶液洗涤, 分液
- C.  $\text{CO}_2$  ( $\text{SO}_2$ ): 气体通过盛氢氧化钠溶液的洗气瓶
- D. 乙醇(乙酸): 加足量浓硫酸, 蒸馏

变式 1: (双选) 下列四组物质, 用横线上所给的试剂常温下就能鉴别出来的是 ( )

- |  |           |
|--|-----------|
| A. $\text{FeO}$ 、 $\text{FeS}$ 、 $\text{CuO}$ 、 $\text{CuS}$ | 稀硫酸       |
| B. 苯、四氯化碳、无水乙醇、己烯  | 溴水        |
| C. 甲酸、乙酸、乙醛、乙醇   | 新制氢氧化铜悬浊液 |
| D. 苯酚钠溶液、甲苯、乙酸乙酯、乙酸  | 饱和碳酸钠溶液   |

变式 2: 为鉴定卤代烃中所含卤素原子, 现有下列实验操作步骤: ①加入  $\text{AgNO}_3$  溶液; ②加入少许卤代烃试样; ③加热; ④加入  $5\text{mL } 4\text{mol/L NaOH}$  溶液; ⑤加入  $5\text{mL } 4\text{mol/L HNO}_3$  溶液。正确的顺序 ( )

- A. ②④③①      B. ②③①      C. ②④③⑤①      D. ②⑤③①

变式 3: 下列对检验方法或现象描述错误的是 ( )

- A. 苯中是否混有苯酚, 可用加溴水是否产生白色沉淀进行检验
- B. 乙醛中是否混有乙醇, 可用加入金属钠是否产生气体进行检验
- C. 乙醇中是否混有水, 可用加硫酸铜粉末是否变蓝进行检验
- D. 乙酸乙酯是否混有乙酸, 可用加石蕊试液是否变红进行检验



## 瓜熟蒂落

1. (双选) 以下物质的工业制备所用主要原料(括号内物质)不符合事实的是 ( )

- |           |                |
|-----------|----------------|
| A. 乙烯(乙醇) | B. 顺丁橡胶(石油裂解气) |
| C. 碘(海带)  | D. 溴(海水晒盐后的余液) |

2. 欲从苯酚的乙醇溶液中回收苯酚, 有下列操作: ①蒸馏; ②过滤; ③静置分液; ④加入足量金属钠; ⑤通入过量的  $\text{CO}_2$ ; ⑥加入足量的  $\text{NaOH}$  溶液; ⑦加入足量的  $\text{FeCl}_3$  溶液; ⑧加入乙酸与浓酸混合液加热。合理的步骤程序是 ( )

