

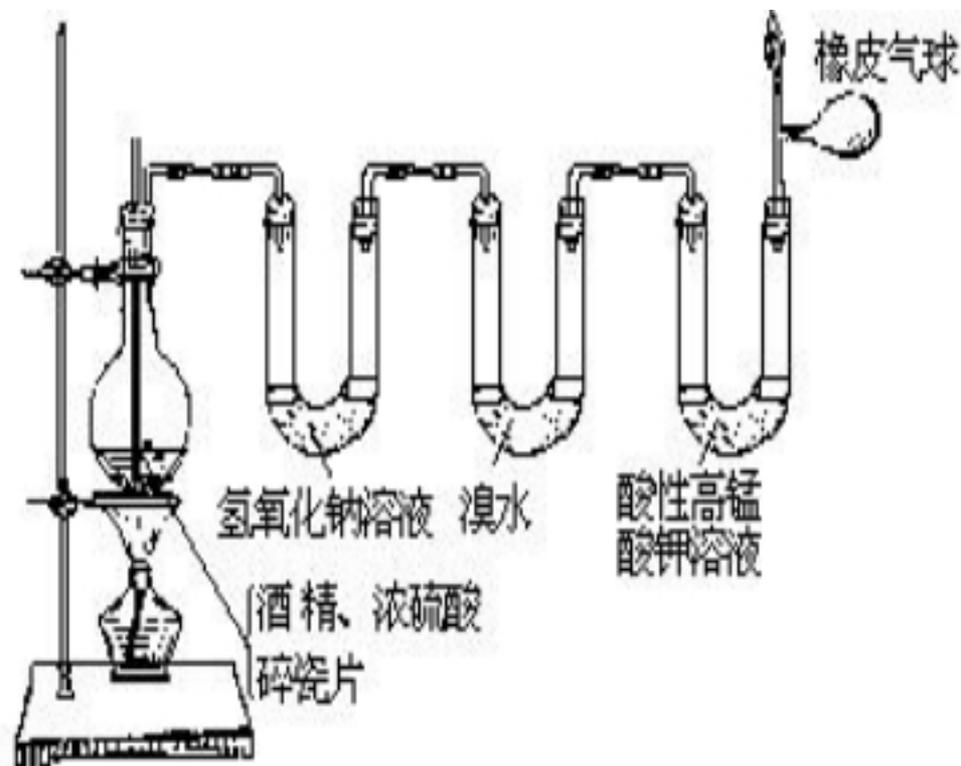
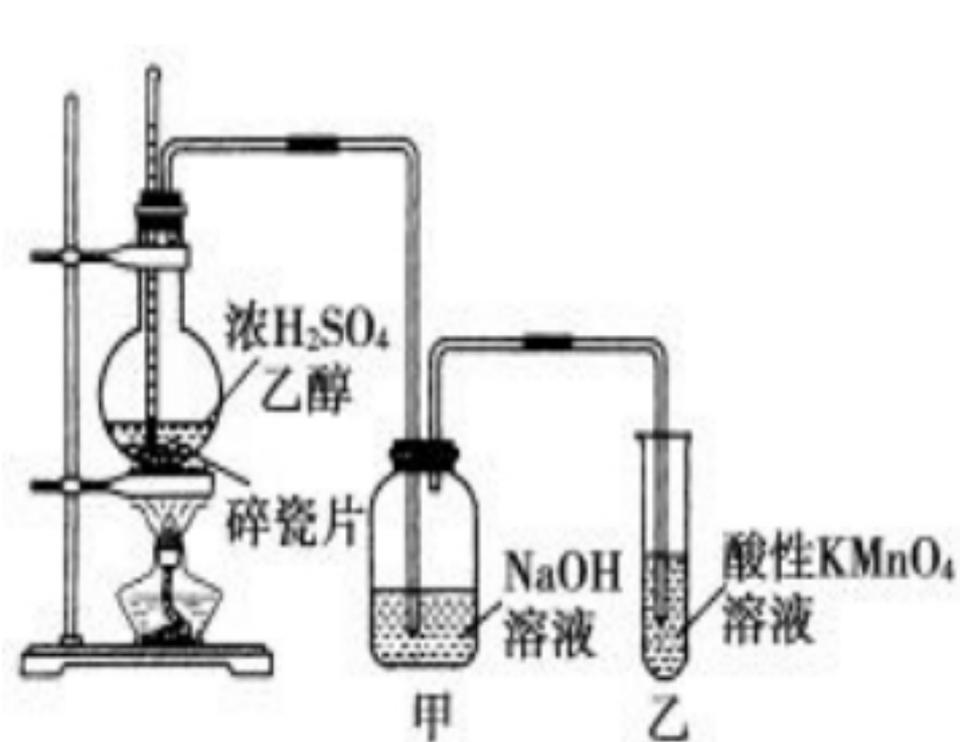
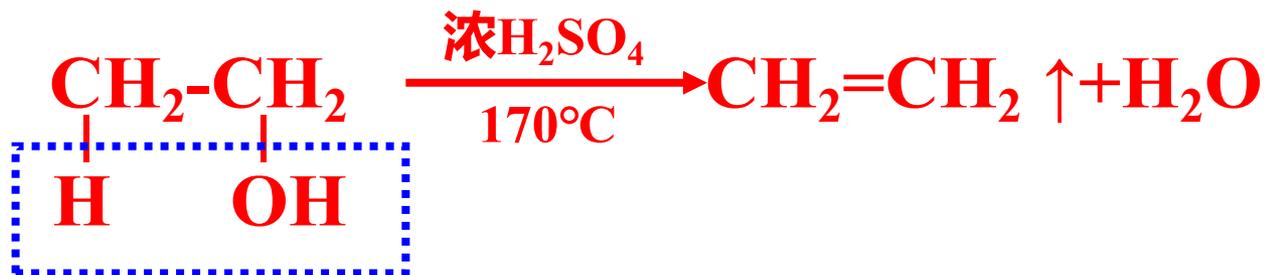
高中有机化学实验 复习专题

高中有机实验复习主要内容

序号	内 容
一	几种有机物的制备实验
二	有机物的性质实验
三	有机物的分离提纯
四	有机物的检验
五	经典真题

一、几种有机物的制备实验

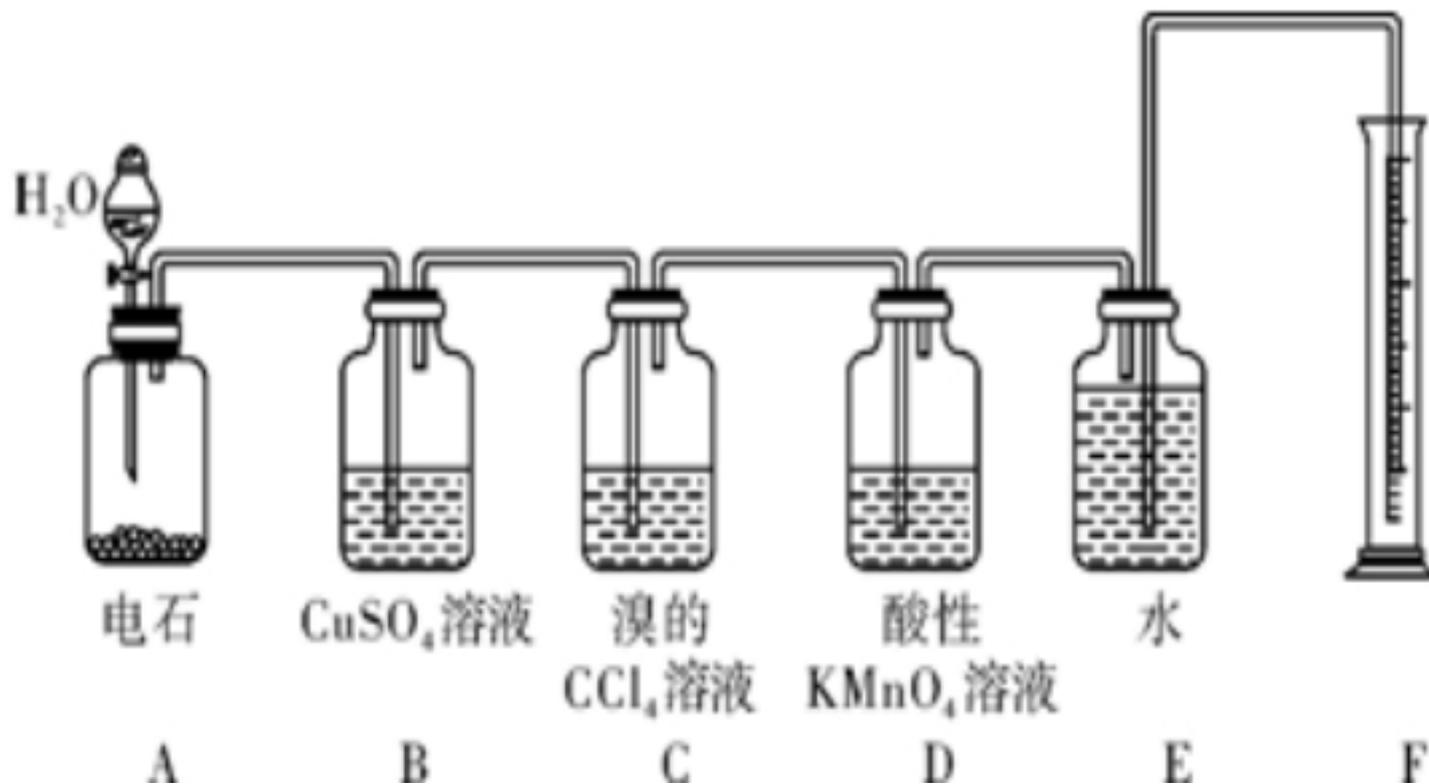
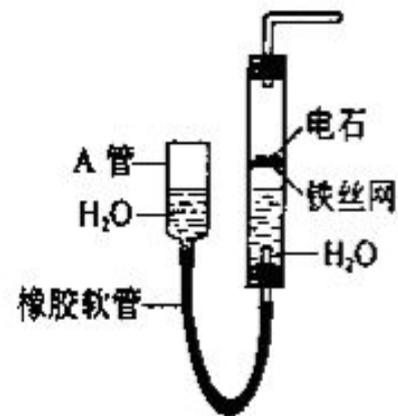
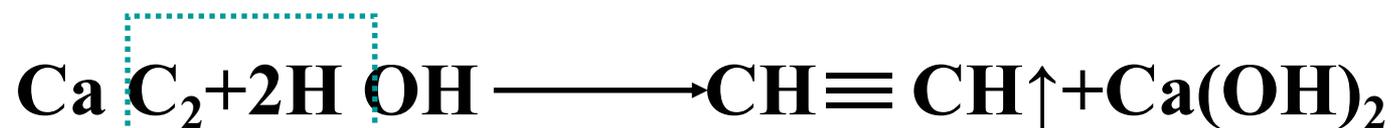
1、实验室制备乙烯



注意事项:

- 1.药品混合次序: **浓硫酸**加入到**无水乙醇**中(体积比为3: 1),
边加边振荡, 以便散热;
- 2.现象: **反应液逐渐变黑、有刺激性气味**
- 3.除杂: 气体中常混有杂质**CO₂、SO₂、乙醚及乙醇**,
可通过**碱**溶液除去;
- 4.气体收集: 常用**排水法**收集
- 5.温度计的位置: **水银球放在反应液中**
- 6.为什么迅速升温到170°C 防止副产品**乙醚**在140°C生成
- 7.浓硫酸作用 催化剂和脱水剂
- 8.碎瓷片作用 防暴沸 (**液液加热**)

