

第三讲 有机实验升级特训

主讲老师：成老板



模块突破班

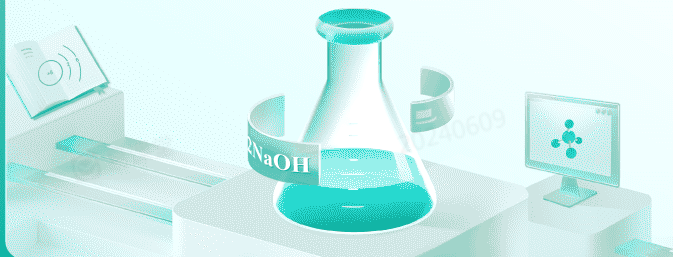


模块一 有机物制备实验高频考点



模块二 有机制备实验真题演练

模块一 有机物制备实验高频考点



一、有机物的制备

【综合进阶一】有机实验常见仪器

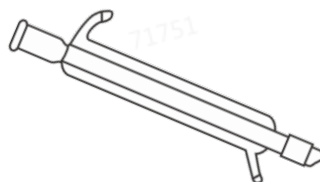
烧瓶



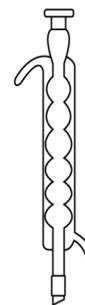
烧瓶



形冷凝管



形冷凝管



形分液漏斗



形分液漏斗



分液漏斗



【恒压漏斗的作用】
平衡气压，使液体顺利流下

一、有机物的制备

【综合进阶二】有机实验常见反应装置



有机物作反应物有啥不一样吗？

有机反应物普遍具有的物理性质：_____。



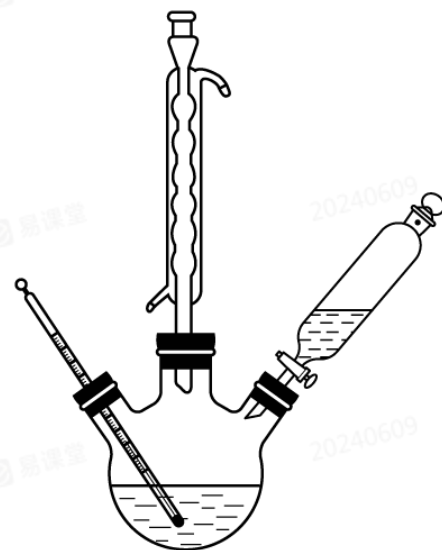
会有啥影响吗？

有机物挥发会导致：_____。



那肿怎么办呢？

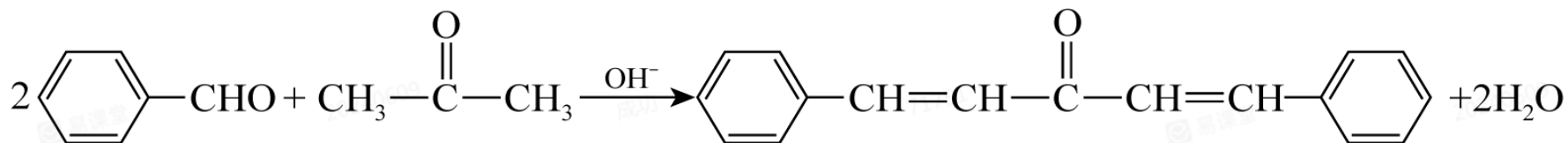
装置设计思路：利用_____设计_____装置。



