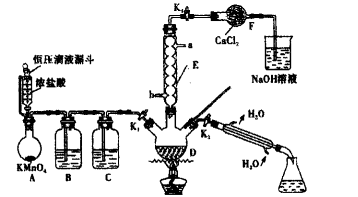
专项突破：包含特殊装置的有机实验



1．氯化苄（C6H5CH2Cl）为无色液体，是一种重要的有机化工原料。现在实验室模拟工业上用甲苯与干燥氯气在光照条件下加热反应合成氯化苄、分离出氯化苄并检验样品的纯度，其装置（夹持装置略去）如图所示：



回答下列问题：

（1）仪器E的名称是\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_；其作用是\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_；其进水口为\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_（填“a”或“b”）。

（2）装置B中的溶液为\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_；装置F的作用是\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_。

（3）用恒压滴液漏斗代替分液漏斗的优点是\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_。

（4）装置A中反应的离子方程式为\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_。

（5）检测氯化苄样品的纯度：

①称取13.00g样品于烧杯中，加入50.00mL4mol•L-1NaOH水溶液，水浴加热1小时，冷却后加入35.00mL 40%HNO3，再将全部溶液转移到容量瓶中配成100mL溶液。取20.00mL溶液于试管中，加入足量的AgNO3溶液，充分振荡，过滤、洗涤、干燥，称量固体质量为2.87g，则该样品的纯度为\_\_\_\_\_\_%（结果保留小数点后1位）。

②实际测量结果可能偏高，原因是\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_。

【答案】（1）球形冷凝管 导出Cl2、HCl气体，冷凝回流甲苯 b （2）饱和食盐水 防止水蒸气进入装置 （3）使漏斗与烧瓶内压强一致，液体顺利流下 （4）2MnO4-+10Cl-+16H+=2Mn2++5Cl2↑+8H2O （5）97.3 样品混有二氯化苄、三氯化苄等杂质

【解析】（1）根据仪器构造可知仪器E的名称是球形冷凝管，其作用是导出Cl2、HCl气体，冷凝回流甲苯；冷却时才有逆向冷却，则其进水口为b；

（2）生成的氯气中含有氯化氢，则装置B中的溶液为饱和食盐水，用来除去氯化氢；装置F中的无水氯化钙是干燥剂，其作用是防止水蒸气进入D装置；

（3）恒压滴液漏斗可以保持内外压强相等，因此用恒压滴液漏斗代替分液漏斗的优点是使漏斗与烧瓶内压强一致，液体顺利流下；

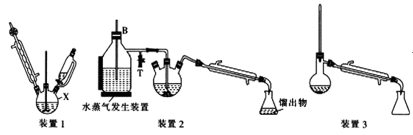
（4）装置A中制备氯气，反应的离子方程式为2MnO4-+10Cl-+16H+=2Mn2++5Cl2↑+8H2O；

（5）①2.87g固体是氯化银，物质的量是2.87g÷143.5g/mol=0.02mol，因此根据氯原子守恒可知氯化苄的物质的量是0.02mol×100mL/20mL=0.1mol，质量是0.1mol×126.5g/mol=12.65g，则该样品的纯度为×100%=97.3%；

②由于样品混有二氯化苄、三氯化苄等杂质，因此实际测量结果可能偏高。

2．苯胺(又名氨基苯)是最重要的胺类物质之一，可作为炸药中的稳定剂、汽油中的防爆剂，也可作为医药磺胺药的原料等。苯胺为无色油状液体，有特殊气味，可用水蒸气蒸馏提纯。用纳米铁粉还原硝基苯制备苯胺的原理及装置图(略去夹持装置和加热装置)如下：

4学科网(www.zxxk.com)--教育资源门户，提供试题试卷、教案、课件、教学论文、素材等各类教学资源库下载，还有大量丰富的教学资讯！+9Fe+4H2O学科网(www.zxxk.com)--教育资源门户，提供试题试卷、教案、课件、教学论文、素材等各类教学资源库下载，还有大量丰富的教学资讯！4学科网(www.zxxk.com)--教育资源门户，提供试题试卷、教案、课件、教学论文、素材等各类教学资源库下载，还有大量丰富的教学资讯！+3Fe3O4



已知部分有机物的一些数据如下表：

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 名称 | 密度(g•mL-1) | 熔点(℃) | 沸点(℃) | 溶解性 | 备注 |
| 硝基苯 | 1.2037 | 5.7 | 210.8 | 难溶于水，易溶于乙醇、乙醚 |  |
| 苯胺 | 1.0217 | -6.3 | 184.4 | 难溶于水，易溶于乙醇、乙醚 | 空气中易变质 |
| 乙醚 | 0.7134 | -116.3 | 34.6 | 微溶于水，易溶于乙醇 |  |

Ⅰ.合成：在装置1中的仪器X中，加入9g纳米铁粉、20mL水、1mL冰醋酸，加热至煮沸，煮沸3～5min后冷却至室温，再将7.0mL硝基苯逐滴加入(该反应强烈放热)，搅拌、加热、回流半小时，至反应完全。

Ⅱ.分离提纯：将装置1改为装置2进行水蒸气蒸馏，取装置2中的馏出物约5～6mL，转移至分液漏斗中，分离出有机层后，水层加入1.3gNaCl固体，用乙醚萃取3次(每次用7.0mL乙醚)，合并有机层和乙醚萃取液，加入粒状NaOH干燥，过滤后转移至干燥的圆底烧瓶中，水浴蒸去乙醚，残留物再利用装置3蒸馏并收集温度T℃时的馏分。

请回答下列问题：

（1）由苯制取硝基苯的化学方程式为\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_。

（2）仪器X的名称是\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_；加入硝基苯时，“逐滴加入”的目的是\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_。

（3）分离提纯过程中加入NaCl固体的作用是\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_。

（4）装置2和装置3都需要通冷凝水，冷凝水的作用是\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_；装置2中长导管B的作用是\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_。

（5）萃取分液操作过程中要远离明火和热源，原因是\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_。

（6）温度T的范围为\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_，实验结束得到6.0mL产物，则苯胺的产率为\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_(保留三位有效数字)。

【答案】（1）学科网(www.zxxk.com)--教育资源门户，提供试题试卷、教案、课件、教学论文、素材等各类教学资源库下载，还有大量丰富的教学资讯！+HNO3学科网(www.zxxk.com)--教育资源门户，提供试题试卷、教案、课件、教学论文、素材等各类教学资源库下载，还有大量丰富的教学资讯！+H2O

（2）三颈烧瓶(或三口烧瓶) 控制反应速率防止爆炸并提高硝基苯的转化率

（3）减小苯胺在水中的溶解度，提高苯胺的产率

（4）冷凝蒸气 起安全管的作用(或平衡装置内外气压)