2、实验室制备乙炔



注意事项

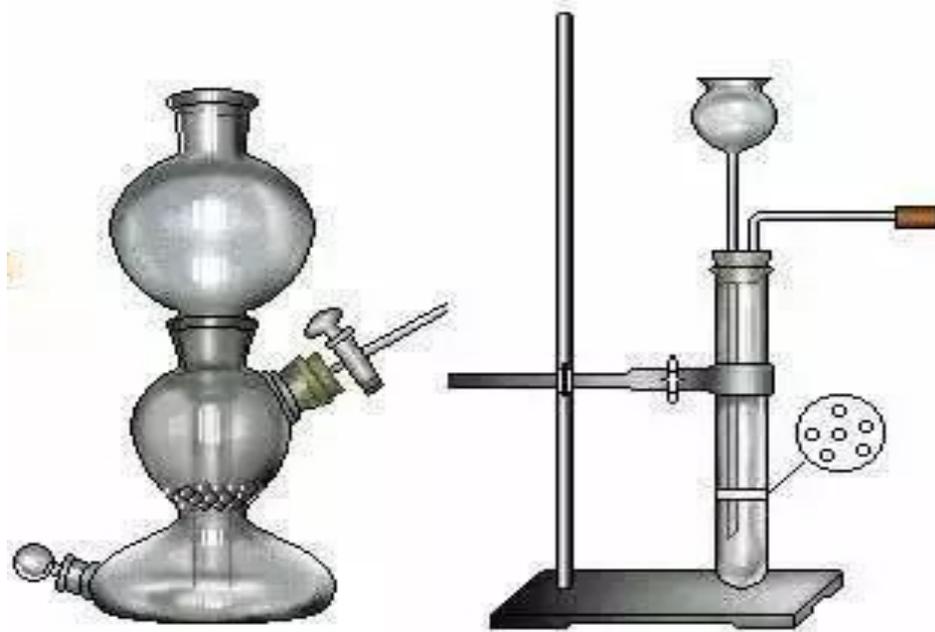
- 1.如何取用电石？ 用**镊子**夹取，切忌用手拿
- 2.由于 CaC_2 与水反应剧烈，并产生**泡沫**，为防止泡沫进入导管，应怎么办？ **在导气管口塞入少量棉花**
- 3.为获得平稳的乙炔气流（或如何控制反应速度），可以采取哪些措施？ **a.用饱和食盐水代替水 b.用分液漏斗控制食盐水的滴加速率，慢慢滴入**
- 4.不能用启普发生器原因：**a. CaC_2 吸水性强，与水反应剧烈，不能随用随停
b. 反应过程中放出大量热，使启普发生器炸裂
c. 生成的 Ca(OH)_2 呈糊状，易堵塞球形漏斗**
- 5.杂质：气体中混有 **PH_3 、 H_2S** ，通过 **CuSO_4 、 NaOH 溶液**除去；
- 6.收集：常用**排水法**收集。

启普发生器

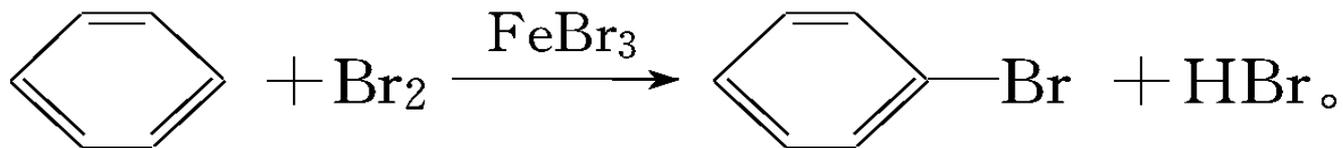
适用条件：**块状固+液**，且不需要加热制备气体。

如： CaCO_3 和盐酸制备 CO_2 ， FeS 与稀硫酸制备

H_2S ， Zn 与稀硫酸制备 H_2 。



3、溴苯的制备



注意事项

(1) 装置特点 (长导管作用、导管末端)