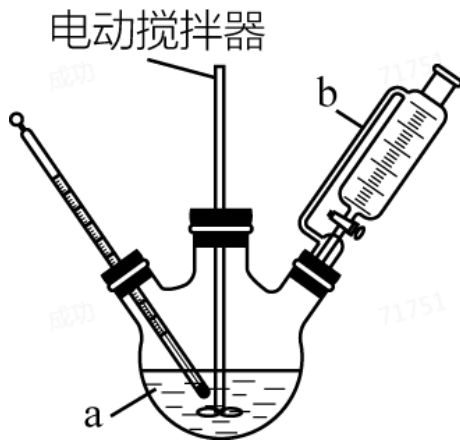
综合训练

例1 2022·山东威海市期末

二亚苄基丙酮是重要的有机合成中间体，实验室中由醛（酮）与有 α -H的醛（酮）发生羟醛缩合反应制备而成，其反应原理：



实验装置如图所示（夹持装置略）：

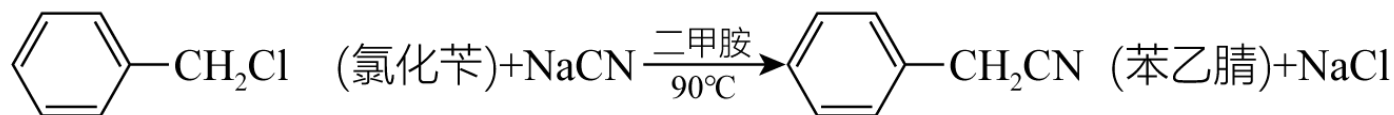


仪器 a 的名称为 _____，装置中支管 b 的作用为 _____。

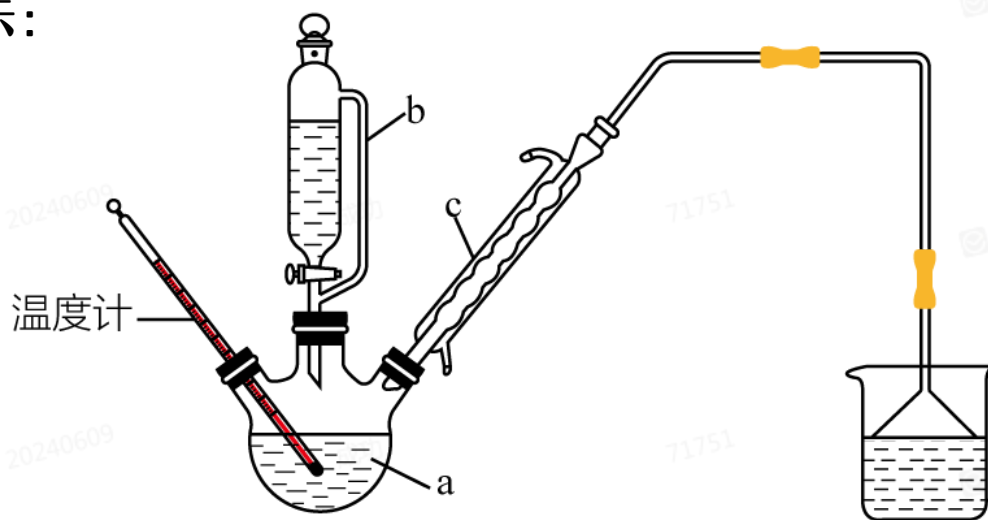
综合训练

例2 2022·黑龙江哈尔滨市期末

苯乙腈是一种重要的精细化工产品，实验室制备苯乙腈的反应原理：



实验装置如图所示：

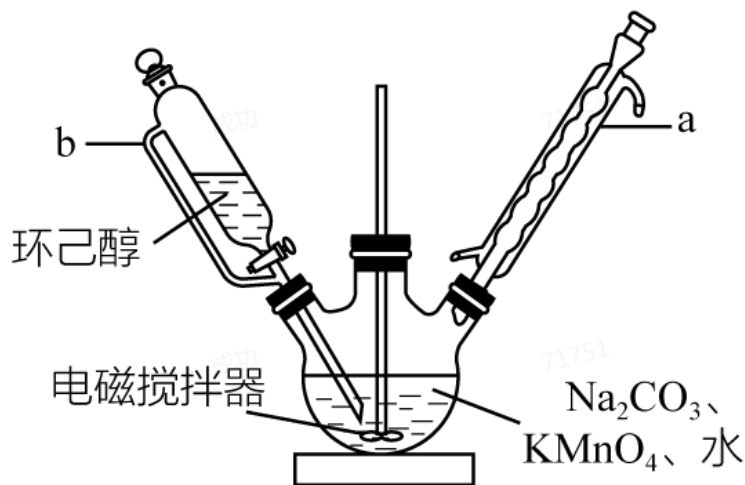


仪器名称：a _____，c _____。

仪器b中导管的作用是_____。

综合训练

己二酸（ADA），常温下为白色晶体，微溶于水，己二酸在水中的溶解度随温度变化较大。以环己醇为原料制取己二酸 $[\text{HOOC}(\text{CH}_2)_4\text{COOH}]$ 的实验装置如图：