- A. ④⑤③      B. ⑥①⑤③      C. ⑧①      D. ⑧②⑤③

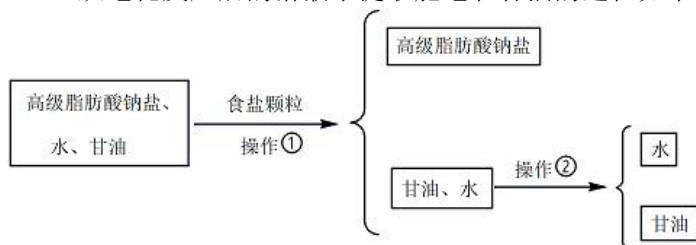
3. (双选) 下列每组各有三对物质, 它们都能用分液漏斗分离的是 ( )
- A. 乙酸乙酯和水, 酒精和水, 苯酚和水  
B. 二溴乙烷和水, 溴苯和水, 硝基苯和水  
C. 乙苯和水, 乙醇和水, 乙酸和乙醇  
D. 油酸和水, 甲苯和水, 己烷和水
4. (双选) 下列实验能成功的是 ( )
- A. 用电石和饱和食盐水反应制乙炔  
B. 将等物质的量的乙醇和乙酸在烧瓶里加热蒸馏, 可制得乙酸乙酯  
C. 将无水乙醇和浓  $\text{H}_2\text{SO}_4$  共热到  $170^\circ\text{C}$  制乙烯  
D. 将氯乙烷与  $\text{NaOH}$  溶液共热后, 加入  $\text{AgNO}_3$  溶液检验氯元素
5. 中学化学实验中常见的使用温度计有如下 3 种情形①温度计的液泡浸没在液体反应物液面以下; ②温度计的液泡置于水浴中; ③温度计的液泡置于蒸馏烧瓶的支管口处。下列实验使用温度计正确的是 ( )
- A. 苯的硝化反应——①  
B. 酒精和浓硫酸混合加热制乙烯——①  
C. 测定硝酸钾在水中的溶解度——③  
D. 分离苯和硝基苯的混合物——②
6. 下列一种试剂可以将乙醇、乙醛、乙酸、甲酸四种无色液体鉴别开来的是 ( )
- A. 银氨溶液  
B. 浓溴水  
C.  $\text{FeCl}_3$  溶液  
D. 新制的  $\text{Cu}(\text{OH})_2$  悬浊液
7. 下列各组有机物只用一种试剂无法鉴别的是 ( )
- A. 甲苯、乙醇、溴苯  
B. 苯、甲苯、环己烷  
C. 甲酸、乙醛、乙酸  
D. 苯、苯酚、己烯
8. 仅用一种试剂鉴别物质: 苯、 $\text{CCl}_4$ 、 $\text{NaI}$  溶液、 $\text{NaCl}$  溶液、 $\text{Na}_2\text{SO}_3$  溶液。下列试剂中不能选用的是 ( )
- A. 溴水  
B.  $\text{FeCl}_3$  溶液  
C. 酸性  $\text{KMnO}_4$  溶液  
D.  $\text{AgNO}_3$  溶液
9. 实验室用溴和苯反应制取溴苯, 得到粗溴苯后, 要用如下操作精制: ①蒸馏②水洗③用干燥剂干燥④  $10\%\text{NaOH}$  溶液洗⑤水洗正确的操作顺序是 ( )
- A. ①②③④⑤  
B. ②④⑤③①  
C. ④②③①⑤  
D. ②④①⑤③
10. 用括号中的试剂除去各组物质中的少量杂质不正确的是 ( )
- A. 苯中的甲苯(溴水)  
B. 乙醇中的水(新制的  $\text{CaO}$ )  
C. 乙醇中的乙酸( $\text{NaOH}$  溶液)  
D. 乙酸乙酯中的乙酸(饱和  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  溶液)

11. 实验一：用地沟油制肥皂（高级脂肪酸钠盐）和甘油（常压下甘油的沸点为  $290^{\circ}\text{C}$ ）。

（1）将约 6g 地沟油、10mL 40% 的烧碱溶液、5mL 液体 A 混合后在烧杯中加热约 0.5 小时。A 可以增大反应物间的接触，则 A 可以是\_\_\_\_\_（选填编号）。

a. 四氯化碳      b. 汽油      c. 乙醇

（2）从皂化反应后的溶液中提取肥皂和甘油的过程如下：



加入食盐颗粒后，液体表面析出白色固体，则食盐的作用是\_\_\_\_\_。

操作②必须用到的玻璃仪器是\_\_\_\_\_（选填编号）。

a. 漏斗      b. 分液漏斗      c. 蒸馏烧瓶

（3）若甘油的产率明显低于高级脂肪酸钠盐的产率，可能的原因是\_\_\_\_\_（选填编号）。

a. 油脂水解不充分      b. 部分甘油挥发      c. 甘油中混有水

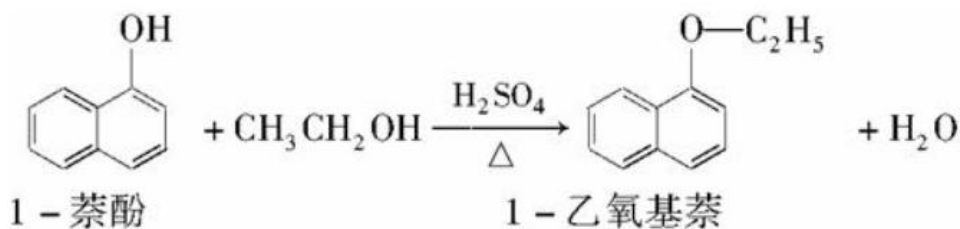
实验二：测定油脂的碘值。碘值是指 100g 油脂中所能吸收（加成）碘的克数。

称取  $a\text{g}$  某油脂，加入含  $b\text{mol}$   $\text{I}_2$  的溶液(韦氏液),充分振荡；过量的  $\text{I}_2$  用  $c\text{mol/L}$   $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  溶液滴定（以淀粉为指示剂）： $2\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 + \text{I}_2 \rightarrow \text{Na}_2\text{S}_4\text{O}_6 + 2\text{NaI}$ ，用去  $v\text{mL}$ 。