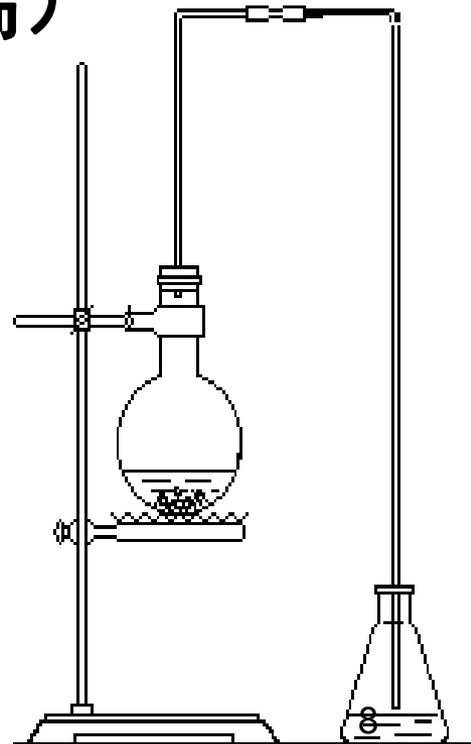
导气、利于有机物及溴单质冷凝回流，提高原料的利用率；防止倒吸

(2) 加药顺序 (现象) 苯、液溴、铁粉

(3) 粗产品的物理性质 褐色油状物

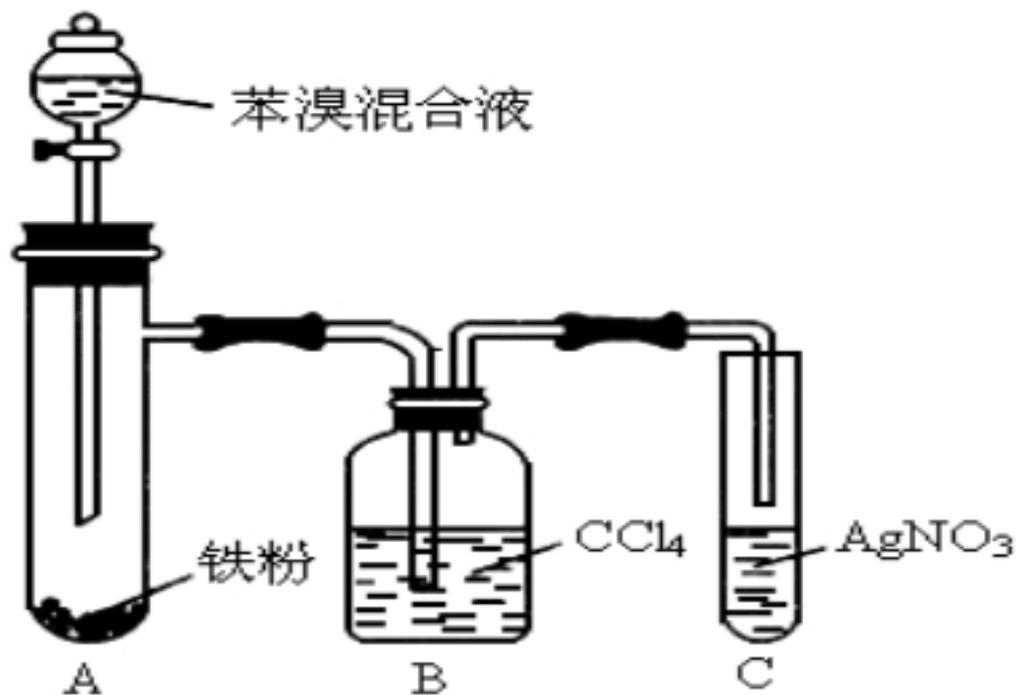
(4) 提纯溴苯的方法

水洗—碱洗—水洗—干燥—蒸馏

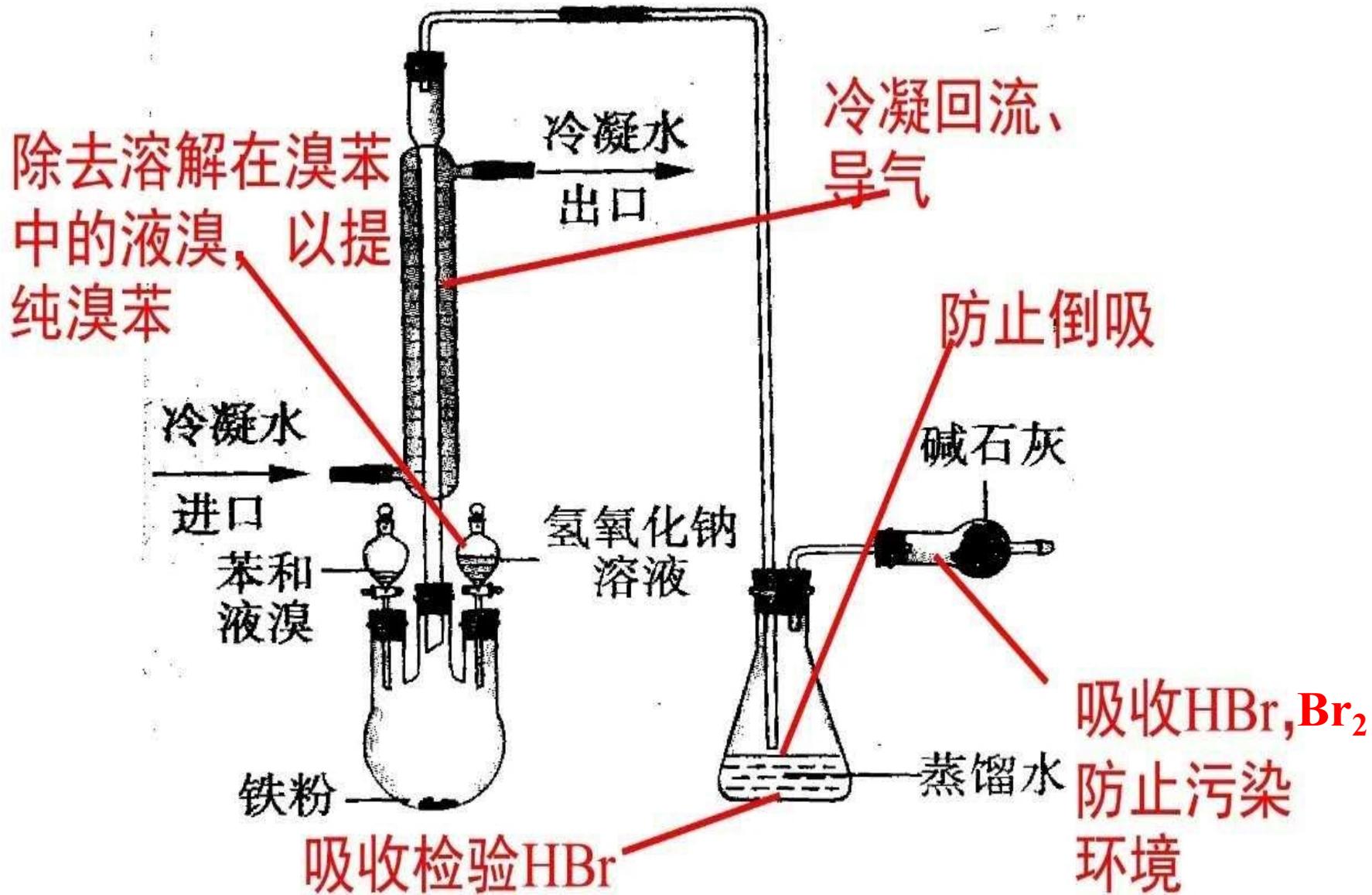


(5)证明是取代反应的方法

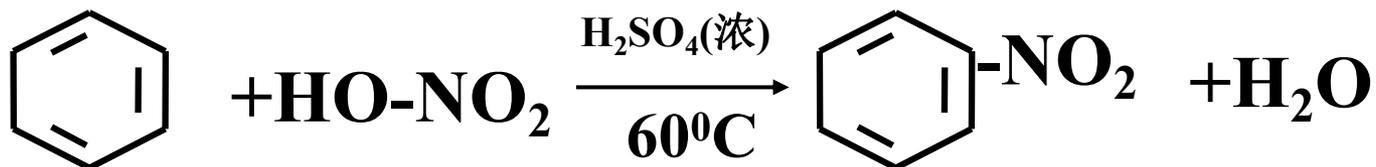
必须先除去HBr中的Br₂，再通入到AgNO₃中



(6)制得的溴苯常溶有**溴**而呈褐色，可用稀NaOH洗涤，然后**分液**得纯溴苯。

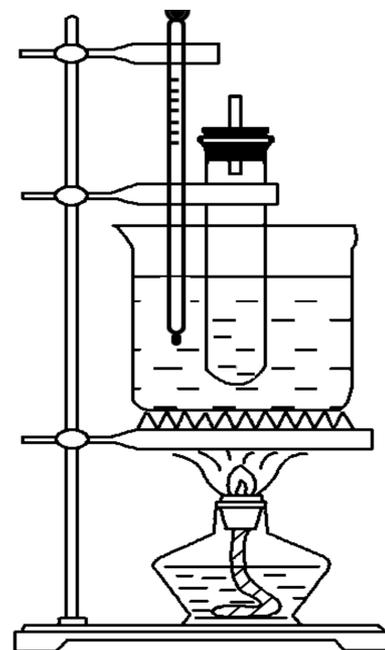
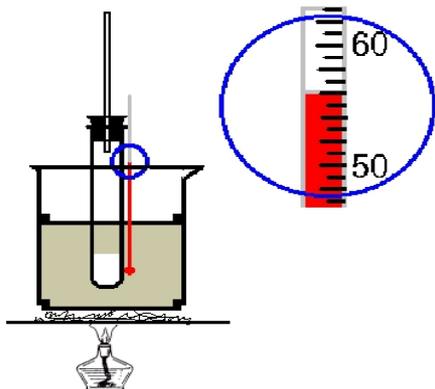


4. 硝基苯的制备



注意事项

- (1) 温度计的水银球不能触及烧杯壁或底部。
- (2) 长直玻璃导管作用：**冷凝回流**。
- (3) 控制温度50~60 °C，采用水浴加热。
(易于控温、受热均匀)
若温度超70 °C，则主要发生磺化反应。



(4) 浓硫酸作用：**催化剂和吸水剂。**

(5) 将**浓硫酸**慢慢注入**浓硝酸**中，并不断振荡降温，**冷却后**再逐滴滴入**苯**，边滴边振荡。

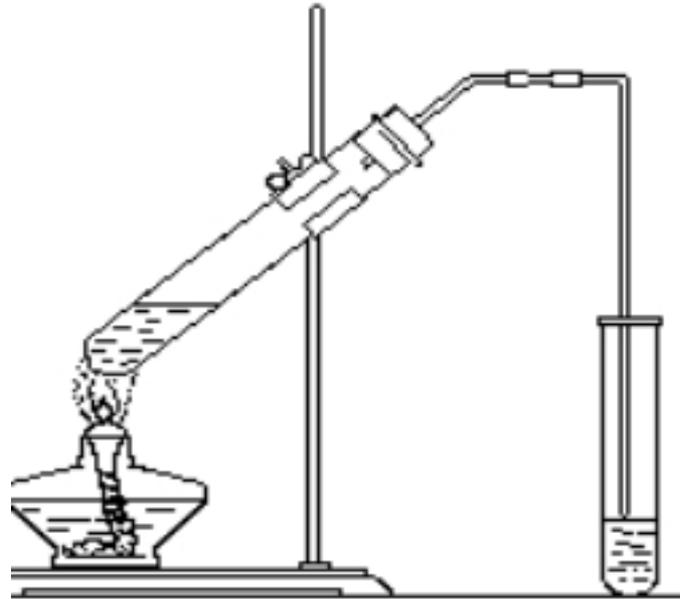
(6) 将反应液倒入盛水的烧杯中，底部有黄色油状物质。

(7) 纯硝基苯为无色、具有苦杏仁气味的油状液体，其密度大于水，有毒。

(8) 简述粗产品获得纯硝基苯的实验操作：_____

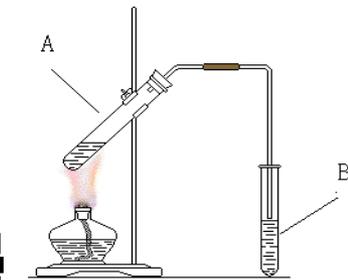
依次用蒸馏水和氢氧化钠溶液洗涤(除去硝酸和硫酸)，再用蒸馏水洗涤(除去氢氧化钠溶液及与其反应生成的盐)，然后用无水氯化钙干燥，最后进行蒸馏(除去苯)可得纯净的硝基苯。
水洗—碱洗—水洗—干燥—蒸馏

5、乙酸乙酯的制备



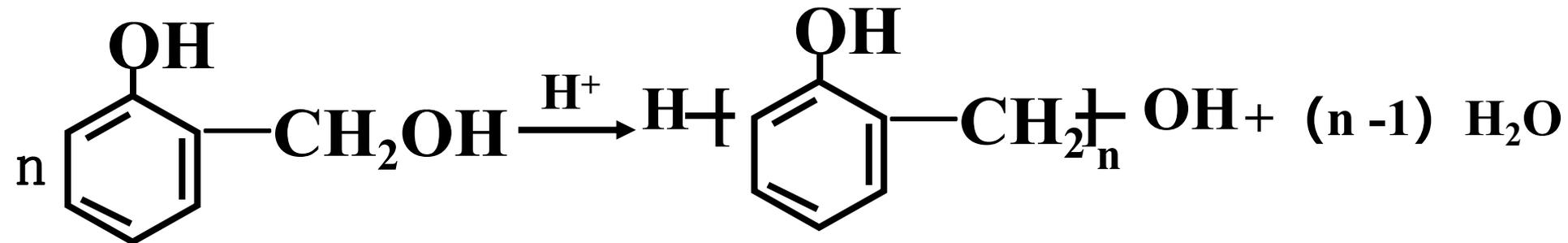
酯化反应是一个可逆反应，酯化反应的酸可以是有机羧酸或者是无机含氧酸。

注意事项



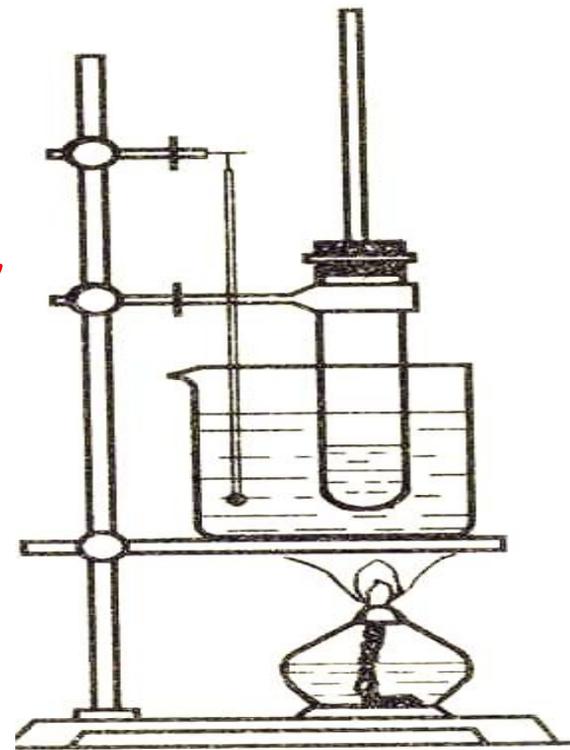
- 加入药品的次序：** 保证乙醇加在浓硫酸之前
课本叙述： 先加入**乙醇**，然后边振荡试管缓慢加入**浓硫酸和乙酸**
- 气体出口处导管的位置：** **在饱和碳酸钠溶液液面上**
- 加碎瓷片作用：** **防暴沸**
- 饱和碳酸钠溶液作用：** **吸收乙醇,中和乙酸，降低乙酸乙酯的溶解度。便于分层析出。**
- 浓硫酸作用：** **催化剂和吸水剂**
- 长弯导管作用：** **导气、冷凝**
- 试管A加热的目的：** **a. 加快反应速率 b. 促进乙酸乙酯的挥发，使平衡正向移动，提高产率**

6、酚醛树脂的制取



要点

- 1、装置特点：沸水浴加热
- 2、长导管的作用：导气、冷凝回流
- 3、催化剂 浓盐酸（或浓氨水）
- 4、实验完毕用酒精洗涤试管



二、有机物的重要性质实验

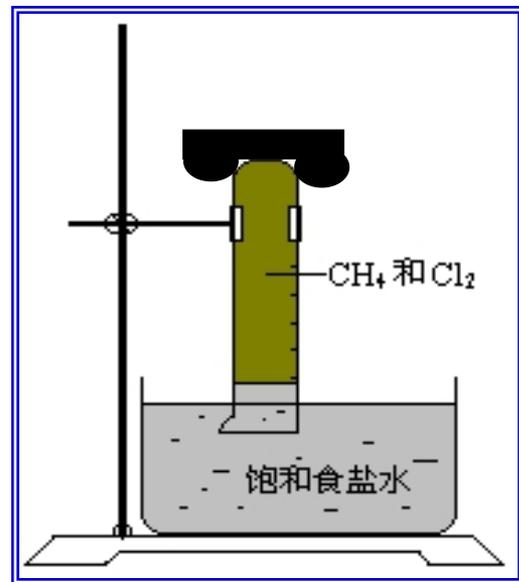
1、甲烷的氯代反应：

1) 实验原理：

2) 反应条件：**光照**

3) 反应装置：

4) 实验现象：



(1) 试管内气体颜色变淡

(2) 油状液体产生 (3) 液面上升 (4) 水槽内有晶体析出

5) 注意点：

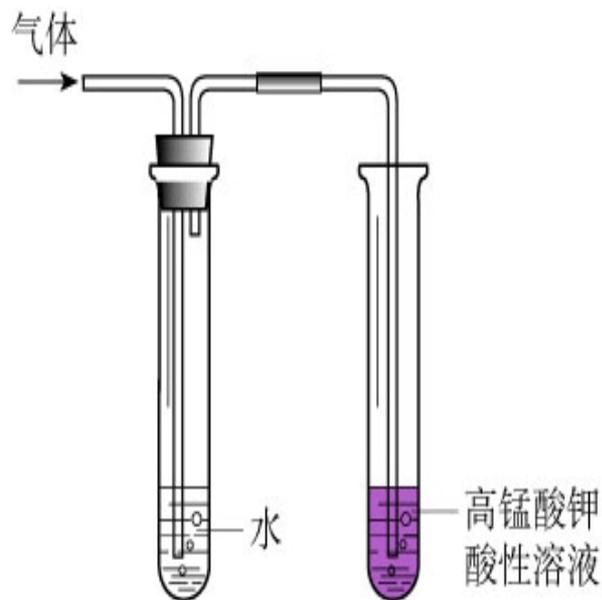
(1) 产物的状态，

(2) 产物不是纯净物。

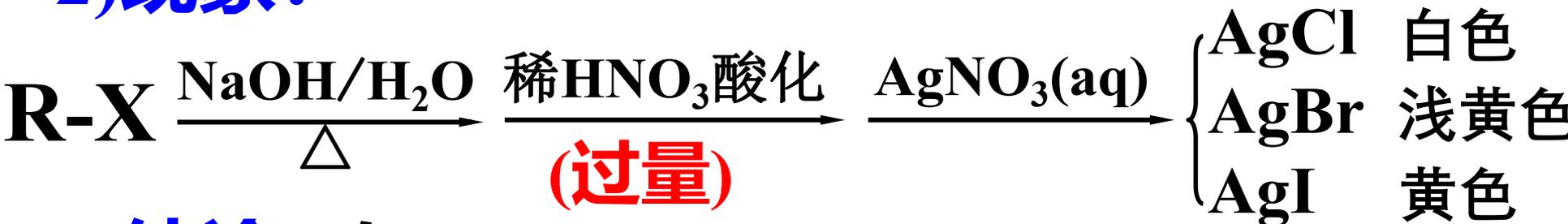
2、卤代烃中卤素原子的检验：

1) 步骤(含试剂)：

- (1) 取少量卤代烃 (溴乙烷) ，
- (2) 加氢氧化钠溶液，
- (3) 充分振荡或加热， (4) 冷却
- (5) **加硝酸酸化**，
- (6) 加硝酸银溶液，