（5）乙醚是易燃易挥发的物质

（6）184.4∼210.8℃ 96.2%

【解析】（1）在催化剂的作用下，苯环上的氢原子被硝基子所取代，生成硝基苯，同时有水生成：学科网(www.zxxk.com)--教育资源门户，提供试题试卷、教案、课件、教学论文、素材等各类教学资源库下载，还有大量丰富的教学资讯！；

（2）仪器X是三颈烧瓶或三口烧瓶；该反应强烈放热，为了控制反应速率防止爆炸并提高硝基苯的转化率，硝基苯逐滴加入；

（3）水中加入NaCl能降低苯胺的溶解，提高苯胺的产率；

（4）冷凝水的作用是冷凝蒸汽；装置2中长导管B与外界相同，使得内外压强相同，其作用是起安全管的作用或平衡装置内外气压；

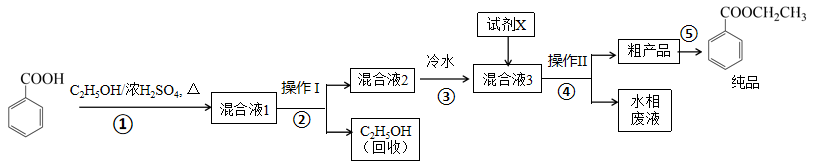
（5）乙醚是易燃易挥发的物质，萃取分液操作过程中要远离明火和热源；

（6）根据已知部分有机物的一些数据表，实验目的是为了得到苯胺，而不是硝基苯，因此温度T的范围为；

根据题干的方程式可知，硝基苯和苯胺的物质的量相同，则理论产量为，而实际产量为

则苯胺的产率为。

3．苯甲酸乙酯是重要的精细化工试剂，常用于配制水果型食用香精。实验室制备流程如下：



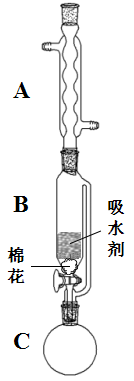
试剂相关性质如下表：

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
|  | 苯甲酸 | 乙醇 | 苯甲酸乙酯 |
| 常温性状 | 白色针状晶体 | 无色液体 | 无色透明液体 |
| 沸点/℃ | 249.0 | 78.0 | 212.6 |
| 相对分子质量 | 122 | 46 | 150 |
| 溶解性 | 微溶于水，易溶于乙醇、乙醚等有机溶剂 | 与水任意比互溶 | 难溶于冷水，微溶于热水，易溶于乙醇和乙醚 |

回答下列问题：

（1）为提高原料苯甲酸的纯度，可采用的纯化方法为\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_。

（2）步骤①的装置如图所示（加热和夹持装置已略去），将一小团棉花放入仪器B中靠近活塞孔处，将吸水剂（无水硫酸铜的乙醇饱和溶液）放入仪器B中，在仪器C中加入 12.2 g纯化后的苯甲酸晶体，30 mL无水乙醇（约0.5 mol）和3 mL浓硫酸，加入沸石，加热至微沸，回流反应1.5~2 h。仪器A的作用是\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_；仪器C中反应液应采用\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_方式加热。



（3）随着反应进行，反应体系中水分不断被有效分离，仪器B中吸水剂的现象为\_\_\_\_\_\_\_\_\_。

（4）反应结束后，对C中混合液进行分离提纯，操作I是\_\_\_\_\_\_\_\_\_；操作Ⅱ所用的玻璃仪器除了烧杯外还有\_\_\_\_\_\_\_\_\_。

（5）反应结束后，步骤③中将反应液倒入冷水的目的除了溶解乙醇外，还有\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_；加入试剂X为\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_（填写化学式）。

（6）最终得到产物纯品12.0 g，实验产率为\_\_\_\_\_\_\_\_\_ %（保留三位有效数字）。

【答案】（1）重结晶 （2）冷凝回流乙醇和水 水浴加热 （3）吸水剂由白色变为蓝色 （4）蒸馏 分液漏斗 （5）降低苯甲酸乙酯的溶解度利于分层 Na2CO3或NaHCO3 （6）80.0

【解析】

（1）可通过重结晶的方式提高原料苯甲酸的纯度；

（2）仪器A为球形冷凝管，在制备过程中乙醇易挥发，因此通过球形冷凝管冷凝回流乙醇和水；该反应中乙醇作为反应物，因此可通过水浴加热，避免乙醇大量挥发；

（3）仪器B中吸水剂为无水硫酸铜的乙醇饱和溶液，吸收水分后生成五水硫酸铜，吸水剂由白色变为蓝色；

（4）由上述分析可知，操作I为蒸馏；操作II为分液，除烧杯外，还需要的玻璃仪器为分液漏斗；

（5）因苯甲酸乙酯难溶于冷水，步骤③中将反应液倒入冷水的目的还有降低苯甲酸乙酯的溶解度有利于分层；试剂X为Na2CO3溶液或NaHCO3溶液；

（6）12g苯甲酸乙酯的物质的量为，苯甲酸的物质的量为，反应过程中乙醇过量，理论产生苯甲酸乙酯的物质的量为0.1mol，实验产率为。

4．苯甲醛是一种重要的化工原料，某小组同学利用如图所示实验装置(夹持装置已略去)制备苯甲醛。



已知有机物的相关数据如下表所示：

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| 有机物 | 沸点℃ | 密度为g/cm3 | 相对分子质量 | 溶解性 |
| 苯甲醛 | 178.1 | 1.04 | 106 | 微溶于水，易溶于乙醇、醚和卤代烃 |
| 苯甲醇 | 205.7 | 1.04 | 108 | 微溶于水，易溶于乙醇、醚和卤代烃 |
| 二氯甲烷 | 39.8 | 1.33 |  | 难溶于水，易溶于有机溶剂 |

实验步骤：

①向容积为500mL的三颈烧瓶加入90.0mL质量分数为5%的次氯酸钠溶液(稍过量)，调节溶液的pH为9-10后，加入3.0mL苯甲醇、75.0mL二氯甲烷，不断搅拌。

②充分反应后，用二氯甲烷萃取水相3次，并将有机相合并。

③向所得有机相中加入无水硫酸镁，过滤，得到有机混合物。

④蒸馏有机混合物，得到2.08g苯甲醛产品。

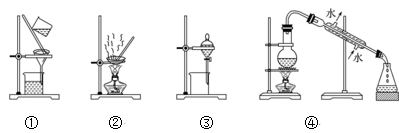
请回答下列问题：

（1）仪器b的名称为\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_，搅拌器的作用是\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_。

（2）苯甲醇与NaClO反应的化学方程式为\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_。

（3）步骤①中，投料时，次氯酸钠不能过量太多，原因是\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_；步骤③中加入无水硫酸镁，若省略该操作， 可能造成的后果是\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_。