（4）配制韦氏液，溶剂选用冰醋酸而不选用水的原因是\_\_\_\_\_。

滴定终点时颜色的变化是\_\_\_\_\_。

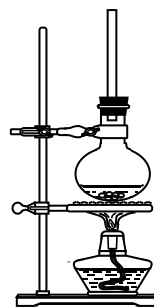
12. 1-乙氧基萘常用作香料，也可合成其他香料。实验室制备 1-乙氧基萘的过程如下：



已知：1-萘酚的性质与苯酚相似，有难闻的苯酚气味。相关物质的物理常数：

物质	相对分子质量	状态	熔点( $^{\circ}\text{C}$ )	沸点( $^{\circ}\text{C}$ )	溶解度	
					水	乙醇
1-萘酚	144	无色或黄色菱形结晶或粉末	$96^{\circ}\text{C}$	$278^{\circ}\text{C}$	微溶于水	易溶于乙醇
1-乙氧基萘	172	无色液体	$5.5^{\circ}\text{C}$	$267^{\circ}\text{C}$	不溶于水	易溶于乙醇
乙醇	46	无色液体	$-114.1^{\circ}\text{C}$	$78.5^{\circ}\text{C}$	任意比混溶	

(1) 将 72g 1-萘酚溶于 100mL 无水乙醇中，加入 5mL 浓硫酸混合。将混合液置于如图所示的容器中加热充分反应。实验中使用过量乙醇的原因是\_\_\_\_\_。



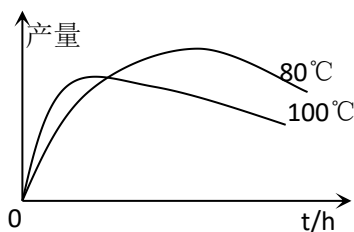
(2) 装置中长玻璃管的作用是：\_\_\_\_\_。

(3) 该反应能否用实验室制备乙酸乙酯的装置\_\_\_\_\_ (选填“能”或“不能”)，简述理由\_\_\_\_\_。

(4) 反应结束，将烧瓶中的液体倒入冷水中，经处理得到有机层。为提纯产物有以下四步操作：①蒸馏；②水洗并分液；③用 10% 的 NaOH 溶液碱洗并分液；④用无水氯化钙干燥并过滤。正确的顺序是\_\_\_\_\_ (选填编号)。

a. ③②④①      b. ①②③④      c. ②①③④

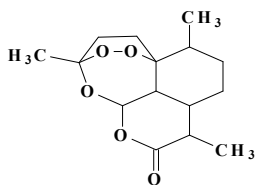
(5) 实验测得 1-乙氧基萘的产量与反应时间、温度的变化如图所示，时间延长、温度升高，1-乙氧基萘的产量下降可能的两个原因是\_\_\_\_\_。



(6) 提纯的产品经测定为 43g，本实验中 1-乙氧基萘的产率为\_\_\_\_\_。

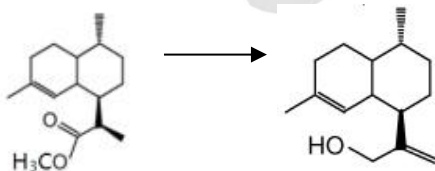
13. (1) 青蒿素结构如右图，有关叙述正确的是\_\_\_\_\_ (选填序号)。

- a. 化学式为  $C_{15}H_{21}O_5$       b. 不能与 NaOH 溶液反应  
c. 易溶于水      d. 含有过氧键，有较强氧化性



由青蒿酸为原料出发，经五步合成可得到青蒿素。

其中第 2 步为还原反应：



双氢青蒿酸甲酯

青蒿醇

常温下即可反应且略放热，还原剂为  $LiAlH_4$ 。相关物质的性质：

物质	性质
双氢青蒿酸甲酯( $C_{16}H_{28}O_2$ )	固体，难溶于水，易溶于有机溶剂。
青蒿醇( $C_{15}H_{28}O$ )	固体，难溶于水，易溶于有机溶剂。
乙醚	无色液体，微溶于水；密度 $0.71g/cm^3$ ；沸点： $34.6^\circ C$ 。
氢化铝锂	固体，溶于乙醚。 与水反应： $LiAlH_4 + 4H_2O \rightarrow Al(OH)_3 \downarrow + LiOH + 4H_2 \uparrow$ 可将一分子酯还原成二分子醇，自身生成醇铝、醇锂。 (醇铝、醇锂可与盐酸反应，生成铝盐、锂盐和相应的醇)。