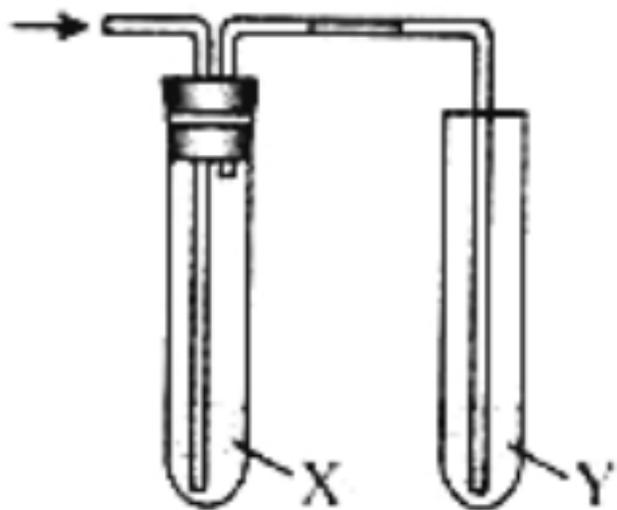
2) 现象：



3) 结论：有 - Cl、 (- Br、 - I) 。

练习：用下图所示装置检验乙烯时**不需要**除杂的是（**B**）

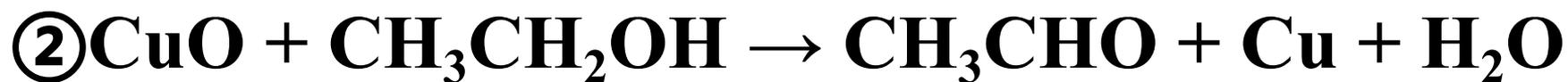
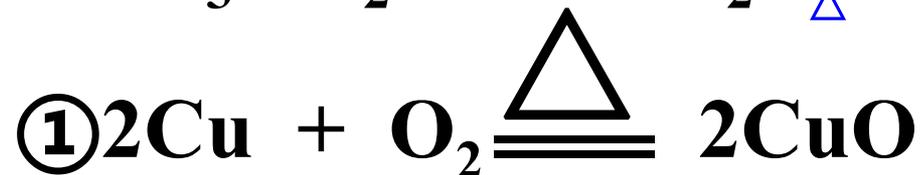
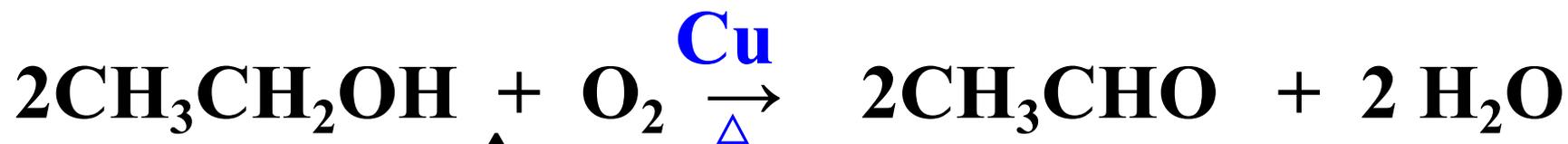
	乙烯的制备	试剂X	试剂Y
A	$\text{CH}_3\text{CH}_2\text{Br}$ 与 NaOH 的乙醇溶液共热	H_2O	KMnO_4 酸性溶液
B	$\text{CH}_3\text{CH}_2\text{Br}$ 与 NaOH 的乙醇溶液共热	H_2O	Br_2 的 CCl_4 溶液
C	$\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$ 与浓硫酸加热加热至 170°C	NaOH 溶液	KMnO_4 酸性溶液
D	$\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$ 170°C	NaOH 溶液	Br_2 的 CCl_4 溶液



除杂装置 检验装置

3、乙醇的催化氧化：

1) 反应原理：

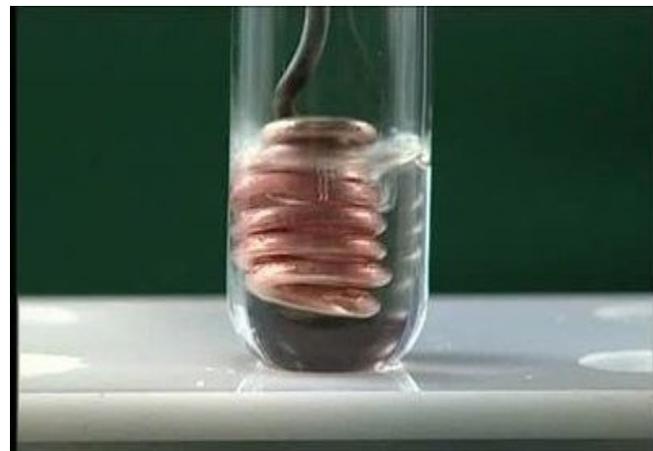


2) 反应条件：(1)加热，(2)铜或银作催化剂。

3) 实验现象：

(1)产生乙醛的刺激性气味。

(2)铜丝由红变黑，又由黑变红。



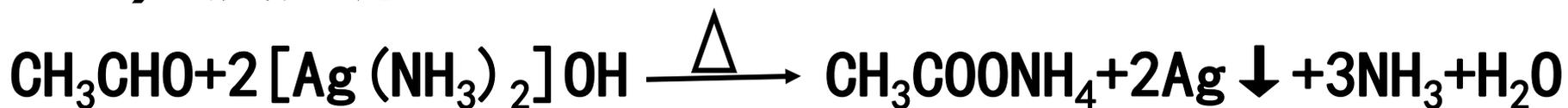
4、有机物的银镜反应：

1) 银氨溶液的制备：

稀AgNO₃溶液中滴加稀氨水至沉淀恰好消失。



2) 反应原理：



3) 反应条件：水浴加热

4) 反应现象：光亮的银镜



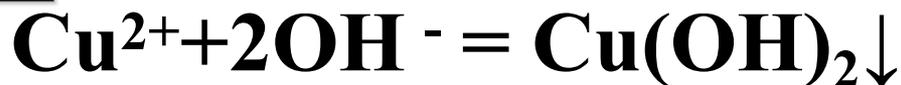
5) 做银镜反应实验的注意事项：

1. 试管内壁必须洁净。
2. 必须用水浴加热，不能用酒精灯直接加热。
3. 加热时不能振荡试管和摇动试管。
4. 银氨溶液现用现配，配制银氨溶液时，氨水不能过多或过少(只能加到最初的沉淀刚好溶解)
5. 实验后，银镜用稀 HNO_3 浸泡，再用水洗。