（4）步骤②中，应选用的实验装置是\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_(填序号)，该操作中分离出有机相的具体操作方法是\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_。



（5）步骤④中，蒸馏温度应控制在\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_左右。

（6）本实验中，苯甲醛的产率为\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_(保留到小数点后一位)。

【答案】（1）球形冷凝管 使物质充分混合 （2）学科网(www.zxxk.com)--教育资源门户，提供试题试卷、教案、课件、教学论文、素材等各类教学资源库下载，还有大量丰富的教学资讯！+ NaClO→学科网(www.zxxk.com)--教育资源门户，提供试题试卷、教案、课件、教学论文、素材等各类教学资源库下载，还有大量丰富的教学资讯！+ NaCl+H2O （3）防止苯甲醛被氧化为苯甲酸，使产品的纯度降低 产品中混有水，纯度降低 （4）③ 打开分液漏斗颈部的玻璃塞（或使玻璃塞上的凹槽对准分液漏斗上的小孔），再打开分液漏斗下面的活塞，使下层液体慢慢沿烧杯壁流下，当有机层恰好全部放出时，迅速关闭活塞 （5）178.1℃ （6）67.9%

【解析】（1）根据图示，仪器b为球形冷凝管，搅拌器可以使物质充分混合，反应更充分，故答案为球形冷凝管；使物质充分混合；

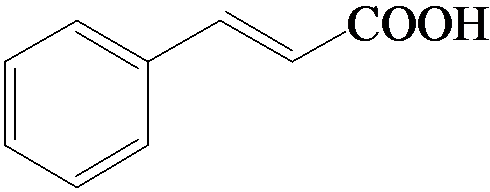
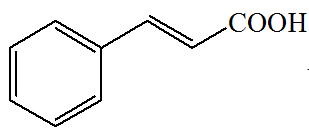
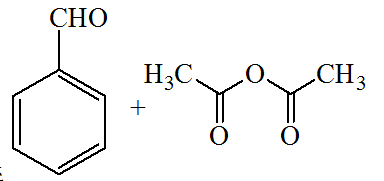
（2）根据题意，苯甲醇与NaClO反应，苯甲醇被氧化生成苯甲醛，次氯酸钠本身被还原为氯化钠，反应的化学方程式为学科网(www.zxxk.com)--教育资源门户，提供试题试卷、教案、课件、教学论文、素材等各类教学资源库下载，还有大量丰富的教学资讯！+ NaClO→学科网(www.zxxk.com)--教育资源门户，提供试题试卷、教案、课件、教学论文、素材等各类教学资源库下载，还有大量丰富的教学资讯！+ NaCl+H2O，故答案为学科网(www.zxxk.com)--教育资源门户，提供试题试卷、教案、课件、教学论文、素材等各类教学资源库下载，还有大量丰富的教学资讯！+ NaClO→学科网(www.zxxk.com)--教育资源门户，提供试题试卷、教案、课件、教学论文、素材等各类教学资源库下载，还有大量丰富的教学资讯！+ NaCl+H2O；

（3）次氯酸钠具有强氧化性，除了能够氧化苯甲醇，也能将苯甲醛氧化，因此步骤①中，投料时，次氯酸钠不能过量太多；步骤③中加入无水硫酸镁的目的是除去少量的水，提高产品的纯度，若省略该操作，产品中混有水，纯度降低，故答案为防止苯甲醛被氧化为苯甲酸，使产品的纯度降低；产品中混有水，纯度降低；

（4）步骤②中，充分反应后，用二氯甲烷萃取水相3次，萃取应该选用分液漏斗进行分液，应选用的实验装置是③，分液中分离出有机相的具体操作方法为打开分液漏斗颈部的玻璃塞(或使玻璃塞上的凹槽对准分液漏斗上的小孔)，再打开分液漏斗下面的活塞，使下层液体慢慢沿烧杯壁流下，当有机层恰好全部放出时，迅速关闭活塞，故答案为③；打开分液漏斗颈部的玻璃塞(或使玻璃塞上的凹槽对准分液漏斗上的小孔)，再打开分液漏斗下面的活塞，使下层液体慢慢沿烧杯壁流下，当有机层恰好全部放出时，迅速关闭活塞；

（5）根据相关有机物的数据可知，步骤④是将苯甲醛蒸馏出来，蒸馏温度应控制在178.1℃左右，故答案为178.1℃；

（6）根据学科网(www.zxxk.com)--教育资源门户，提供试题试卷、教案、课件、教学论文、素材等各类教学资源库下载，还有大量丰富的教学资讯！+ NaClO→学科网(www.zxxk.com)--教育资源门户，提供试题试卷、教案、课件、教学论文、素材等各类教学资源库下载，还有大量丰富的教学资讯！+ NaCl+H2O可知，1mol苯甲醇理论上生成1mol苯甲醛，则3.0mL苯甲醇的质量为1.04 g/cm3×3.0cm3=3.12g，物质的量为，则理论上生成苯甲醛的质量为×106g/mol=3.06g，苯甲醛的产率=×100%=67.9%，故答案为67.9%。

5．肉桂酸（）主要用于香精香料、食品添加剂、有机合成等方面，它的合成原理为+CH3COOH

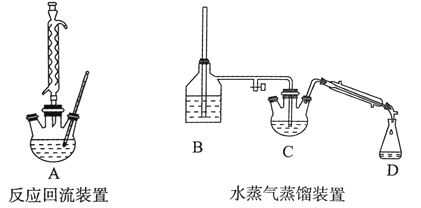
主要试剂及其物理性质：

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 名称 | 相对分  子质量 | 性状 | 密度/  （g·cm-3） | 熔点/℃ | 沸点/℃ | 溶解度/（g/100 mL溶剂） | | |
| 水 | 醇 | 醚 |
| 苯甲醛 | 106 | 无色  液体 | 1.044 | -26 | 178～179 | 微溶 | 溶 | 溶 |
| 乙酸酐 | 102 | 无色  液体 | 1.082 | -73 | 138～140 | 反应 | 溶 | 难溶 |
| 肉桂酸 | 148 | 白色  粉末 | 1.248 | 133～134 | 300 | 微溶 | 溶 | 溶 |

试剂用量：

|  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 试剂名称 | 苯甲醛 | 乙酸酐 | 无水碳酸钾 | 10%氢氧化钠 | 浓盐酸 | 活性炭 |
| 试剂用量 | 3.0 mL | 5.5 mL | 4～5 g | 40 mL | 25 mL | 1.0 g |

实验仪器如下：



请回答下列问题：

（1）实验准备阶段：在组装实验仪器前要确保反应回流装置彻底干燥，其原因是：\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_。

（2）将3.0 mL苯甲醛、5.5 mL乙酸酐和4.00 g无水碳酸钾依次加人250 mL三颈烧瓶中摇匀，烧瓶底部有白色颗粒状固体生成，上部液体无色透明，反应剧烈，有白烟冒出。搭建好回流装置后，开始加热回流。加热回流时控制反应呈微沸状态，加热温度不能太高的原因：\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_。

