

## 第5讲 气体实验、有机实验全流程

### 【化学实验体系】

【实验基本功】六阴六阳十四气制备、性质和检验，基本化学仪器、特殊实验装置（详见第三阶段），**气体**

#### 实验全流程

【有机物制备实验】蒸馏、冷凝回流、分水器、产率计算等

【定量实验】热重法测结晶水/化学组成、滴定法、混合物质量分数测定

【探究性实验】元素背景、原理背景（动力学机理、速率探究、电化学探究等）（详见探究性补充课程）



### 一、气体实验全流程

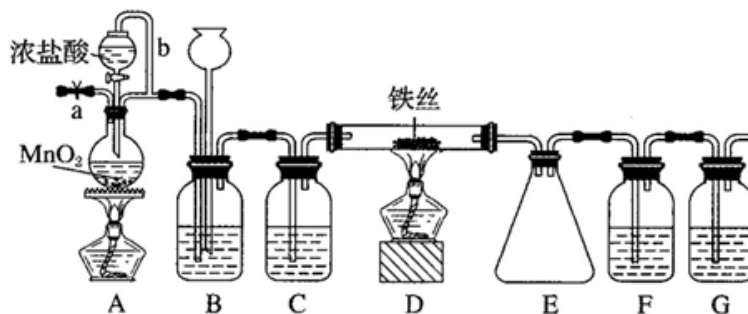
#### 1. 装置连接方式

\_\_\_\_\_ → 制备 → 除杂 → 干燥 → 反应 → 收集/检验 → \_\_\_\_\_ → 尾气处理

接口连接顺序：先排\_\_\_\_\_，再改\_\_\_\_\_

例：无水  $\text{FeCl}_3$  呈棕红色，极易潮解， $100^\circ\text{C}$  左右时升华，工业上常用作有机合成催化剂。实验室可用

下列装置（夹持仪器略去）制备并收集无水  $\text{FeCl}_3$ 。



## 2. 常考操作及目的

### (1) 鼓气的目的

反应前：\_\_\_\_\_（常见于\_\_\_\_\_实验）

反应后：\_\_\_\_\_（常见于\_\_\_\_\_实验）

拆除装置前：\_\_\_\_\_（常见于\_\_\_\_\_实验）

### (2) 加热装置

加热方式：\_\_\_\_\_、\_\_\_\_\_

#### 酒精灯的使用

热还原反应 ( $H_2/CO/NH_3$ )：通气、\_\_\_\_\_、点灯、灭灯、冷却后撤气、称量

反应中有催化剂 ( $N_2 + H_2/SO_2 + O_2/NH_3 + O_2/NH_3 + NO_x$ )：

排水集气：先撤\_\_\_\_\_后\_\_\_\_\_（目的：\_\_\_\_\_）

### (3) 保护装置作用

防止（空气中/后续装置中的）\_\_\_\_\_进入××，\_\_\_\_\_

### (4) 尾气处理作用

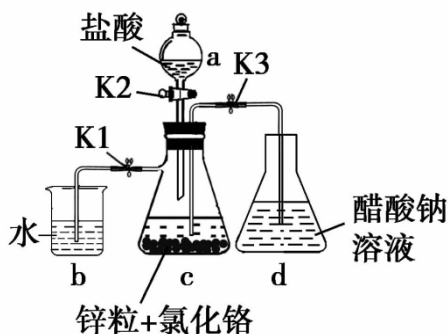
吸收多余XX，防止污染空气+ \_\_\_\_\_

### (5) 装置改进

在××加一个装有××的××

( ) ( ) ( )

(2018国一) 醋酸亚铬 $[(\text{CH}_3\text{COO})_2\text{Cr} \cdot 2\text{H}_2\text{O}]$ 为砖红色晶体, 难溶于冷水, 易溶于酸, 在气体分析中用作氧气吸收剂。一般制备方法是先在封闭体系中利用金属锌作还原剂, 将三价铬还原为二价铬; 二价铬再与醋酸钠溶液作用即可制得醋酸亚铬。实验装置如图所示。回答下列问题:



(1) 实验中所用蒸馏水均需经煮沸后迅速冷却, 目的是\_\_\_\_\_。

仪器a的名称是\_\_\_\_\_。

(2) 将过量锌粒和氯化铬固体置于c中, 加入少量蒸馏水, 按图连接好装置。打开K1、K2, 关闭K3。

①c中溶液由绿色逐渐变为亮蓝色, 该反应的离子方程式为\_\_\_\_\_。

②同时c中有气体产生, 该气体的作用是\_\_\_\_\_。

(3) 打开K3, 关闭K1和K2。

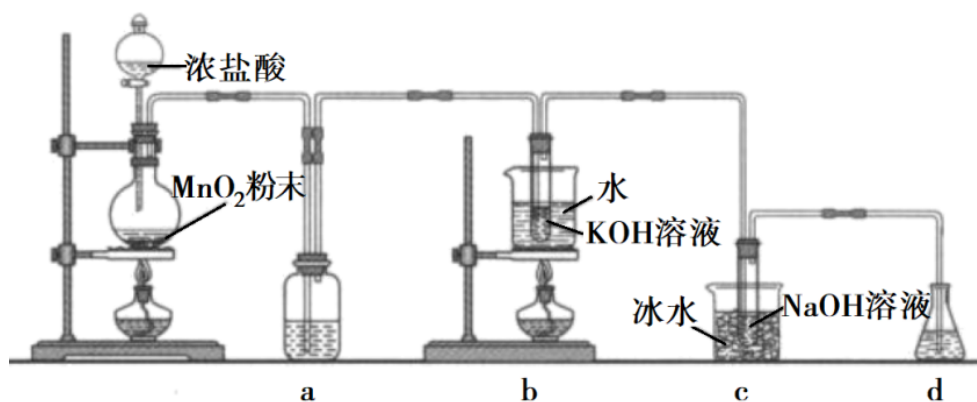
c中亮蓝色溶液流入d, 其原因是\_\_\_\_\_;

d中析出砖红色沉淀。为使沉淀充分析出并分离, 需采用的操作是\_\_\_\_\_、

\_\_\_\_\_、洗涤、干燥。

(4) 指出装置d可能存在的缺点\_\_\_\_\_。

(2020国三) 氯可形成多种含氧酸盐, 广泛应用于杀菌、消毒及化工领域。实验室中利用下图装置(部分装置省略) 制备 $\text{KClO}_3$ 和 $\text{NaClO}$ , 探究其氧化还原性质。



回答下列问题:

(1) 盛放 $\text{MnO}_2$ 粉末的仪器名称是\_\_\_\_\_，a中的试剂为\_\_\_\_\_。

(2) b中采用的加热方式是\_\_\_\_\_，

c中化学反应的离子方程式是\_\_\_\_\_，

采用冰水浴冷却的目的是\_\_\_\_\_。

(3) d的作用是\_\_\_\_\_，可选用试剂\_\_\_\_\_ (填标号)。

A.  $\text{Na}_2\text{S}$

B.  $\text{NaCl}$

C.  $\text{Ca}(\text{OH})_2$

D.  $\text{H}_2\text{SO}_4$

(4) 反应结束后, 取出b中试管, 经冷却结晶, \_\_\_\_\_, \_\_\_\_\_, 干燥, 得到 $\text{KClO}_3$ 晶体。

(5) 取少量 $\text{KClO}_3$ 和 $\text{NaClO}$ 溶液分别置于1号和2号试管中, 滴加中性 $\text{KI}$ 溶液。1号试管溶液颜色不变。2号试管溶液变为棕色, 加入 $\text{CCl}_4$ 振荡, 静置后 $\text{CCl}_4$ 层显\_\_\_\_\_色。

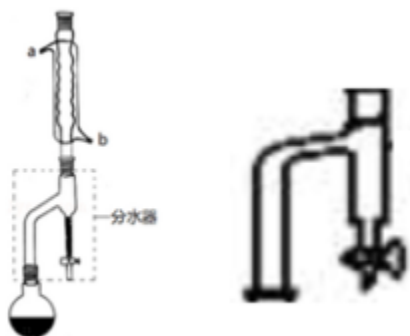
可知该条件下 $\text{KClO}_3$ 的氧化能力\_\_\_\_\_  $\text{NaClO}$  (填“大于”或“小于”)。



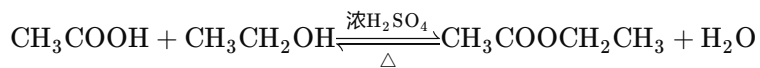
## 二、有机实验全流程

### 1. 实验仪器 [三颈烧瓶、冷凝(回流)管、分液漏斗、分水器等]

#### (1) 分水器



例:

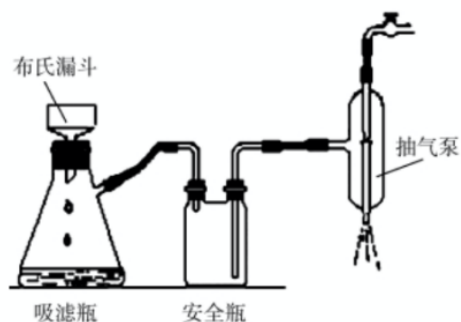
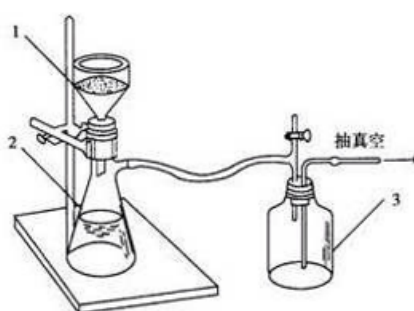


控制活塞, 使水面高度始终在支管口略下处,

有利于 \_\_\_\_\_。

反应结束标志: \_\_\_\_\_。

#### (2) 布氏漏斗——抽滤装置 (优点: \_\_\_\_\_)



### 2. 有机实验全流程

准备 → 加料 → 反应 → 冷却 → 分离 → 洗涤 → 评价

(1) 准备: 验漏、验密、冷凝管通水 ( )、排空气……

(2) 加料: 沸石/碎瓷片 (忘加? )

加料顺序 例: 酯化反应

(3) 反应: 水浴 ( )、保温 ( )、回流 ( )、控速 ( )、

搅拌 ( )

(4) 冷却: 防氧化、防水解、防挥发 ( ) ……

(5) 分离：萃取/反萃取、蒸馏（                      ）、过滤/抽滤、重结晶（                      ）……

(6) 洗涤：水-盐/碱-水、陌生溶剂、干燥……

(7) 评价：计算产率/副反应判断……

### 3. 难点操作

#### (1) 洗涤

①水洗：除去\_\_\_\_\_（例：\_\_\_\_\_）

②盐/碱洗：除去产物中残留的\_\_\_\_\_（试剂：\_\_\_\_\_）

或\_\_\_\_\_

③再水洗：除去\_\_\_\_\_（部分产物需酸化）

若用乙醇等溶剂洗：\_\_\_\_\_

#### (2) 控温

①防止温度过高导致\_\_\_\_\_

②使生成的××\_\_\_\_\_

③防止出现\_\_\_\_\_

### 4. 实验评价

#### (1) 产率计算

例：正丁醛的制备： $\text{CH}_3\text{CH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{OH} \xrightarrow[\text{H}_2\text{SO}_4, \Delta]{\text{Na}_2\text{Cr}_2\text{O}_7} \text{CH}_3\text{CH}_2\text{CH}_2\text{CHO}$

将6.0g  $\text{Na}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ 放入100mL烧杯中，加30mL水溶解，再缓慢加入5mL浓硫酸，将所得溶液小心转移至B中。在A中加入4.0g正丁醇和几粒沸石，加热。当有蒸气出现时，开始滴加B中溶液。滴加过程中保持反应温度为90 ~ 95°C，在E中收集90°C以下的馏分。将馏出物倒入分液漏斗中，分去水层，有机层干燥后蒸馏，收集75 ~ 77°C馏分，产量2.0g。则该实验产率为\_\_\_\_\_%。

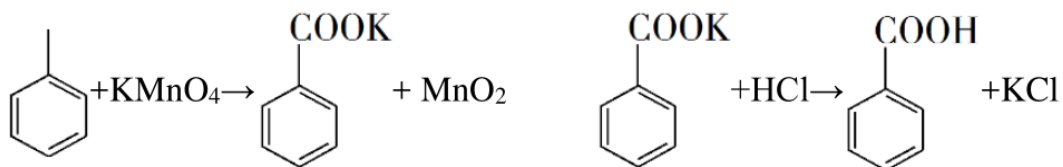
## (2) 副反应

脱水反应：环己醇脱水制备环己烯

取代反应：甲苯制备邻甲基硝基苯

(3) 提高利用率的方法：\_\_\_\_\_、\_\_\_\_\_、\_\_\_\_\_、\_\_\_\_\_

例：（2020国二）苯甲酸可用作食品防腐剂。实验室可通过甲苯氧化制苯甲酸，其反应原理简示如下：



名称	分子量	熔点/°C	沸点/°C	密度/(g·mL <sup>-1</sup> )	溶解性
甲苯	92	-95	110.6	0.867	不溶于水，易溶于乙醇
苯甲酸	122	122.4 (100°C左右开始升华)	248	—	微溶于冷水，易溶于乙醇、热水