5、有机物与新制氢氧化铜悬浊液的反应：

1) $\text{Cu}(\text{OH})_2$ 的新制：

过量的 NaOH 溶液中滴加几滴 CuSO_4 溶液。



2) 反应原理：



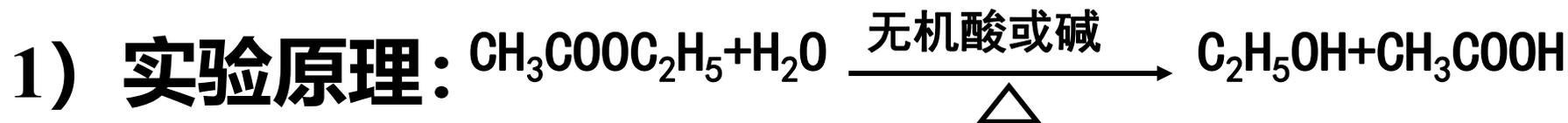
3) 反应条件：直接加热至沸腾

4) 反应现象：产生红色沉淀 - Cu_2O

5) 注意点： $\text{Cu}(\text{OH})_2$ 须新制；碱 NaOH 一定要过量，保证碱性环境；酒精灯直接加热至沸腾。



6、乙酸乙酯的水解：



2) **反应条件：**

(1)水浴加热，(2)无机酸或碱作催化剂，

(3)若加碱不仅是催化剂而且中和水解后

生成的酸使水解平衡正向移动。

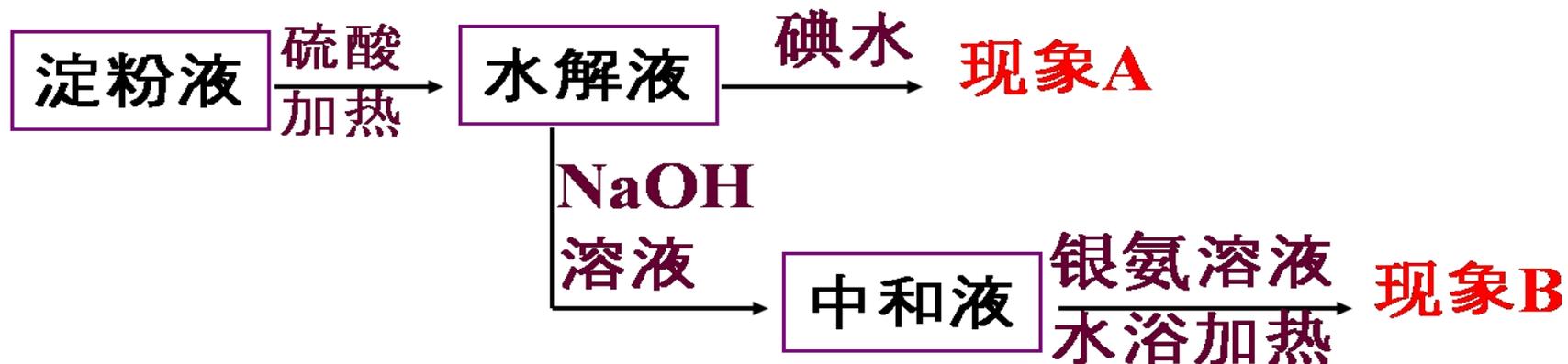
3) **实验现象：**

(1)酯的香味变淡或消失，

(2)酯层变薄或消失使不再分层。

7、淀粉水解程度的检验

1) 实验方案



2) 实验现象及结论

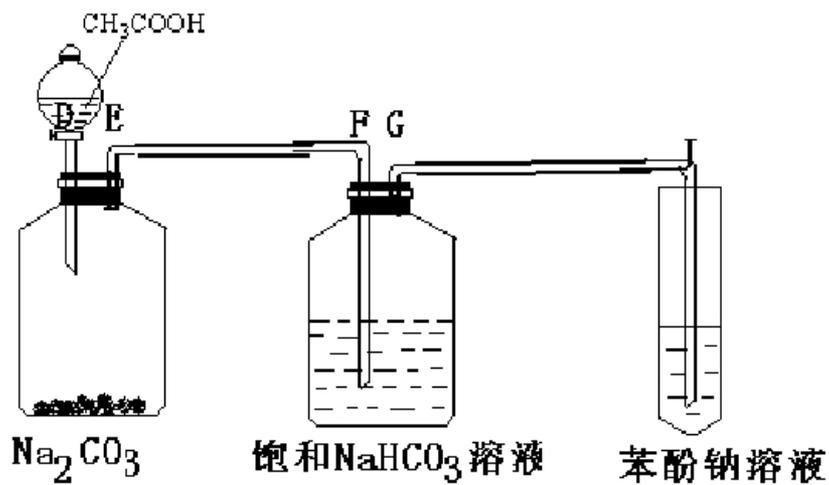
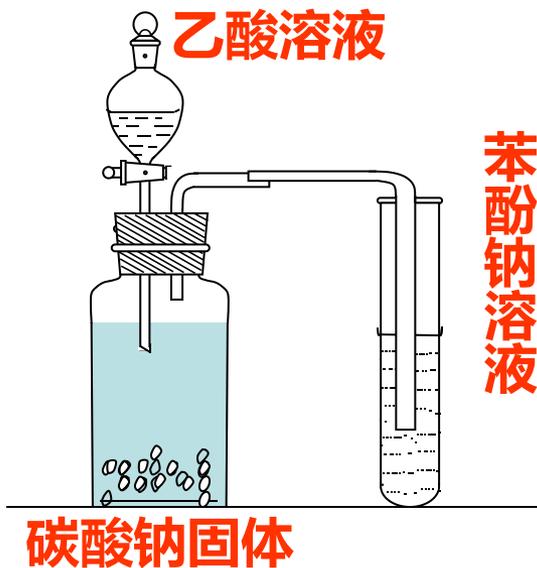
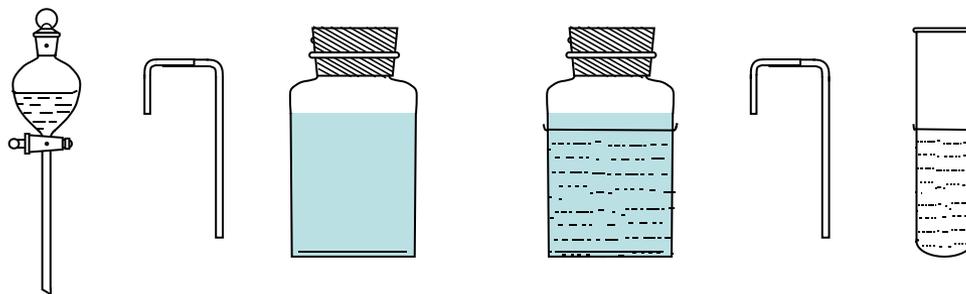
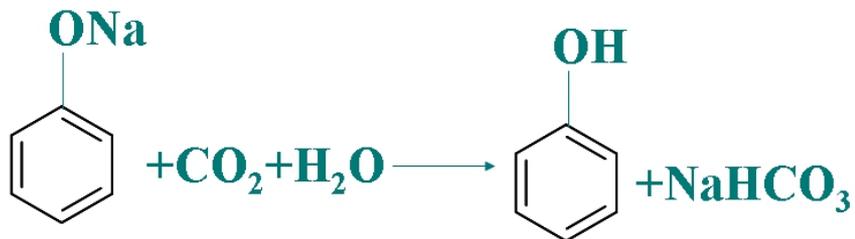
现象		结论
现象A	现象B	
溶液变蓝	无银镜生成	淀粉 没有 水解
溶液变蓝	有银镜生成	淀粉 部分 水解
溶液无现象	有银镜生成	淀粉 完全 水解

3) 注意事项

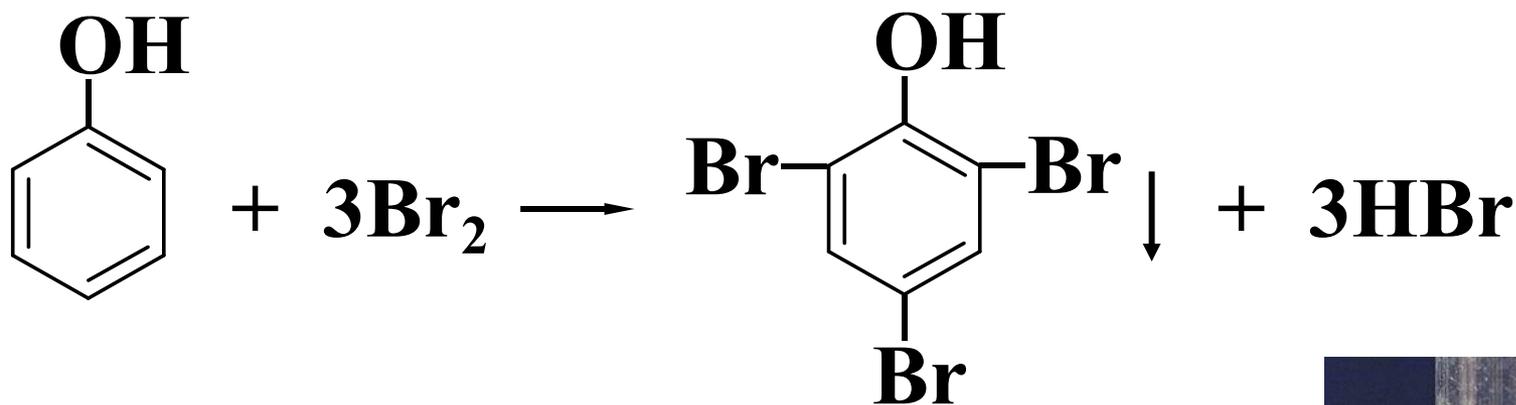
(1)用碘水检验淀粉时，不能在碱性条件下进行，因发生反应 $I_2 + 2OH^- \rightleftharpoons I^- + IO^- + H_2O$ 而使实验失败。

(2)用银氨溶液或新制 $Cu(OH)_2$ 检验水解产生的葡萄糖时必须在碱性条件下进行，因此水解液与检验试剂混合前要用 $NaOH$ 溶液中和水解液中的 H_2SO_4 ，并使溶液呈碱性。