（3）实验结束后，向三颈烧瓶中加人40 mL 10%的氢氧化钠溶液和20 mL的水，可观察到母液体系分为油相和水相。将装置改为水蒸气蒸馏装置，开始加热蒸馏，使油相中的苯甲醛随水蒸气离开母液，开始收集。加人NaOH的作用是：\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_。B装置中的长玻璃导管的作用是：\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_。水蒸气蒸馏装置中需要加热的仪器有\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_（填装置序号）。

（4）对蒸气发生器进行加热，待蒸气稳定后再通人烧瓶中的液面下，开始蒸气蒸馏，待检测馏出物中无油滴后停止蒸馏。加人1.0 g活性炭脱色，热过滤。活性炭脱色的原理是\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_。

（5）加入25 mL的浓盐酸，冰水浴，烧杯中有白色颗粒出现。抽滤（用冰水洗涤），烘箱干燥，称量。称重得m=0.35 g。则该反应的产率约为\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_（结果精确至0.1% ）。

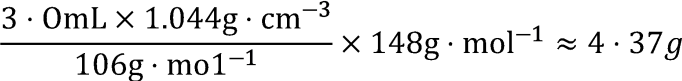
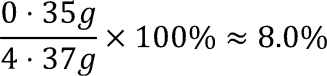
【答案】（1）防止乙酸酐与水反应而变质 （2）防止乙酸酐（和苯甲醛）挥发（2分，苯甲醛不写给分） （3）将肉桂酸转化为肉桂酸钠，便于分离 调节体系和大气压强，判断水蒸气蒸馏系统是否畅通 B、C （4）吸附 （5）8.0 %

【解析】（1）由题中所给试剂及其物理性质可知乙酸酐会与水反应，故准备实验时要将反应回流装置彻底干燥，故答案为：防止乙酸酐与水反应而变质；

（2）结合题干信息可知乙酸酐的沸点较低，因此加热回流时，应控制反应呈微沸状态，以防止乙酸酐挥发而影响产量，故答案为：防止乙酸酐（和苯甲醛）挥发；

（3）由分析可知，加入NaOH是为了将肉桂酸转化为肉桂酸钠，便于分离。答案：将肉桂酸转化为肉桂酸钠，便于分离；B装置中的长玻璃导管也叫安全管，如果体系内压强增大，水会沿导管上升，起到调节压强的作用，即可通过观察导管内液面来判断水蒸气蒸馏系统是否畅通。答案：调节体系和大气压强，判断水蒸气蒸馏系统是否畅通；B为产生水蒸气的装置，C为蒸馏装置，故B、C处都需要加热，故答案为：B、C；

（4）活性炭脱色是利用它的吸附性，故答案为：吸附；

（5）由反应已知的实验原理可知，肉桂酸的理论产量为，则其实际产率，故答案为：8.0 %

6．苯甲酰氯(学科网(www.zxxk.com)--教育资源门户，提供试题试卷、教案、课件、教学论文、素材等各类教学资源库下载，还有大量丰富的教学资讯！)是制备染料，香料药品和树脂的重要中间体，以光气法制备苯甲酰氯的原理如下(该反应为放热反应)：

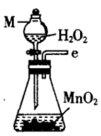
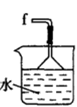
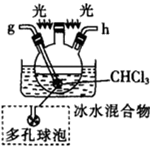
学科网(www.zxxk.com)--教育资源门户，提供试题试卷、教案、课件、教学论文、素材等各类教学资源库下载，还有大量丰富的教学资讯！+COCl2学科网(www.zxxk.com)--教育资源门户，提供试题试卷、教案、课件、教学论文、素材等各类教学资源库下载，还有大量丰富的教学资讯！+CO2+HCl

已知物质性质如下表：

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| 物质 | 熔点/℃ | 沸点/℃ | 溶解性 |
| 苯甲酸 | 122.1 | 249 | 微溶于水，易溶于乙醇、乙醚等有机溶剂 |
| 碳酰氯(COCl2) | -188 | 8.2 | 较易溶于苯、甲苯等。遇水迅速水解，生成氯化氢，与氨很快反应，主要生成尿素[CO(NH2)2]和氯化铵等无毒物质 |
| 苯甲酰氯 | -1 | 197 | 溶于乙醚、氯仿和苯。遇水或乙醇逐渐分解，生成苯甲酸或苯甲酸乙酯和氯化氢 |
| 三氯甲烷(CHCl3) | -63.5 | 63.1 | 不溶于水，溶于醇、苯。极易挥发，稳定性差，450℃以上发生热分解 |

I.制备碳酰氯

反应原理：2 CHCl3＋O2 2HCl＋COCl2

甲.  乙.  丙.  丁. 戊. 

（1）仪器M的名称是\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_

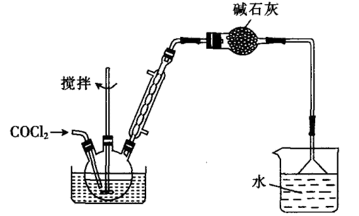
（2）按气流由左至右的顺序为\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_→c→d→\_\_\_\_\_\_\_\_\_→\_\_\_\_\_\_\_\_\_→\_\_\_\_\_\_\_\_\_→\_\_\_\_\_\_\_\_\_→\_\_\_\_\_\_\_\_\_.

（3）试剂X是\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_(填名称)。

（4）装置乙中碱石灰的作用是\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_。

（5）装置戊中冰水混合物的作用是\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_；多孔球泡的作用是\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_。

Ⅱ.制备苯甲酰氯(部分夹持装置省略)



（6）碳酰氯也可以用浓氨水吸收，写出该反应的化学方程式：\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_。

若向三颈烧瓶中加入610g苯甲酸，先加热至140~150℃，再通入COCl2，充分反应后，最后产品经减压蒸馏得到562g苯甲酰氯，则苯甲酸的转化率为\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_。

【答案】（1）分液漏斗 （2）e g h b a f （3）浓硫酸 （4）干燥气体，防止水蒸气进入装置戊中 （5）防止三氯甲烷挥发，使碳酰氯液化 增大反应物之间的接触面积，加快反应速率 （6）COCl2＋4NH3∙H2O = CO(NH2)2＋2NH4Cl＋4H2O 79.3%

【解析】（1）仪器M的名称是分液漏斗，故答案为：分液漏斗。

（2）根据已知，碳酰氯与水反应，因此要干燥氧气，且后面产物中要隔绝水蒸气，因此X要用浓硫酸干燥，按气流由左至右的顺序为e→c→d→g→h→b→a→f，故答案为：e；g；h；b；a；f。