(1)在装有温度计、冷凝管和搅拌器的三颈烧瓶中加入1.5mL甲苯、100mL水和4.8g (约0.03mol) 高锰酸钾, 慢慢开启搅拌器, 并加热回流至回流液不再出现油珠。

(2)停止加热, 继续搅拌, 冷却片刻后, 从冷凝管上口慢慢加入适量饱和亚硫酸氢钠溶液, 并将反应混合物趁热过滤, 用少量热水洗涤滤渣。合并滤液和洗涤液, 于冰水浴中冷却, 然后用浓盐酸酸化至苯甲酸析出完全。将析出的苯甲酸过滤, 用少量冷水洗涤, 放在沸水浴上干燥。称量, 粗产品为1.0g。

(3)纯度测定: 称取0.122g粗产品, 配成乙醇溶液, 于100mL容量瓶中定容。每次移取25.00mL溶液, 用 $0.01000\text{mol}\cdot\text{L}^{-1}$ 的KOH标准溶液滴定, 三次滴定平均消耗21.50mL的KOH标准溶液。

回答下列问题:

(1)根据上述实验药品的用量, 三颈烧瓶的最适宜规格为\_\_\_\_\_ (填标号)。

A. 100mL    B. 250mL    C. 500mL    D. 1000mL

(2)在反应装置中应选用\_\_\_\_\_ 冷凝管(填“直形”或“球形”), 当回流液不再出现油珠即可判断反应已完成, 其判断理由是\_\_\_\_\_。

(3)加入适量饱和亚硫酸氢钠溶液的目的是\_\_\_\_\_;

该步骤亦可用草酸在酸性条件下处理, 请用反应的离子方程式表达其原理:

\_\_\_\_\_。

(4)“用少量热水洗涤滤渣”一步中滤渣的主要成分是\_\_\_\_\_。

(5)干燥苯甲酸晶体时, 若温度过高, 可能出现的结果是\_\_\_\_\_。

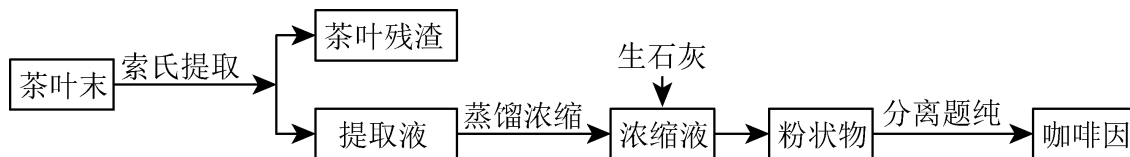
(6)本实验制备的苯甲酸的纯度为\_\_\_\_\_; 据此估算本实验中苯甲酸的产率最接近于\_\_\_\_\_。

A. 70%    B. 60%    C. 50%    D. 40%

(7)若要得到纯度更高的苯甲酸, 可通过在水中\_\_\_\_\_的方法提纯。



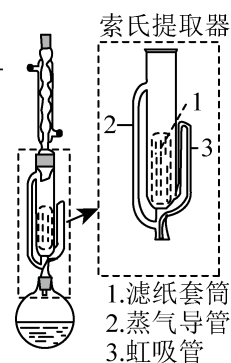
练：（2019国二）咖啡因是一种生物碱（易溶于水及乙醇，熔点 $234.5^{\circ}\text{C}$ ， $100^{\circ}\text{C}$ 以上开始升华），有兴奋大脑神经和利尿等作用。茶叶中含咖啡因约 $1\% \sim 5\%$ 、单宁酸（ $K_a$ 约为 $10^{-4}$ ，易溶于水及乙醇）约 $3\% \sim 10\%$ ，还含有色素、纤维素等。实验室从茶叶中提取咖啡因的流程如下图所示。



索氏提取装置如图所示。实验时烧瓶中溶剂受热蒸发，蒸汽沿蒸汽导管2上升至球形冷凝管，冷凝后滴入滤纸套筒1中，与茶叶末接触，进行萃取。萃取液液面达到虹吸管3顶端时，经虹吸管3返回烧瓶，从而实现茶叶末的连续萃取。回答下列问题。