8、酸性： 乙酸>碳酸>苯酚

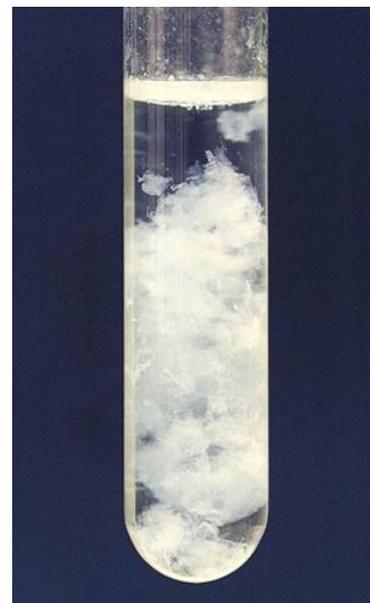


9、苯酚和溴水反应



2,4,6-三溴苯酚

这个反应既不需要加热，也不用催化剂，立即生成白色沉淀。可用于苯酚定性检验和定量测定，但不能用该反应来分离苯和苯酚。



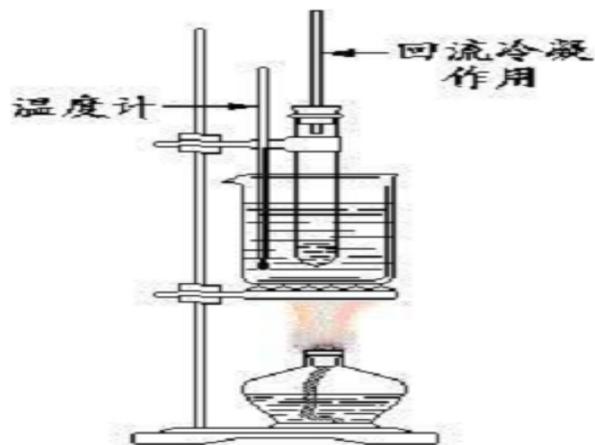
小结：相似实验的比较

(一) 需要水浴加热的实验：

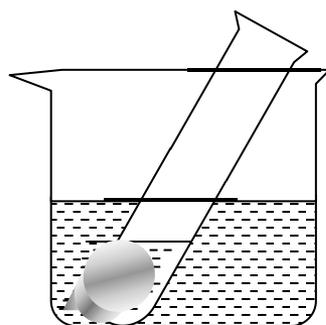
(1) 制硝基苯

(2) 银镜反应

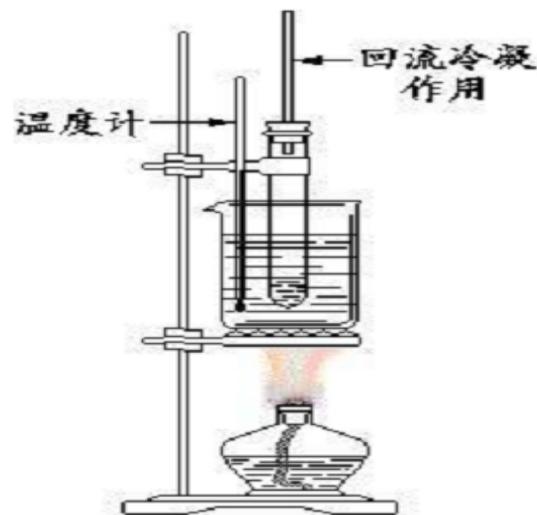
(2) 乙酸乙酯水解



55~60°C



热水浴



70~80°C

(4) 蔗糖（麦芽糖）的水解

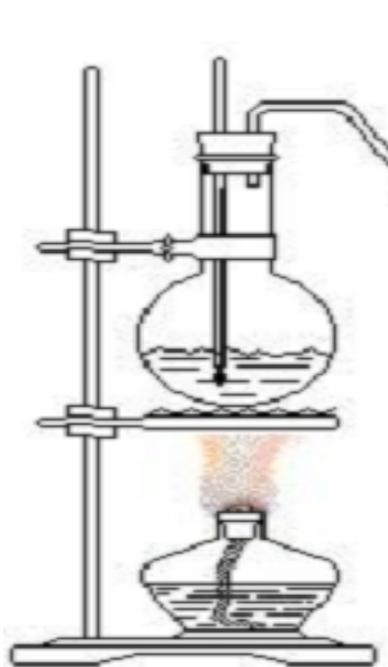
(5) 酚醛树脂的制备

需要直接加热的反应：制乙烯、酯化反应、与新

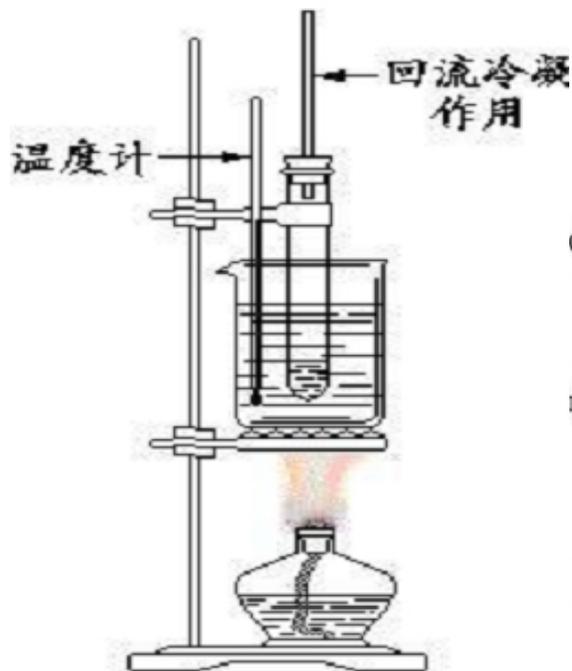
制氢氧化铜悬浊液反应

注：不需要加热的反应：制乙炔、溴苯

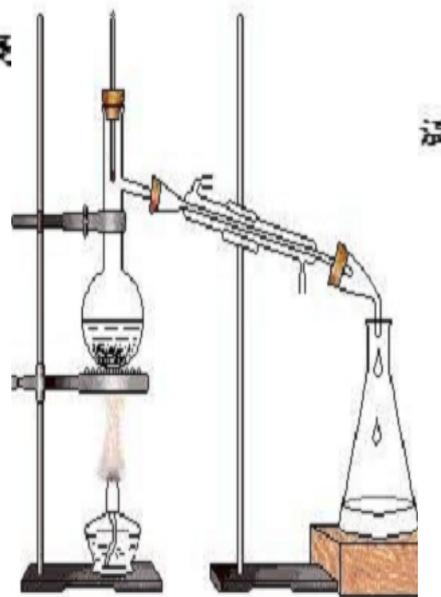
(二)用到温度计的实验及水银球的位置



制乙烯



制硝基苯



石油蒸馏



乙酸乙酯
水解

①实验室制乙烯：

液面以下——测定并控制反应混合液的温度

②实验室制硝基苯：

水浴的水中——测定并控制水浴的温度

③实验室制苯磺酸：

水浴的水中——测定并控制水浴的温度

④石油的分馏：

蒸馏烧瓶的支管处——测定蒸气的温度，控制

各种馏分的沸点范围

⑤溶解度的测定：

溶液之中——测定饱和溶液的温度

⑥乙酸乙酯的水解：

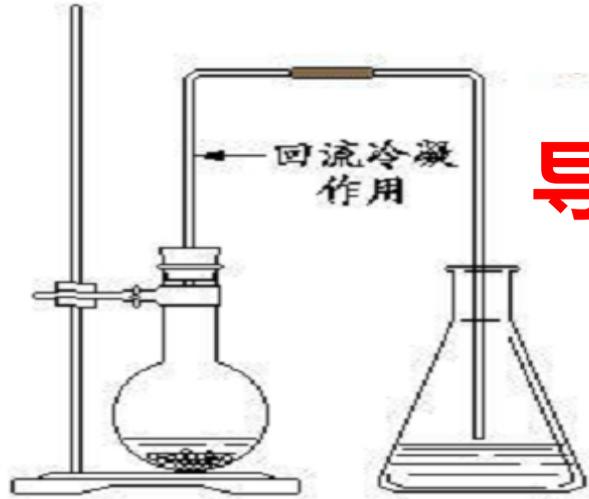
水浴的水中——测定并控制水浴的温度

(三) 使用冷凝装置的实验

- ① 实验室制溴苯：长导管**
- ② 实验室制硝基苯：长导管**
- ③ 实验室制苯磺酸：长导管**
- ④ 石油的分馏：一般的冷凝管**
- ⑤ 实验室制酚醛树脂：长导管**
- ⑥ 制乙酸乙酯：长导管**
- ⑦ 乙酸乙酯的水解：长导管**

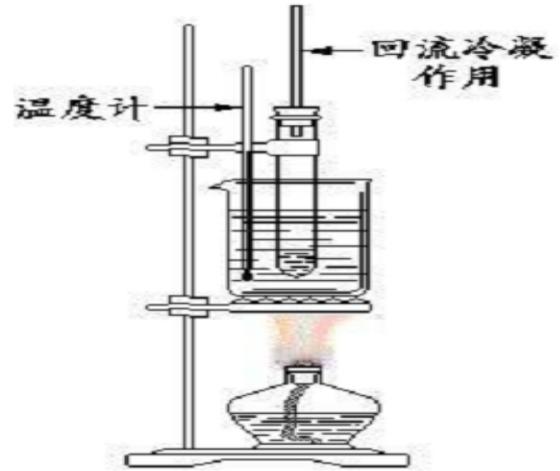
(三)使用冷凝装置的实验

制溴苯



导管冷凝回流

制硝基苯

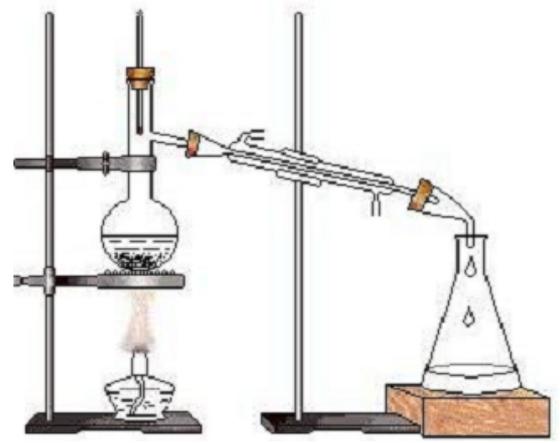


制乙酸乙酯

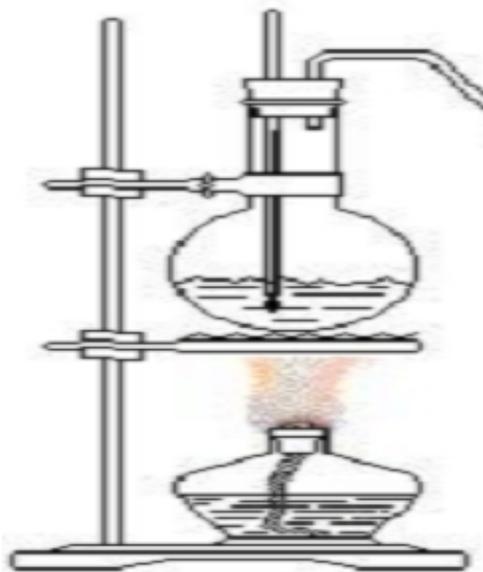


**只冷凝，
不回流**

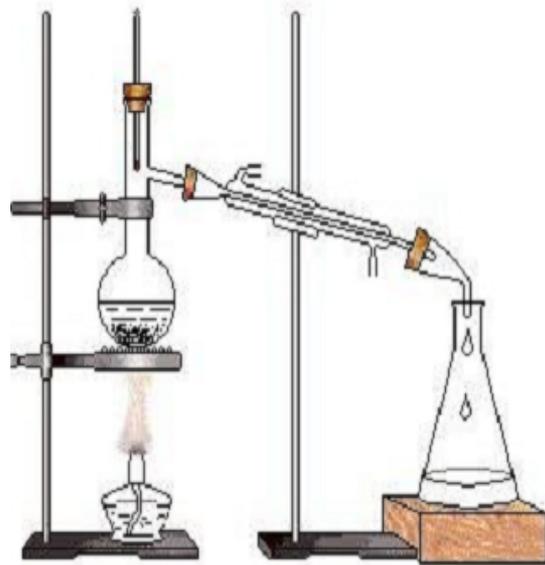
石油蒸馏（冷凝管）



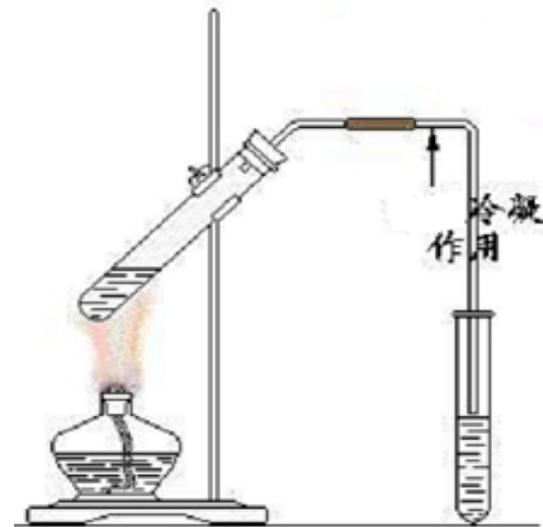
(四)使用碎瓷片或沸石的实验：



①实验室制乙烯



②石油的分馏



③制乙酸乙酯

(五)使用浓硫酸的实验：

- ①实验室制乙烯——催化剂和脱水剂**
- ②实验室制硝基苯——催化剂和吸水剂**
- ③实验室制苯磺酸——反应物**
- ④乙醇分子间脱水制乙醚——催化剂和吸水剂**
- ⑤ 乙酸乙酯的制备——催化剂和吸水剂**
- ⑥ 纤维素的水解——催化剂**

三、有机物的分离提纯

1. 有机物分离提纯的方法

蒸馏（分馏）法、萃取法、（洗涤）分液法、
过滤、洗气法、渗析、盐析、重结晶法

有机物提纯的三种常用方法：

蒸馏（分馏）法、（洗涤）分液法、洗气法、

(1) 洗气法

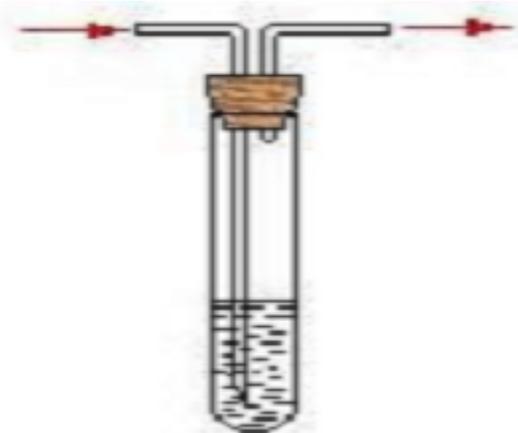
使用范围：用于除去气体中的某些杂质气体，

洗涤剂必须只能吸收杂质气体

除去甲烷中的乙烯、乙炔（溴水）

除去乙烯中的 SO_2 、 CO_2 （ NaOH 溶液）

除去乙炔中的 H_2S 、 PH_3 （ CuSO_4 溶液）



(2) (洗涤) 分液法

用于除去某些液体中的杂质(有时分液前要加入某种试剂使之分层)

除去硝基苯中的残酸 (NaOH溶液)

除去溴苯中的溴 (NaOH溶液)

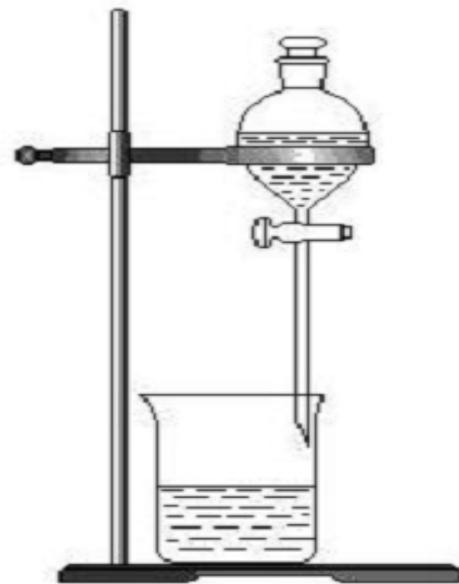
除去乙酸乙酯中的乙酸

—— (饱和碳酸钠溶液)

除去苯中的苯酚 (NaOH溶液)