（3）根据上题得出试剂X是浓硫酸，故答案为：浓硫酸。

（4）根据（2）中得到装置乙中碱石灰的作用是干燥气体，防止水蒸气进入装置戊中，故答案为：干燥气体，防止水蒸气进入装置戊中。

（5） 碳酰氯(COCl2)沸点低，三氯甲烷易挥发，因此装置戊中冰水混合物的作用是防止三氯甲烷挥发，使碳酰氯液化；多孔球泡的作用是增大反应物之间的接触面积，加快反应速率，故答案为：防止三氯甲烷挥发，使碳酰氯液化；增大反应物之间的接触面积，加快反应速率。

Ⅱ（6）碳酰氯也可以用浓氨水吸收，生成尿素和氯化铵，该反应的化学方程式：COCl2＋4NH3∙H2O = CO(NH2)2＋2NH4Cl＋4H2O，

学科网(www.zxxk.com)--教育资源门户，提供试题试卷、教案、课件、教学论文、素材等各类教学资源库下载，还有大量丰富的教学资讯！+COCl2学科网(www.zxxk.com)--教育资源门户，提供试题试卷、教案、课件、教学论文、素材等各类教学资源库下载，还有大量丰富的教学资讯！+CO2+HCl

121g 140.5g

xg 562g

121g：xg = 140.5g：562g

解得x=484g

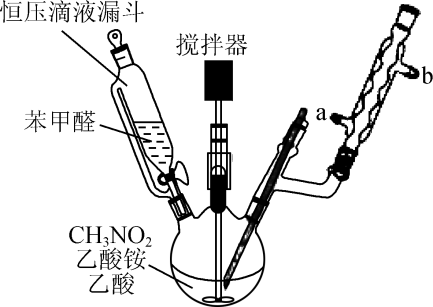
，故答案为：COCl2＋4NH3∙H2O = CO(NH2)2＋2NH4Cl＋4H2O，79.3%。

7．β硝基苯乙烯是一种黄色针状晶体，熔点55～58 ℃，沸点250～260 ℃，不溶于水，易溶于乙酸、二氯甲烷等有机溶剂。制备原理如下：

学科网(www.zxxk.com)--教育资源门户，提供试题试卷、教案、课件、教学论文、素材等各类教学资源库下载，还有大量丰富的教学资讯！+CH3NO2学科网(www.zxxk.com)--教育资源门户，提供试题试卷、教案、课件、教学论文、素材等各类教学资源库下载，还有大量丰富的教学资讯！

（1）反应装置冷凝管中水应从\_\_\_\_\_\_\_\_(填“a”或“b”)处通入。

（2）制备过程中，需在搅拌下滴加苯甲醛，控制滴加速率反应6 h，加热温度在110 ℃左右，那么采用的加热方法为\_\_\_\_\_\_\_\_，如温度过高时，则可以采取\_\_\_\_\_\_\_\_措施。



（3）反应混合液需加入一定量的水才析出黄色絮状物，加水的作用是\_\_\_\_\_\_\_\_。

（4）过滤后用95%乙醇重结晶，再进行抽滤可获得黄色棱形晶体。抽滤装置所包含的仪器除减压系统外还有布氏漏斗和\_\_\_\_\_\_\_\_(填仪器名称)。

（5）实验中使用恒压滴液漏斗的优点是\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_。

【答案】（1）a （2）油浴加热 水浴冷却 （3）降低其溶解度，使其析出 （4）吸滤瓶 （5）平衡压强，使液体顺利滴下

【解析】（1）冷凝管进出水方向为“下进上出”，因此反应装置冷凝管中水应从a处通入；

（2）装置加热的温度较高且要恒温，因此选择油浴加热；温度过高时，可水浴冷却；

（3）β硝基苯乙烯是一种黄色针状晶体，不溶于水，混合液中加入一定量的水，可降低β硝基苯乙烯的溶解度，利于晶体析出；

（4）抽滤时需要减压系统、布氏漏斗和吸滤瓶，因此抽滤装置所包含的仪器除减压系统外还有布氏漏斗和吸滤瓶；

（5）恒压滴液漏斗可使压强平衡，能使液体顺利滴下。

8．肉桂酸是一种香料，具有很好的保香作用，通常作为配香原料，可使主香料的香气更加清香．实验室制备肉桂酸的化学方程式为：

(CH3CO)2学科网(www.zxxk.com)--教育资源门户，提供试题试卷、教案、课件、教学论文、素材等各类教学资源库下载，还有大量丰富的教学资讯！CH3COOH

主要试剂及其物理性质

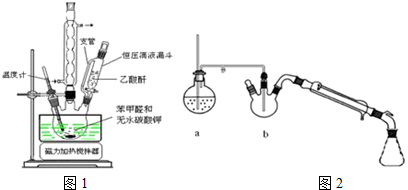
|  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 名称 | 分子质量 | 性状 | 密度 | 熔点 | 沸点 | 溶解度：克溶剂 | | |
| 水 | 醇 | 醚 |
| 苯甲醛 | 106 | 无色液体 |  |  |  |  | 互溶 | 互溶 |
| 乙酸酐 | 102 | 无色液体 |  |  |  | 12 | 溶 | 不溶 |
| 肉桂酸 | 148 | 无色结晶 |  |  | 300 |  | 24 | 溶 |

密度：常压，测定   主要实验步骤和装置如下：

Ⅰ合成：按图1连接仪器，加入苯甲醛、乙酸酐和无水碳酸钾．在，将此混合物回流45min．

Ⅱ分离与提纯：将上述合成的产品冷却后边搅拌边加入40ml水浸泡5分钟，并用水蒸气蒸馏，从混合物中除去未反应的苯甲醛，得到粗产品；将上述粗产品冷却后加入40ml 的氢氧化钠水溶液，再加90ml水，加热活性炭脱色，趁热过滤、冷却；将1：1的盐酸在搅拌下加入到肉桂酸盐溶液中，至溶液呈酸性，经冷却、减压过滤、洗涤、干燥等操作得到较纯净的肉桂酸；

水蒸气蒸馏：使有机物可在较低的温度下从混合物中蒸馏出来，可以避免在常压下蒸馏时所造成的损失，提高分离提纯的效率．同时在操作和装置方面也较减压蒸馏简便一些，所以水蒸气蒸馏可以应用于分离和提纯有机物．回答下列问题：



（1）合成肉桂酸的实验需在无水条件下进行，实验前仪器必须干燥的原因是 \_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_ 实验中为控制温度在需在 \_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_ 中加热．

A．水     甘油沸点    砂子    植物油沸点

（2）图2中装置a的作用是 \_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_ ，装置b中长玻璃导管要伸入混合物中的原因是 \_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_ ，水蒸气蒸馏后产品在 \_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_ 填仪器名称；