(1) 实验时需将茶叶研细，放入滤纸套筒1中，研细的目的是\_\_\_\_\_，圆底烧瓶中加入95%乙醇为溶剂，加热前还要加几粒\_\_\_\_\_。

(2) 提取过程不可选用明火直接加热，原因是\_\_\_\_\_，与常规的萃取相比，采用索氏提取器的优点是\_\_\_\_\_。

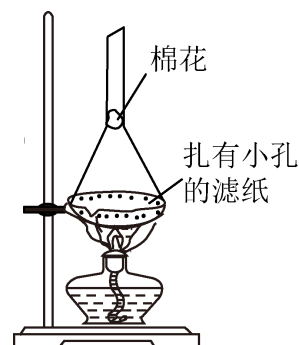


(3) 提取液需经“蒸馏浓缩”除去大部分溶剂，与水相比，乙醇作为萃取剂的优点是\_\_\_\_\_。“蒸馏浓缩”需选用的仪器除了圆底烧瓶、蒸馏头、温度计、接收管之外，还有\_\_\_\_\_（填标号）。

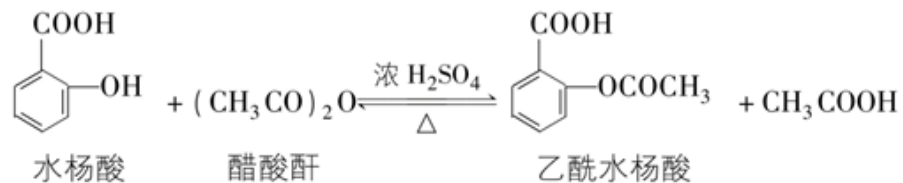
A. 直形冷凝管    B. 球形冷凝管    C. 接收瓶    D. 烧杯

(4) 浓缩液加生石灰的作用是中和\_\_\_\_\_和吸收\_\_\_\_\_。

(5) 可采用如图所示的简易装置分离提纯咖啡因。将粉状物放入蒸发皿中并小火加热，咖啡因在扎有小孔的滤纸上凝结，该分离提纯方法的名称是\_\_\_\_\_。



练：（2019国三）乙酰水杨酸（阿司匹林）是目前常用药物之一。实验室通过水杨酸进行乙酰化制备阿司匹林的一种方法如下：



	水杨酸	醋酸酐	乙酰水杨酸
熔点/°C	157 ~ 159	-72 ~ -74	135 ~ 138
相对密度/(g·cm <sup>-3</sup> )	1.44	1.10	1.35
相对分子质量	138	102	180

实验过程：

在100mL锥形瓶中加入水杨酸6.9g及醋酸酐10mL，充分摇动使固体完全溶解。缓慢滴加0.5mL浓硫酸后加热，维持瓶内温度在70°C左右，充分反应。稍冷后进行如下操作。

- ①在不断搅拌下将反应后的混合物倒入100mL冷水中，析出固体，过滤。
- ②所得结晶粗品加入50mL饱和碳酸氢钠溶液，溶解、过滤。
- ③滤液用浓盐酸酸化后冷却、过滤得固体。
- ④固体经纯化得白色的乙酰水杨酸晶体5.4g。

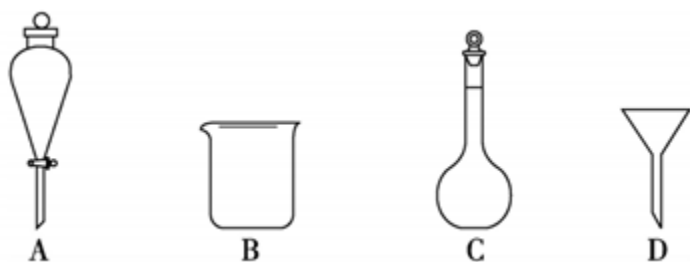
回答下列问题：

(1) 该合成反应中应采用\_\_\_\_\_加热。（填标号）

A. 热水浴      B. 酒精灯      C. 煤气灯      D. 电炉

(2) 下列玻璃仪器中，①中需使用的有\_\_\_\_\_（填标号），不需使用的有\_\_\_\_\_

\_\_\_\_\_（填名称）。



(3) ①中需使用冷水，目的是\_\_\_\_\_。

(4) ②中饱和碳酸氢钠的作用是\_\_\_\_\_，以便过滤 除去难溶杂质。

(5) ④采用的纯化方法为\_\_\_\_\_。

(6) 本实验的产率是\_\_\_\_\_%。