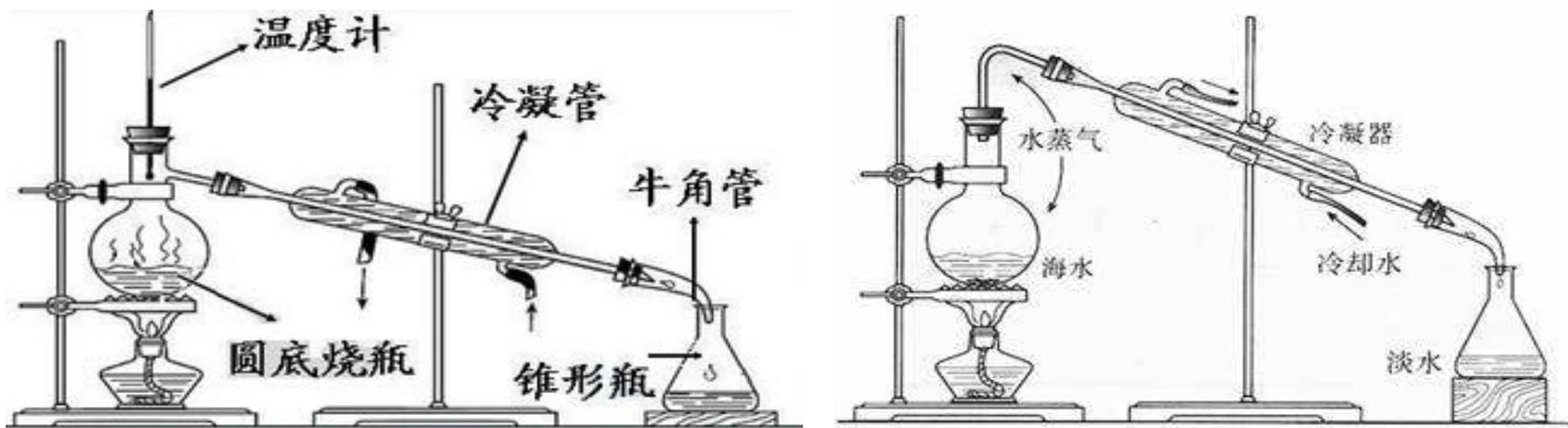
除去苯中的甲苯 (酸性高锰酸钾溶液)

除去苯酚中的苯甲酸 (NaOH溶液通CO₂)



(3) 蒸馏（分馏）

利用沸点的不同对互溶的两种液体的提纯或分离，蒸馏前，有时需加入某种试剂使混合物中的一成分转化成难挥发的物质。

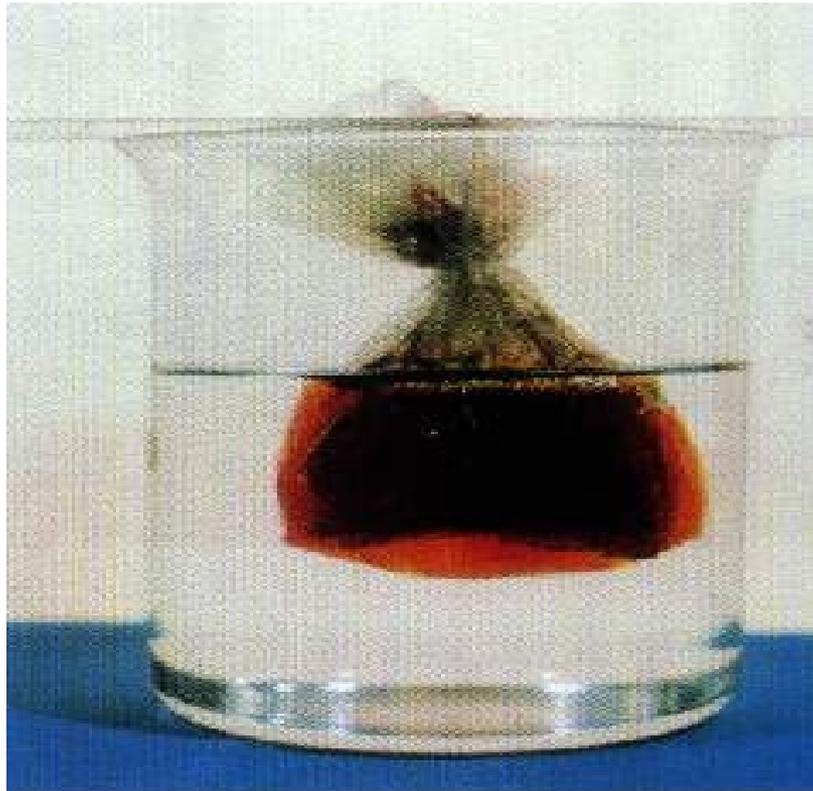


提纯硝基苯、由工业酒精制无水乙醇
从乙酸和乙醇的混合液中分离出乙醇
石油的分馏

(4) 盐析和渗析

盐析： 除去肥皂中的甘油和过量碱

渗析： 除去淀粉中的少量葡萄糖或者NaCl



实例总结1： 物质的分离提纯：

含有杂质的物质	所用试剂	分离方法
乙酸乙酯（乙酸）	饱和 Na_2CO_3 溶液	分液
溴乙烷（乙醇）	蒸馏水	分液
乙醇（NaCl）		蒸馏
苯（苯酚）	NaOH溶液	分液
乙醇（水）	CaO	蒸馏
甲苯（乙醇）	蒸馏水	分液
苯（乙醛）	蒸馏水	分液
乙醇（苯酚）	NaOH溶液	蒸馏

实例总结2： 物质的分离提纯：

含有杂质的物质	所用试剂	分离方法
乙 烯 (SO ₂ 、CO ₂)	NaOH溶液	洗气
乙 炔 (H ₂ S、PH ₃)	硫酸铜溶液	洗气
溴化钠溶液 (碘化钠)	溴的四氯化碳溶液	洗涤—萃取分液
乙醇 (乙酸)	NaOH溶液或碳酸钠溶液等	蒸馏
乙酸 (乙醇)	NaOH溶液、硫酸	蒸发——蒸馏
溴苯 (溴、苯、溴化铁)	蒸馏水、NaOH溶液	洗涤-分液-蒸馏
溴乙烷 (溴)	NaHSO ₃ 溶液	洗涤—分液
硝基苯 (苯、酸)	蒸馏水、NaOH溶液	洗涤-分液-蒸馏
提纯苯甲酸	蒸馏水	重结晶
提纯蛋白质	蒸馏水、浓轻金属盐	盐析/渗析

混合物	试剂	分离方法	主要仪器
苯（苯甲酸）	NaOH溶液	分液	分液漏斗
苯（苯酚）	NaOH溶液	分液	分液漏斗
乙酸乙酯（乙酸）	饱和Na ₂ CO ₃ 溶液	分液	分液漏斗
溴苯（溴）	NaOH溶液	分液	分液漏斗
硝基苯（混酸）	NaOH溶液	分液	分液漏斗
苯（乙苯）	酸性KMnO ₄ 、 NaOH溶液	分液	分液漏斗
乙醛（水）	CaO	蒸馏	蒸馏烧瓶、冷凝管
乙醛（乙酸）	NaOH溶液	蒸馏	蒸馏烧瓶、冷凝管
苯酚（苯甲酸）	NaHCO ₃ 溶液	分液	分液漏斗
肥皂（甘油）	NaCl	盐析、过滤	漏斗、烧杯
淀粉（纯碱）	H ₂ O	渗析	半透膜、烧杯
乙烷（乙烯）	溴水	洗气	洗气瓶

练习1：下列除杂方法中正确的一组是（ D ）

A. 溴苯中混有溴，加入碘化钾溶液后用汽油萃取

B. 乙醇中混有乙酸，加入NaOH溶液后用分液漏斗分液

C. 乙烷中混有乙烯，通过盛有酸性KMnO₄溶液的洗气瓶洗气

D. 苯甲醛中混有苯甲酸，加入生石灰，再加热蒸馏

练习2：将乙醛和乙酸分离的正确方法是

(B)

- A. 加热分馏。**
- B. 先加入烧碱溶液，之后蒸出乙醛，再加入稀硫酸，蒸出乙酸。**
- C. 加入碳酸钠后，通过萃取的方法分离。**
- D. 利用银镜反应进行分离。**

练习3: 为了进行 I 项实验, 从 II 项中选出一种试剂, 从 III 项中选出一种合适的操作方法:

I 实验	II 试剂	III 操作	答案
除去苯中的苯酚	A.CaO	a.分液	D a
除去工业酒精中的水	B.Na ₂ CO ₃ 溶液	b.蒸馏	A b
除去乙酸乙酯中的乙酸	C.NaCl	c.过滤	B a
除去肥皂中的甘油	D.NaOH	d.萃取	C c

四、有机物的检验

1、有机物鉴别常用的方法

(1)有机物的溶解性和密度

①易溶于水：低级醇、醛、羧酸、有机钠盐、乙二醇、丙三醇；

且同系物随碳原子数目增加，溶解性降低；含-OH、-COOH、-CHO数目越多，越易溶于水。

②难溶于水，比水轻：烃、一氯（氟）代物、酯；

③难溶于水，比水重：

大多数卤代烃（溴苯，四氯化碳，溴乙烷等）、硝基苯。

(2)有机物的**燃烧**情况

① 是否可燃：大部分有机物可燃，除**CCl₄**

② 燃烧时产生**黑烟**：

如：区分**乙烷**、**乙烯**和**乙炔**

③ 燃烧气味：

如：区分**蛋白质**和**纤维素**

(3)根据有机物**官能团**性质

常用的检验试剂

水、溴水、 KMnO_4 、新制 $\text{Cu}(\text{OH})_2$ 、银
氨溶液、 NaOH 、 NaHCO_3 、碘水、浓硝
酸、 Fe^{3+}

★官能团性质

物质	试剂
饱和烃和不饱和烃	$\text{Br}_2(\text{CCl}_4)$ 或溴水或 KMnO_4
苯与苯的同系物	KMnO_4
卤代烃	NaOH 水/醇溶液, 酸化, 加 AgNO_3
醇	钠金属
酚	Fe^{3+} 、溴水
醛	新制 $\text{Cu}(\text{OH})_2$ 、银氨溶液
羧酸	石蕊、 NaHCO_3
酯	闻气味、 NaOH 水溶液
淀粉	碘水
蛋白质	灼烧、浓硝酸

2、几种重要有机物的检验

有机物质	使用试剂	现象
烯烃（炔烃）	溴水或酸性高锰酸钾	褪色
苯的同系物（甲苯）	溴水和酸性高锰酸钾	溴水不褪色 酸性高锰酸钾褪色
醇	铜丝	铜丝由黑变红
酚	浓溴水或氯化铁溶液	产生白色沉淀 或溶液变紫色

有机物质	使用试剂	现象
醛	银氨溶液或 新制 $\text{Cu}(\text{OH})_2$	光亮银镜或 红色沉淀
乙酸（羧酸）	紫色石蕊试液 或 NaHCO_3	变红或产生气泡
乙酸乙酯	水；酚酞和氢氧化钠	加热一段时间红色变浅
葡萄糖	新制 $\text{Cu}(\text{OH})_2$	红色沉淀
蛋白质	浓硝酸	变黄
淀粉	碘水	溶液变蓝

练习

1. 下列试剂可将乙酸、苯酚、己烯、甲苯4种无色液体区分开的是 (**B**)

A FeCl_3 溶液 B 溴水 C NaOH 溶液 D Na

2. 下列各组有机物只用一种试剂无法鉴别出的是 (**D**)