（3）趁热过滤的目的\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_ ；

（4）加入1：1的盐酸的目的是 \_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_ ，析出肉桂酸晶体过滤后洗涤，洗涤剂是 \_\_\_\_\_\_ ；

（5）5.3g苯甲醛、乙酸酐和无水碳酸钾充分反应得到肉桂酸实际，则产率是 \_\_\_\_\_\_ 保留3位有效数字．

【答案】（1）乙酸酐易水解 BD （2）产生水蒸气 使混合物与水蒸气充分接触，有利于提纯肉桂酸 三颈烧瓶 （3）防止肉桂酸钠结晶而析出堵塞漏斗 （4）使肉桂酸盐转化为肉桂酸 水 （5）

【解析】乙酸酐易水解，所以仪器必须干燥， 由于水的沸点只有，不能通过水浴加热，故A错误； 由于甘油而的沸点高于，故B正确； 沙子是固体，不便于控制温度，C错误； 由于植物油的沸点高于，所以实验中为控制温度在需在植物油中加热，故选BD，

故答案为：乙酸酐易水解；BD；

水蒸气蒸馏可以应用于分离和提纯有机物，所以图2中水蒸气蒸馏后产品在三颈烧瓶中；装置b中长玻璃导管要伸入混合物中，使混合物与水蒸气充分接触，有利于提纯肉桂酸；

故答案为：产生水蒸气；使混合物与水蒸气充分接触，有利于提纯肉桂酸；三颈烧瓶；

温度低，肉桂酸钠的溶解度降低，会结晶析出晶体，所以趁热过滤的目的是防止肉桂酸钠结晶而析出堵塞漏斗；

故答案为：防止肉桂酸钠结晶而析出堵塞漏斗；

盐酸是强酸，所以加入1：1的盐酸的目的是使肉桂酸盐转化为肉桂酸；肉桂酸晶体在水中的溶解度很小，所以可以用水洗涤；

故答案为：使肉桂酸盐转化为肉桂酸；水；

苯甲醛、乙酸酐，二者的物质的量分别是、，所以根据方程式可知，乙酸酐过量，则理论上生成肉桂酸的质量是，所以产率是：；

故答案为：。

9．苯甲酸乙酯（C9H10O2）稍有水果气味，用于配制香水香精和人造精油，大量用于食品工业中，也可用作有机合成中间体、溶剂等．其制备方法为：

学科网(www.zxxk.com)--教育资源门户，提供试题试卷、教案、课件、教学论文、素材等各类教学资源库下载，还有大量丰富的教学资讯！+C2H5OH学科网(www.zxxk.com)--教育资源门户，提供试题试卷、教案、课件、教学论文、素材等各类教学资源库下载，还有大量丰富的教学资讯！学科网(www.zxxk.com)--教育资源门户，提供试题试卷、教案、课件、教学论文、素材等各类教学资源库下载，还有大量丰富的教学资讯！+H2O

已知：

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
|  | 颜色、状态 | 沸点（℃） | 密度（g•cm﹣3） |
| 苯甲酸\* | 无色片状晶休 | 249 | 1.2659 |
| 苯甲酸乙酯 | 无色澄清液体 | 212.6 | 1.05 |
| 乙醇 | 无色澄清液体 | 78.3 | 0.7893 |
| 环己烷 | 无色澄清液体 | 80.8 | 0.7318 |

\*苯甲酸在100℃会迅速升华．实验步骤如下：

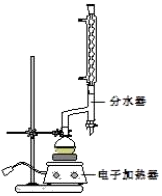
①在圆底烧瓶中加入12.20g苯甲酸、25mL乙醇（过量）、20mL 环己烷，以及4mL浓硫酸，混合均匀并加入沸石，按如图所示装好仪器，控制温度在65〜70℃加热回流2h．反应时环己烷一乙醇﹣水会形成“共沸物”（沸点62.6℃）蒸馏出来，再利用分水器不断分离除去反应生成的水，回流环己烷和乙醇．

②反应结束，打开旋塞放出分水器中液体后，关闭旋塞．继续加热，至分水器中收集到的液体不再明显增加，停止加热．

③将烧瓶内反应液倒入盛有适量水的烧杯中，分批加入Na2CO3至溶液呈中性．

④用分液漏斗分出有机层，水层用25mL乙醚萃取分液，然后合并至有机层．加入氯化钙，对粗产物进行蒸馏（装置如图所示），低温蒸出乙醚后，继续升温，接收210〜213℃的馏分．

⑤检验合格，测得产品体积为13.16mL．



（1）在该实验中，圆底烧瓶的容积最适合的是\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_（填入正确选项前的字母）．

A．25mL         B．50mL         C．100mL      D．250mL

（2）步骤①中沸石的作用是\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_，使用分水器不断分离除去水的目的是\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_．

（3）骤②中应控制馏分的温度在\_\_\_\_\_\_\_\_．

A．215〜220℃ B．85〜90℃ C．78〜80℃ D．65〜70℃

（4）步骤③加入Na2CO3的作用是\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_；若Na2CO3加入不足，在之后蒸馏时，蒸馏烧瓶中可见到白烟生成，产生该现象的原因是\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_．

（5）关于步骤④中的萃取分液操作叙述正确的是\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_．

A．水溶液中加入乙醚，转移至分液漏斗中，塞上玻璃塞，分液漏斗倒转过来，用力振摇

B．振摇几次后需打开分液漏斗下口的玻璃塞放气

C．经几次振摇并放气后，手持分液漏斗静置待液体分层

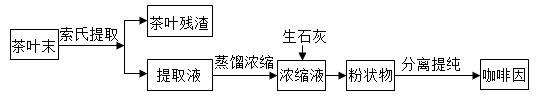
D．放出液体时，应打开上口玻璃塞或将玻璃塞上的凹槽对准漏斗口上的小孔

（6）计算本实验的产率为\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_．

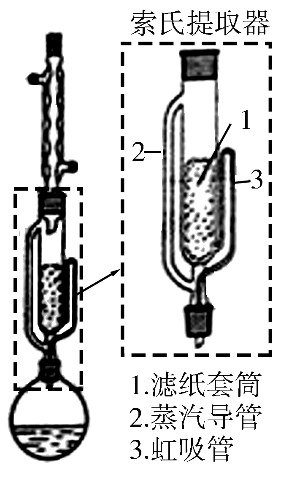
【答案】（1）C （2）防暴沸 使平衡不断地向正向移动 （3）C （4）除去苯甲酸乙酯中的苯甲酸 在苯甲酸乙酯中有未除净的苯甲酸，受热至100℃时升华 （5）AD （6）92.12%