仪器 a 的名称是 _____，实验中 a 的作用为 _____；
装置中支管 b 的作用为 _____。

二、有机物的分离提纯

【综合进阶三】有机产物的分离提纯



反应结束后的产物中的杂质一般有几类？

无机杂质

有机杂质



各类杂质如何去除呢？

◆ 无机物杂质的除去

利用分液漏斗，选择合适的无机试剂进行洗涤。

◆ 有机物杂质的除去

有机制备实验中，常见的分离方法：蒸馏、分液。

二、有机物的分离提纯

【综合进阶三】有机产物的分离提纯

◆ **无机物杂质的除去**：利用分液漏斗，选择合适的无机试剂进行洗涤。

实验操作步骤：

水洗

除去大量的易溶于水的无机物，静置、分液。

除杂试剂洗

通过化学反应，除去相应的无机物杂质，静置、分液。

水洗

除去上一步加入的无机试剂。

（有时也用盐溶液降低有机物在水溶液中的溶解度）

干燥剂

有机物常用的干燥剂：无水 CaCl_2 、无水 MgSO_4

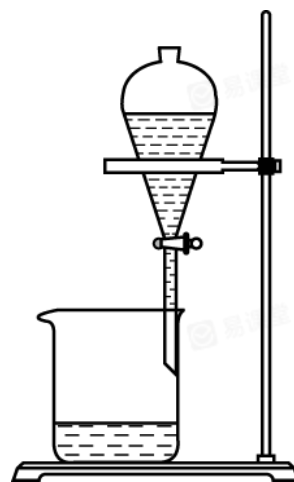
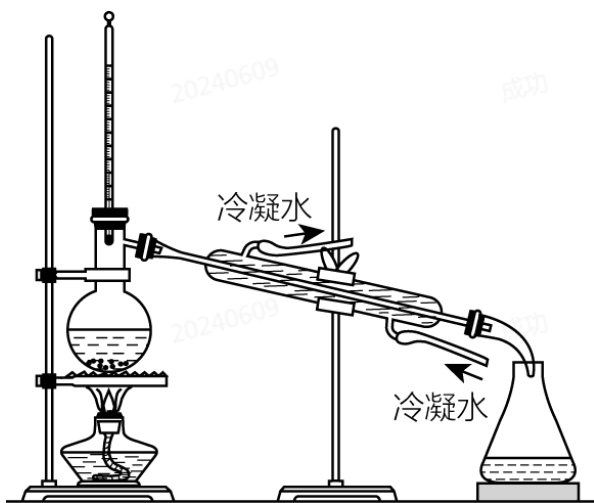


二、有机物的分离提纯

【综合进阶三】有机产物的分离提纯

◆ 有机物杂质的除去

有机制备实验中，常见的分离方法：蒸馏、分液。



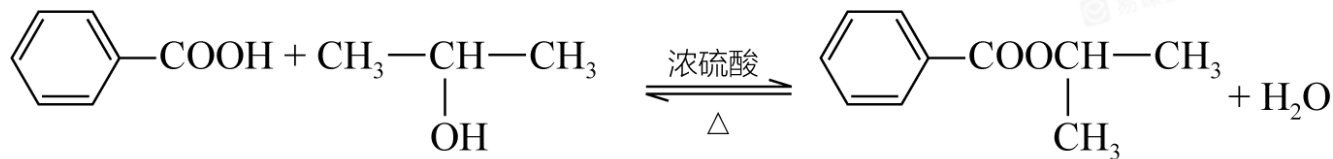
①蒸馏：利用液态混合物中各组分的**沸点不同**（组分沸点相差 30°C 以上），用蒸馏的方法除去易挥发、难挥发或不挥发的杂质。