A 甲酸、乙醛、乙酸 B 苯、苯酚、己烯

C 乙醇、甲苯、硝基苯 D 甲苯、苯、环己烷

3. 下列说法正确的是 (**D**)

A 用苯、液溴、 FeCl_3 制取溴苯

B 用溴水和丙烯醛反应制备 $\text{CH}_2\text{BrCHBrCHO}$

C 用溴的 CCl_4 溶液可除去乙烷中的乙烯

D 用溴水无法判断甲苯中是否含有苯酚

4. 下列鉴别方法不可行的是 (**D**)

A 用水鉴别乙醇、甲苯、溴苯

B 用燃烧法鉴别乙醇、苯和四氯化碳

C 用 Na_2CO_3 溶液鉴别乙醇、乙酸和乙酸乙酯

D 用酸性高锰酸钾溶液鉴别苯、环己烷和环己烯

E 用新制 $\text{Cu}(\text{OH})_2$ 悬浊液 (可加热) 鉴别乙醇、乙酸和乙醛

5. 可以把5种无色溶液: 乙醇、苯酚、 AgNO_3 溶液、 KOH 溶液、硫氢酸一一区分的试剂是 (**B**)

A 新制 $\text{Cu}(\text{OH})_2$ 悬浊液 B FeCl_3 溶液

C BaCl_2 溶液 D 酸性 KMnO_4 溶液

6. 下列实验能够获得成功的是 (**A**)

A 用溴水鉴别苯、 CCl_4 、苯乙烯

B 加浓溴水，然后过滤可除去苯中混有的少量己烯

C 苯、溴水、铁粉混合可制溴苯

D 用分液漏斗分离二溴乙烷和二甲苯

7. 下列实验能够获得成功的是 (**D**)

A 用酸性 KMnO_4 溶液鉴别乙烯和乙炔

B 用稀硫酸、稀硝酸和苯混合加热制备硝基苯

C 苯和硝基苯混合物采用分液的方法分离

D 用 CuSO_4 溶液除去由电石和水反应生成的乙炔气体的杂质

3、卤代烃中卤素原子的检验：

1)步骤(含试剂)：

- (1)取少量卤代烃 (溴乙烷) ，
- (2)加氢氧化钠溶液，
- (3)充分振荡或加热， (4)冷却
- (5)加硝酸酸化，
- (6)加硝酸银溶液，

2)现象：若产生白色(淡黄色、黄色)沉淀。

3)结论：有 - Cl、 (- Br、 - I) 。

4、烯醛中碳碳双键的检验：

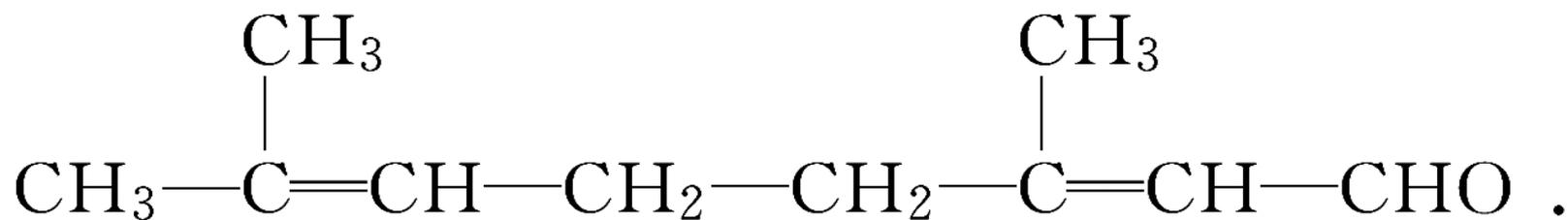
(1) 若是纯净的液态样品（无水）：

取样—加入溴的四氯化碳溶液—若褪色即可证明

(2) 若是水溶液：

取样—加入足量的银氨溶液或新制氢氧化铜悬浊液，加热—冷却（过滤）—加入硝酸酸化，再加入溴水—若褪色即可证明

例. 柠檬醛的结构简式为：



请设计实验证明柠檬醛的分子结构中含有醛基和碳碳双键.

(1) 检验柠檬醛分子结构中含有醛基的方法是_____ ,

有关反应的化学方程式为_____.

(2) 检验柠檬醛分子结构中含有碳碳双键的方法是

_____ ,
有关反应的化学方程式为_____.

5、二糖或多糖水解产物的检验：

—若二糖或多糖是在稀硫酸作用下水解

检验方法： 取样，加稀硫酸加热一定时间—**向水解液中加入足量NaOH溶液中和至碱性**—**再加入银氨溶液或新制氢氧化铜悬浊液，加热，观察现象**

6、溶解在苯中的苯酚的检验：

检验方法： 取样，**向试样中加入 NaOH溶液**—**振荡，静置分液**—**向水溶液中加入盐酸酸化，再滴入几滴氯化铁溶液（饱和溴水）**—**若溶液呈紫色（产生白色沉淀）即可证明。**

练习1：如何鉴别甲酸、乙酸、乙醇、乙醛四种无色溶液。

练习2：只用水就能鉴别的一组物质是(**A**)

- A 苯、乙酸、四氯化碳
- B 乙醇、乙醛、乙酸
- C 乙醛、乙二醇、硝基苯
- D 苯酚、乙醇、甘油

练习3：鉴别盛放在不同试管中的苯乙烯、甲苯、苯酚溶液、丙烯酸溶液，可选用的试剂是(C)

A. 氯化铁溶液 溴水 B. 高锰酸钾溶液 氯化铁溶液
C. 溴水 碳酸钠溶液 D. 高锰酸钾溶液 溴水

练习4：可以将六种无色液体： C_2H_5OH 、 $AgNO_3$ 溶液， C_2H_5Br 、 KI 溶液， C_6H_5OH 溶液， C_6H_6 一一区分开的试剂是(A)

A. $FeCl_3$ 溶液 B. 溴水
C. 酸性高锰酸钾溶液 D. $NaOH$ 溶液

练习5：下列化学实验能够获得成功的是(A)

A)只用溴水为试剂,可以将苯、乙醇、己烯、四氯化碳四种液体区分开来。

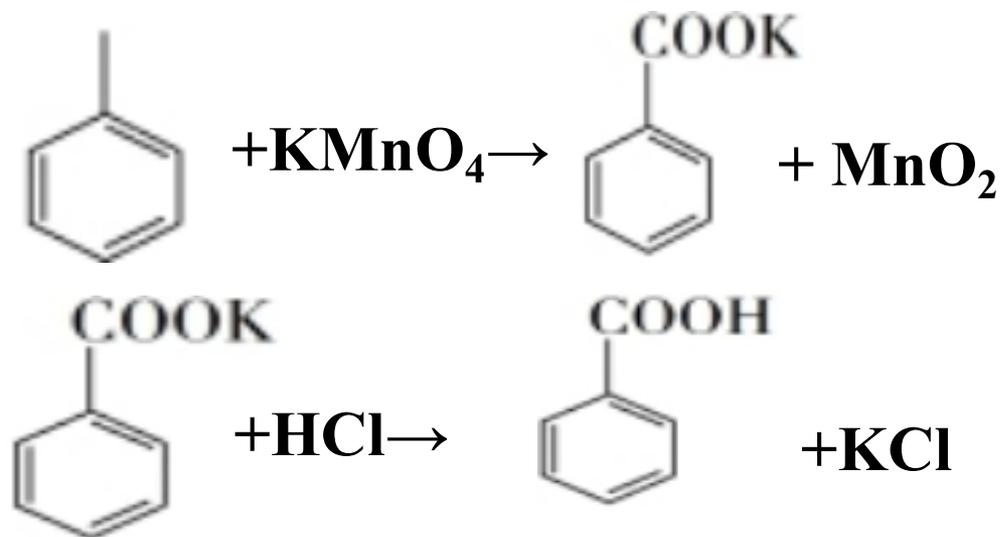
B)将无水乙醇加热到 170°C 时,可以制得乙烯

C)苯酚、浓盐酸和福尔马林在沸水浴中加热可以制取酚醛树脂。

D)乙醇、冰醋酸和 2 mol/L 的硫酸混合物,加热可以制备乙酸乙酯。

五、经典真题

1. (2020国II) 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	相对分子质量	熔点/ $^{\circ}\text{C}$	沸点/ $^{\circ}\text{C}$	密度/ $(\text{g}\cdot\text{mL}^{-1})$	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 $^{\circ}\text{C}$ 左右开始升华)	248	—	微溶于冷水，易溶于乙醇、热水

实验步骤:

- (1)在装有温度计、冷凝管和搅拌器的三颈烧瓶中加入1.5 mL甲苯、100 mL水和4.8 g(约0.03 mol)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1.0 g。
- (3)纯度测定:称取0.122 g粗产品,配成乙醇溶液,于100 mL容量瓶中定容。每次移取25.00 mL溶液,用0.01000 mol·L⁻¹的KOH标准溶液滴定,三次滴定平均消耗21.50 mL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. 100 mL B. 250 mL C. 500 mL D. 1000 mL
- (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_____ (填标号)。
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。

1.【答案】B 球形 无油珠说明不溶于水的甲苯已经被完全氧化 除去过量的高锰酸钾，避免在用盐酸酸化时，产生氯气 $2\text{MnO}_4^- + 5\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 + 6\text{H}^+ = 2\text{Mn}^{2+} + 10\text{CO}_2\uparrow + 8\text{H}_2\text{O}$ MnO_2 苯甲酸升华而损失 86.0% C 重结晶

【解析】(1) 加热液体，所盛液体的体积不超过三颈烧瓶的一半，三颈烧瓶中已经加入100m的水，1.5mL甲苯，4.8g高锰酸钾，应选用250mL的三颈烧瓶；

(2) 为增加冷凝效果，在反应装置中宜选用球形冷凝管，当回流液中不再出现油珠时，说明反应已经完成，因为：没有油珠说明不溶于水的甲苯已经完全被氧化；

(3) 高锰酸钾具有强氧化性，能将Cl⁻氧化。加入适量的饱和亚硫酸氢钠溶液是为了除去过量的高锰酸钾，避免在用盐酸酸化时，产生氯气；该步骤亦可用草酸处理，生成二氧化碳和锰盐，离子方程式为： $5\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 + 2\text{MnO}_4^- + 6\text{H}^+ = 2\text{Mn}^{2+} + 10\text{CO}_2\uparrow + 8\text{H}_2\text{O}$ ；

(4) 由信息甲苯用高锰酸钾氧化时生成苯甲酸钾和二氧化锰，“用少量热水洗涤滤渣”一步中滤渣的主要成分是： MnO_2 ；

(5) 苯甲酸100°C时易升华，干燥苯甲酸时，若温度过高，苯甲酸升华而损失；

(6) 由关系式 $\text{C}_6\text{H}_5\text{COOH} \sim \text{KOH}$ 得，苯甲酸的纯度为：

$$\frac{0.01000\text{molL}^{-1} \times 21.50 \times 10^{-3}\text{L} \times \frac{100}{25} \times 122\text{g}\cdot\text{mol}^{-1}}{0.122\text{g}}$$

$\times 100\% = 86.0\%$ ；1.5mL甲苯理论上可得到苯甲酸的质量：

$$\frac{1.5\text{mL} \times 0.867\text{g}\cdot\text{mL}^{-1}}{92\text{g}\cdot\text{mol}^{-1}} \times 122\text{g}\cdot\text{mol}^{-1}$$

=1.72g，产品的产率为

$$\frac{1\text{g} \times 86\%}{1.72\text{g}}$$

$$1.72\text{g}$$

$\times 100\% = 50\%$ ；

(7) 提纯苯甲酸可用重结晶的方法。