【解析】（1）圆底烧瓶中液体的体积应该在容积1/3-2/3之间，在圆底烧瓶中加入12.20g苯甲酸、25mL乙醇（过量）、20mL 环己烷，以及4mL浓硫酸总体积在60ml左右，所以应该用100ml容量瓶，故选C。（2）反应过程需要加热，为了防止液体爆沸加一些沸石。分离器分离出生成的水,减少生成物从而使该反应向正反应方向移动,提高转化率。（3）温度低于苯甲酸乙酯的沸点时,苯甲酸乙酯不被蒸馏出,要使苯甲酸乙酯不被蒸馏出,则温度应低于苯甲酸乙酯的沸点,所以温度应低于学科网(www.zxxk.com)--教育资源门户，提供试题试卷、教案、课件、教学论文、素材等各类教学资源库下载，还有大量丰富的教学资讯！,但要使乙醇和环己烷蒸馏出,所以温度应高于乙醇和环己烷的沸点80.8,因此应选C。（4）加入Na2CO3，Na2CO3能和苯甲酸反应，而和苯甲酸乙酯不反应，这样可以除去苯甲酸乙酯中的苯甲酸。若Na2CO3加入不足，则会有剩余的苯甲酸，苯甲酸在学科网(www.zxxk.com)--教育资源门户，提供试题试卷、教案、课件、教学论文、素材等各类教学资源库下载，还有大量丰富的教学资讯！会迅速升华,苯甲酸固体小颗粒弥漫到空气中产生白烟。（5）分液漏斗的使用方法,是在水溶液中加入乙醚,转移至分液漏斗中,塞上玻璃塞，将分液漏斗倒转过来,用力振摇, A正确。振摇过程应该打开上口的玻璃塞放气，B错误。分液漏斗要放到铁架台上静置，C错误。放出液体时,需将玻璃塞上的凹槽对准漏斗口上的小孔,只有这样液体才能顺利流下, D正确。正确选项为AD。（6）假如苯甲酸完全反应，则生成苯甲酸乙酯的物质的量等于苯甲酸的物质的量为12.20/122=0.1mol。而实际生成的苯甲酸乙酯的物质的量为:13.16×1.05/150=0.09212mol,因此产率为0.09212mol/0.1mol=92.12%。

10．咖啡因是一种生物碱（易溶于水及乙醇，熔点234.5℃，100℃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%~5%、单宁酸（Ka约为10−4，易溶于水及乙醇）约3%~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，从而实现对茶叶末的连续萃取。回答下列问题：



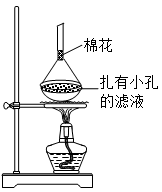
（1）实验时需将茶叶研细，放入滤纸套筒1中，研细的目的是\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_，圆底烧瓶中加入95%乙醇为溶剂，加热前还要加几粒\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_。

（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\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_。

【答案】（1）增加固液接触面积，提取充分 沸石 （2）乙醇易挥发，易燃 使用溶剂少，可连续萃取（萃取效率高） （3）乙醇沸点低，易浓缩 AC （4）单宁酸 水 （5）升华

【解析】（1）萃取时将茶叶研细可以增加固液接触面积，从而使提取更充分；由于需要加热，为防止液体暴沸，加热前还要加入几粒沸石；

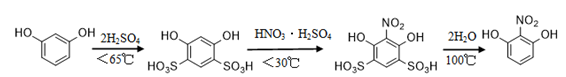
（2）由于乙醇易挥发，易燃烧，为防止温度过高使挥发出的乙醇燃烧，因此提取过程中不可选用明火直接加热；根据题干中的已知信息可判断与常规的萃取相比较，采用索式提取器的优点是使用溶剂量少，可连续萃取（萃取效率高）；

（3）乙醇是有机溶剂，沸点低，因此与水相比较乙醇作为萃取剂的优点是乙醇沸点低，易浓缩；蒸馏浓缩时需要冷凝管，为防止液体残留在冷凝管中，应该选用直形冷凝管，而不需要球形冷凝管，A正确，B错误；为防止液体挥发，冷凝后得到的馏分需要有接收瓶接收馏分，而不需要烧杯，C正确，D错误，答案选AC。

（4）由于茶叶中还含有单宁酸，且单宁酸也易溶于水和乙醇，因此浓缩液中加入氧化钙的作用是中和单宁酸，同时也吸收水；

（5）根据已知信息可知咖啡因在100℃以上时开始升华，因此该分离提纯方法的名称是升华。

11．2-硝基-1，3-苯二酚是重要的医药中间体。实验室常以间苯二酚为原料分以下三步合成：

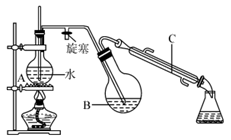
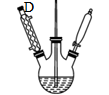


部分物质相关性质如下表：

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| 名称 | 相对分子质量 | 性状 | 熔点/℃ | 水溶性(常温) |
| 间苯二酚 | 110 | 白色针状晶体 | 110.7 | 易溶 |
| 2-硝基-1，3-苯二酚 | 155 | 桔红色针状晶体 | 87.8 | 难溶 |

制备过程如下：

①磺化：称取71.0g碾成粉状的间苯二酚放入烧杯中，慢慢加入浓硫酸并不断搅拌，控制温度为60℃～65℃约15min，如下图。

②硝化：将烧杯置于冷水中冷却后加入混酸，控制温度(25±5)℃左右继续搅拌15min。

③蒸馏：将硝化反应混合物移入圆底烧瓶B中，然后用左图所示装置进行水蒸气蒸馏；将馏出液冷却后再加入乙醇水混合剂重结晶。

回答下列问题：

（1）图中仪器C的名称是\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_。

（2）磺化和硝化过程中装置D的作用是\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_。

（3）硝化过程中控制温度(25±5)℃左右，温度不宜过高，原因是\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_。

（4）烧瓶A中玻璃管起稳压作用，既能防止装置中压强过大引起事故、又能\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_。反应一段时间后，停止蒸馏，此时应\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_(填标号)。

A．打开活塞熄灭酒精灯停止通冷凝水

B．熄灭酒精灯打开活塞停止通冷凝水

C．熄灭酒精灯停止通冷凝水打开活塞

D．停止通冷凝水打开活塞熄灭酒精灯

（5）步骤③蒸馏所得2-硝基-1，3-苯二酚中仍含少量杂质，可用少量乙醇水混合剂洗涤。请设计简单的证明2-硝基-1，3-苯二酚已经洗涤干净\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_。

（6）水蒸气蒸馏是分离和提纯有机物的方法之一，被提纯的物质必须具备的条件正确的是\_\_\_\_\_\_(填标号)。

a.不溶或难溶于水，便于最后分离 b.在沸腾下与水不发生化学反应

c.具有一定的挥发性 d.具有较低的熔点

（7）本实验最终获得12.0g桔红色晶体，则2-硝基-1，3-苯二酚的产率约为\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_