②分液；利用**液体混合物互不相溶**的原理，利用分液漏斗进行分离。

综合训练

例3 2022·福建泉州市期末

某化学兴趣小组设计实验制备苯甲酸异丙酯，其原理为：

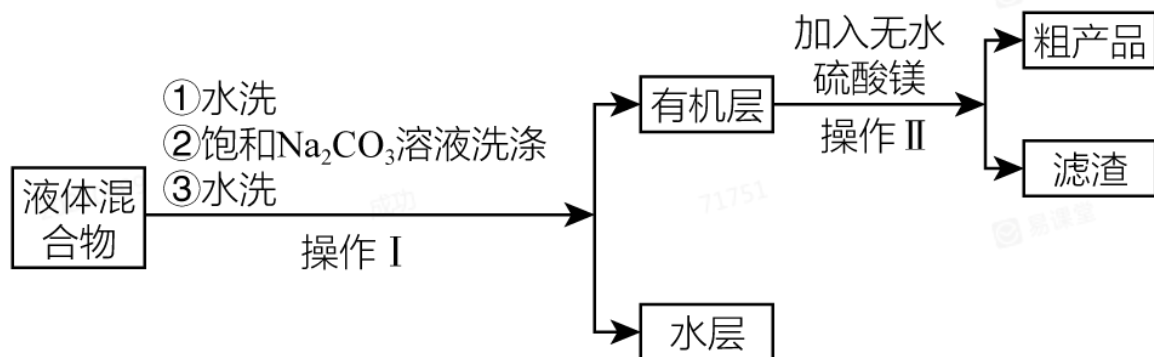


实验步骤：

步骤 I . 在干燥的仪器中加入 38.1 g 苯甲酸、30 mL 异丙醇和 15 mL 浓硫酸，再加入几粒沸石；

步骤 II . 加热至 70 °C 左右，保持恒温半小时；

步骤 III . 将混合液体进行如图所示操作得到粗产品：



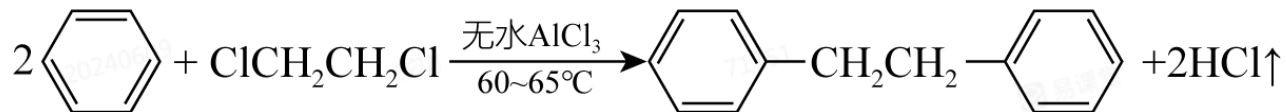
步骤 III 的操作 I 中第二次水洗的目的是_____，操作 II 中加入无水硫酸镁的作用为_____。

综合训练

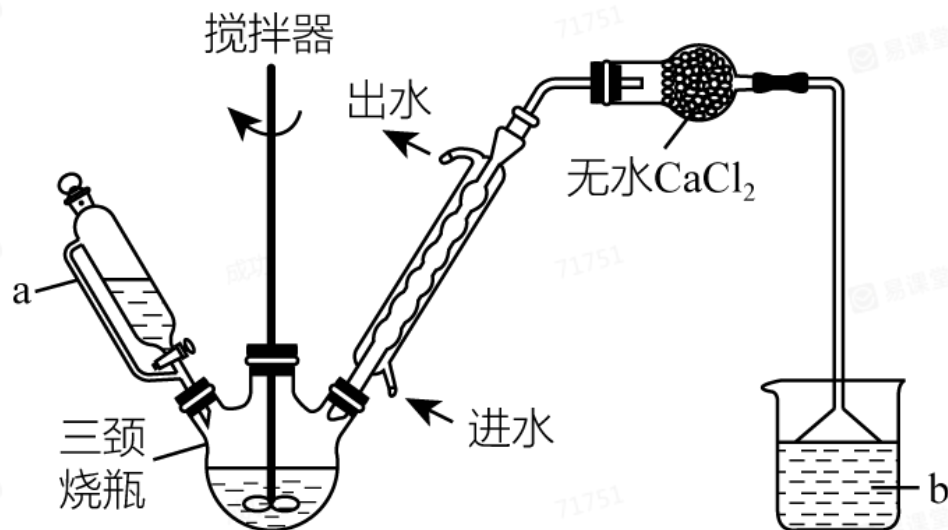
例4 2022·辽宁锦州市期末

联苯 () 是常用的有机合成中间体, 实验室可用苯和

1,2-二氯乙烷为原料, 在无水 AlCl_3 催化下加热制得联苯。反应原理为:



实验装置如图所示 (加热和夹持仪器省略)



综合训练

实验步骤:

①三颈烧瓶中加入 100 mL 苯（过量）和适量无水 AlCl_3 ，再通过仪器 a 向三颈烧瓶中滴加 10 mL 1,2-二氯乙烷。

②控制温度为 $60 \sim 65^\circ\text{C}$ ，反应约 60 min。

③将反应后的混合物依次用稀盐酸、2% Na_2CO_3 溶液和水洗涤分离，在所得产物中加入少量无水 MgSO_4 固体，静置、过滤，先常压蒸馏，再减压蒸馏得到联苳 18.2 g。

(1) 球形干燥管中盛装无水 CaCl_2 的作用是_____。

(2) 步骤③中加入无水 MgSO_4 固体的作用是_____。

综合训练

乙酸异戊酯是组成蜜蜂信息素的成分之一，具有香蕉的香味。实验室制备乙酸异戊酯的反应原理为

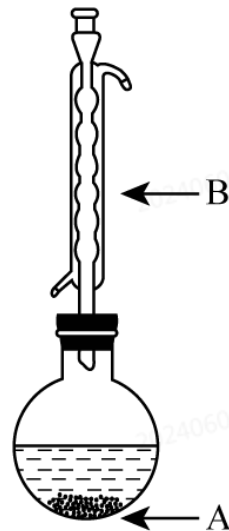


有关数据如下表：

	相对分子质量	密度 $/(g \cdot \text{cm}^{-3})$	沸点/ $^{\circ}\text{C}$	水中溶解性
异戊醇	88	0.8123	131	微溶
乙酸	60	1.0492	118	溶
乙酸异戊酯	130	0.8670	142	难溶