某学习小组在实验室用双氢青蒿酸甲酯制取青蒿醇。

(2) 反应中使用过量的氢化铝锂，理由是\_\_\_\_\_。

为使反应在溶液状态下进行，可用乙醚为溶剂，不用水的理由是\_\_\_\_\_。



(3) 请设计实验室制备装置 (画出草图):



(4) 该反应有机物的转化率约为 96%，所得乙醚溶液中含有醇锂、醇铝、双氢青蒿酸甲酯、氢化铝锂。从反应混合物中提取青蒿醇的方法是：

①加\_\_\_\_\_后分液；

②从乙醚层提取青蒿醇。有多种方法，以下是二种方案：

方案一：蒸发结晶。方案二：蒸馏析出晶体。

a. 这 2 个方案在析出晶体后都应有残留液，原因是\_\_\_\_\_。

b. 请对这 2 个方案进行比较\_\_\_\_\_。

14. 利用下图装置进行乙醇的催化氧化实验并制取乙醛(试管丙中用水吸收产物)。

请填写下列空白：

(1) 检验乙醛的试剂是\_\_\_\_\_；(选填编号)

a. 银氨溶液

b. 碳酸氢钠溶液

c. 新制氢氧化铜

d. 氧化铜

乙醇发生催化氧化的化学反应方程式为\_\_\_\_\_

\_\_\_\_\_；

(2) 实验开始时，是先鼓入空气还是先点燃酒精灯加热铜丝？

\_\_\_\_\_，原因是\_\_\_\_\_；

该实验中“鼓气速度”这一变量你认为可用\_\_\_\_\_来估量；

(3) 实验时，常常将甲装置浸在  $70^{\circ}\text{C} \sim 80^{\circ}\text{C}$  的水浴中，目的是\_\_\_\_\_。

以下实验需要水浴加热的是\_\_\_\_\_；(选填编号)

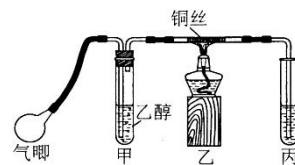
a. 卤代烃水解

b. 银镜反应

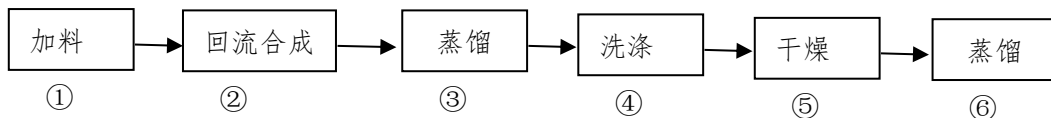
c. 乙酸丁酯

d. 苯的硝化反应

(4) 该课外活动小组偶然发现向溴水中加入乙醛溶液，溴水褪色（假设两者恰好完全反应）。该同学为解释上述现象，提出两种猜想：①溴水将乙醛氧化为乙酸；②溴水与乙醛发生加成反应。请你设计一个简单的实验，探究哪一种猜想正确？\_\_\_\_\_。



15. 1-溴丁烷（密度  $1.2758 \text{ g/mL}$ ）是重要的有机合成中间体及有机溶剂，可以在实验室里用溴化钠、浓硫酸和 1-丁醇为原料，经过如图六步制得。



完成下列填空：

（1）通过步骤②获得粗产品，反应的化学方程式是\_\_\_\_\_。

此时产品往往呈红棕色，原因是\_\_\_\_\_。

实验室里有下列常用试剂，请根据实验需要为与步骤④相关的第（2）、（3）小题选择试剂，并用试剂编号填空：

a. NaOH 溶液      b.  $\text{NaHCO}_3$  溶液      c.  $\text{NaHSO}_3$  溶液      d. NaBr 溶液

（2）产品的红棕色可用\_\_\_\_\_除去（填写试剂编号），相应的离子方程式为\_\_\_\_\_。

（3）选用浓硫酸洗去未反应的 1-丁醇和有机副产物，然后除酸。最适宜的除酸试剂是\_\_\_\_\_（填写试剂编号）。

（4）用浓硫酸（密度  $1.84 \text{ g/mL}$ ）洗涤时，采用\_\_\_\_\_（填写仪器名称）分离出\_\_\_\_\_（填写“上”或“下”）层产物。

（5）检验产物中含有溴元素的实验方法是\_\_\_\_\_。