【答案】（1）直形冷凝管

（2）冷凝回流

（3）温度较高时硝酸易分解(酚易氧化)，产率过低

（4）防止压强过小产生倒吸 A

（5）取少量洗涤液，滴加BaCl2溶液，若无沉淀产生，证明已经洗涤干净

（6）abc （7）12.0%

【解析】（1）由仪器结构，可知仪器C为直形冷凝管；

（2）有机物、硝酸易挥发，装置D进行冷凝回流，减少损失，提高原料利用率；

（3）步骤②中在温度较高时，硝酸会分解，同时酚在高温时容易被氧化，导致产率过低，所以控制温度(25±5)℃左右，温度不宜过高；

（4）图2中，烧瓶A中长玻璃管起稳压作用，既能防止装置中压强过大引起事故、又能在A装置中冷却时，防止B装置处引起倒吸；停止蒸馏时，要平衡压强，用冷凝水充分冷凝蒸气，应先打开活塞，再熄灭酒精灯，最后停止通冷凝水；

（5）步骤③所得2-硝基-1，3-苯二酚中仍含少量杂质中含有硫酸根离子，证明2-硝基-1，3-苯二酚已经洗涤干净的操作为取少量洗涤液，滴加BaCl2溶液，若无沉淀产生，证明已经洗涤干净；

（6）能用水蒸气蒸馏来分离和提纯物质，则被提纯物质必须不溶或难溶于水，便于最后分离，在沸腾下与水不发生化学反应、具有一定的挥发性，

故选：abc；

（7）71g间苯二酚的物质的量为g/mol，根据元素守恒可知，生成的2-硝基-1，3-苯二酚的质量为×155=100.05g，其产率=×100%=12.0%。

12．二苯基乙二酮常用作医药中间体及紫外线固化剂，可由二苯基羟乙酮氧化制得，相关物质的物理参数、化学方程式及装置图（加热和夹持装置已略去）如下：

|  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
|  | 相对分子质量 | 熔点/℃ | 沸点/℃ | 密度/g•cm－3 | 溶解性 |  |
| 二苯基羟乙酮 | 212 | 133 | 344 | 1.310 | 不溶于冷水，溶于乙醇 |
| 二苯基乙二酮 | 210 | 97 | 348 | 1.084 | 不溶于水，能溶于乙醇 |

学科网(www.zxxk.com)--教育资源门户，提供试题试卷、教案、课件、教学论文、素材等各类教学资源库下载，还有大量丰富的教学资讯！+2FeCl3学科网(www.zxxk.com)--教育资源门户，提供试题试卷、教案、课件、教学论文、素材等各类教学资源库下载，还有大量丰富的教学资讯！+2FeCl2+2HCl 

在反应装置中，加入10mL冰醋酸、5.50g FeCl3固体、10mL水及少量碎瓷片，加热至沸腾，停止加热，待沸腾平息后加入2.12g二苯基羟乙酮，继续加热回流至二苯基羟乙酮完全反应。反应结束后加水煮沸，冷却后即有二苯基乙二酮粗产品析出，用70%乙醇水溶液重结晶提纯，得到1.80g产品。

重结晶过程如下：

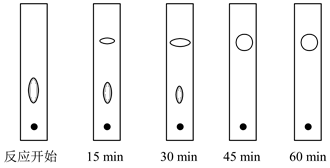
加热溶解→活性炭脱色→趁热过滤→冷却结晶→抽滤→洗涤→干燥

请回答以下问题：

（1）装置图中仪器a的名称是\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_，其作用是\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_。

（2）加入碎瓷片的作用是\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_。若加热后发现未加碎瓷片，应采取的正确方法是\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_。

（3）实验中可采用薄层色谱跟踪反应进程，其原理和操作与纸上层析类同，通过观察薄层色谱展开后的斑点（在实验条件下，只有二苯基羟乙酮和二苯基乙二酮能够产生斑点）判断样品中的成分。如图分别为加入二苯基羟乙酮后反应开始、回流15min、30min、45min和60min时，用毛细管取样、点样，薄层色谱展开后的斑点：



该实验条件下加热\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_后可认为反应结束。

A．15min B．30min C．45min D．60min

（4）上述重结晶过程中，\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_（填步骤名称）操作除去了不溶性杂质。

（5）在重结晶过程中，不可选用明火直接加热，原因是\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_。

（6）不选择蒸馏的方法提纯二苯基乙二酮粗产品的原因是\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_。

（7）本实验的产率是\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_%。（保留3位有效数字）

【答案】（1）球形冷凝管 冷凝回流 （3）防止暴沸 停止加热，待冷却后补加 （3）C （4）趁热过滤 （4）所用70%乙醇溶液会挥发出乙醇蒸气，与空气混合遇明火爆炸 （6）二苯基乙二酮粗产品为固体混合物，二苯基乙二酮与二苯基羟乙酮的沸点差别较小 （7）85.7

【解析】（1）仪器a的名称是球形冷凝管，其作用是冷凝回流，减少二苯基乙二酮、二苯基羟乙酮的损失；

故答案为：球形冷凝管；冷凝回流；

（2）加入碎瓷片的作用是防止暴沸；若加热后发现未加碎瓷片，应采取的正确方法是停止加热，待冷却后补加；

故答案为：防止暴沸；停止加热，待冷却后补加；

（3）对照图上的斑点分析，可以知道，反应开始时图上的斑点是反应物，由此可推知，回流15min、30min时的图上，下面的斑点为反应物，上面的斑点为生成物，45min时则图上的斑点是生成物，而反应物基本上无剩余。因此，该实验条件下加热45min后可认为反应结束；

故答案为：C；

（4）重结晶过程：加热溶解→活性炭脱色→趁热过滤→冷却结晶→抽滤→洗涤→干燥，其中活性炭脱色可以除去有色杂质，趁热过滤可以除去不溶性杂质，冷却结晶，抽滤可以除去可溶性杂质，则上述重结晶过程中，趁热过滤操作除去了不溶性杂质；

故答案为：趁热过滤；

（5）在重结晶过程中，用的是70%乙醇水溶液重结晶提纯二苯基乙二酮，乙醇溶液会挥发出乙醇蒸气，与空气混合遇明火爆炸，因此在重结晶过程中，不可选用明火直接加热；

故答案为：所用70%乙醇溶液会挥发出乙醇蒸气，与空气混合遇明火爆炸；

（6）二苯基乙二酮粗产品为固体混合物，且二苯基乙二酮与二苯基羟乙酮的沸点差别较小，

因此不选择蒸馏的方法提纯二苯基乙二酮粗产品；

故答案为：二苯基乙二酮粗产品为固体混合物，二苯基乙二酮与二苯基羟乙酮的沸点差别较小；

（7）理论上2.12 g二苯基羟乙酮完全反应，其物质的量为，则理论上生成二苯基乙二酮为0.1mol，其质量为m=nM=0.01mol×210g/mol=2.1g，则其产率为；

故答案为：85.7。