实验步骤：

在 A 中加入 4.4 g 异戊醇、6.0 g 乙酸、数滴浓硫酸和 2 ~ 3 片碎瓷片。开始缓慢加热 A，回流 50 min。反应液冷至室温后倒入分液漏斗中，分别用少量水、饱和碳酸氢钠溶液和水洗涤；分出的产物加入少量无水 MgSO_4 固体，静置片刻，过滤除去 MgSO_4 固体，进行蒸馏纯化，收集 140 ~ 143 $^{\circ}\text{C}$ 馏分，得乙酸异戊酯 3.9 g。



综合训练

乙酸异戊酯是组成蜜蜂信息素的成分之一，具有香蕉的香味。实验室制备乙酸异戊酯的反应原理为



实验步骤：

在 A 中加入 4.4 g 异戊醇、6.0 g 乙酸、数滴浓硫酸和 2 ~ 3 片碎瓷片。开始缓慢加热 A，回流 50 min。反应液冷至室温后倒入分液漏斗中，分别用少量水、饱和碳酸氢钠溶液和水洗涤；分出的产物加入少量无水 MgSO_4 固体，静置片刻，过滤除去 MgSO_4 固体，进行蒸馏纯化，收集 140 ~ 143°C 馏分，得乙酸异戊酯 3.9 g。

(1) 在洗涤操作中，第一次水洗的主要目的是_____，第二次水洗的主要目的是_____。

综合训练

实验步骤：

在 A 中加入 4.4 g 异戊醇、6.0 g 乙酸、数滴浓硫酸和 2 ~ 3 片碎瓷片。开始缓慢加热 A，回流 50 min。反应液冷至室温后倒入分液漏斗中，分别用少量水、饱和碳酸氢钠溶液和水洗涤；分出的产物加入少量无水 MgSO_4 固体，静置片刻，过滤除去 MgSO_4 固体，进行蒸馏纯化，收集 140 ~ 143°C 馏分，得乙酸异戊酯 3.9 g。

(2) 在洗涤、分液操作中，应充分振荡，然后静置，待分层后_____（填标号）。

- a. 直接将乙酸异戊酯从分液漏斗的上口倒出
- b. 直接将乙酸异戊酯从分液漏斗的下口放出
- c. 先将水层从分液漏斗的下口放出，再将乙酸异戊酯从下口放出
- d. 先将水层从分液漏斗的下口放出，再将乙酸异戊酯从上部倒出

(3) 实验中加入少量无水 MgSO_4 的目的是_____。

三、温度控制及产率计算

1. 温度控制

◆ 温度对有机物的影响：

高温

① 反应物挥发/分解；② 有其他副反应产生；③ 安全问题。

低温

① 化学反应速率慢；② 有机固体溶解度小。

◆ 常见解决方法：控温。

常温以下：_____；

常温~100 °C：_____加热；

100 °C以上：_____加热。

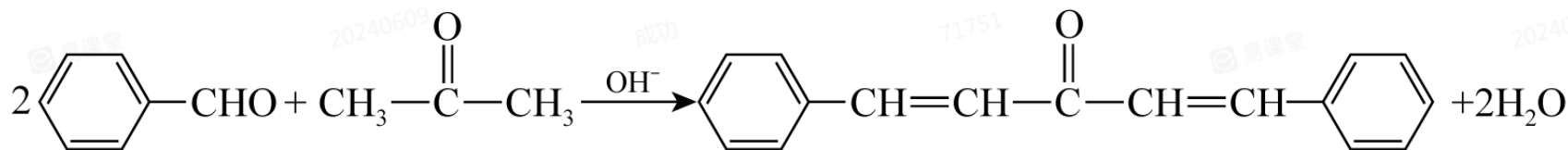
火候很重要



综合训练

例5 2022·山东威海市期末

二亚苄基丙酮是重要的有机合成中间体，实验室中由醛（酮）与有 α -H的醛（酮）发生羟醛缩合反应制备而成，其反应原理如图：



羟醛缩合反应为放热反应，实验中要控制反应温度为 $15 \sim 20^{\circ}\text{C}$ ，适宜的控温方式为_____。

以上内容仅为本文档的试下载部分，为可阅读页数的一半内容。如要下载或阅读全文，请访问：<https://d.book118.com/335232111011012104>