

课本实验再回顾及拓展

教材实验装置再现（学生实验）

一、过滤

1、仪器：漏斗、玻璃棒、烧杯、铁架台（带铁圈）。

2、注意事项：① 操作中注意一贴、二低、三靠。

一贴：滤纸紧贴漏斗内壁。

二低：滤纸边缘低于漏斗口；液面低于滤纸边缘。

三靠：烧杯口靠玻璃棒；玻璃棒靠三层滤纸；漏斗尖嘴靠烧杯内壁。

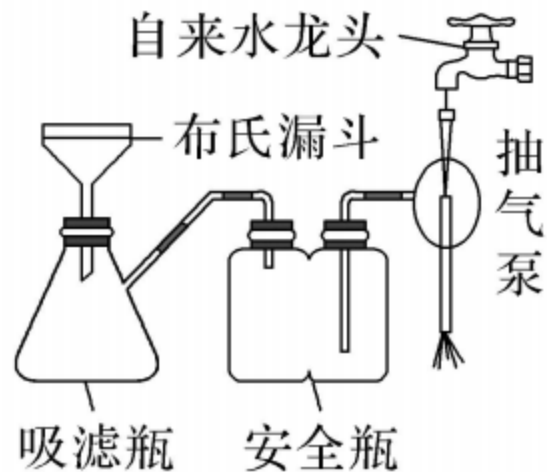
② 若一次过滤后仍浑浊可重复过滤。

③ 玻璃棒要靠在滤纸的三层处。



过滤

十四、抽滤（也称减压过滤）



整合必备知识

过滤装置的拓展创新

物质分离提纯常用的物理方法



过滤

主要仪器：漏斗（带滤纸）、玻璃棒、烧杯等

适用范围：把不溶性 **固体** 和液体进行分离，如粗盐提纯中除去不溶性杂质

注意事项：

① **贴**

滤纸 紧贴漏斗内壁

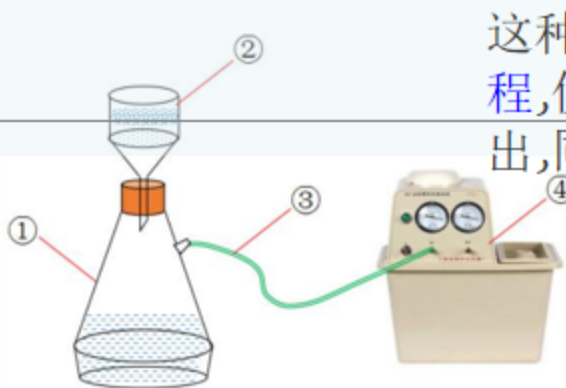
② **低**

滤纸边缘应略低于 **漏斗边缘**，
液面应略低于 **滤纸边缘**

③ **靠**

烧杯口紧靠玻璃棒；玻璃棒下端紧靠 **三层滤纸** 处；
漏斗下端颈尖紧靠 **烧杯内壁**

当停止吸滤时，需先拔掉连接吸滤瓶和泵的橡皮管，再关掉真空泵，以防止液体回流至真空泵中造成损坏。

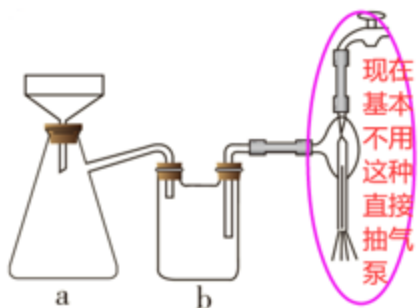
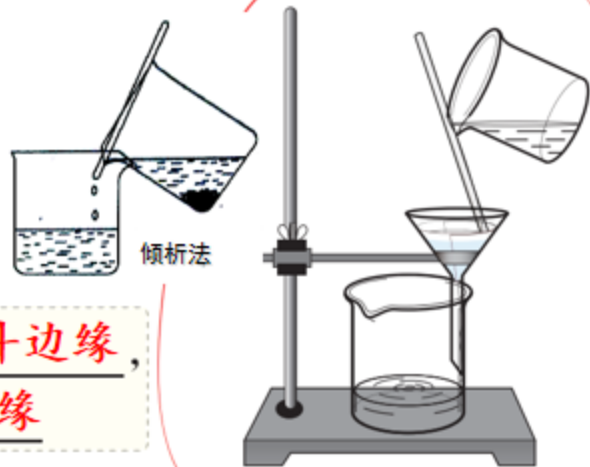
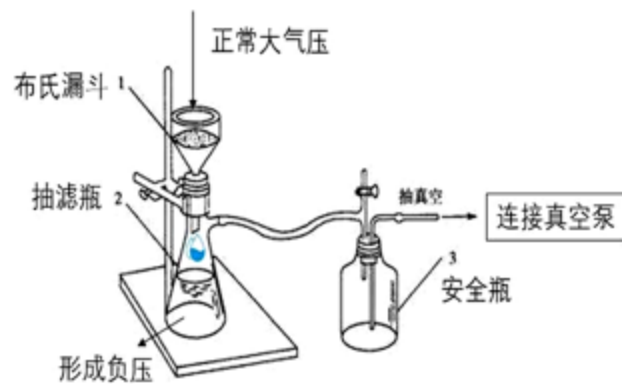


这种负压环境可以加速过滤过程，使得液体更快地通过滤纸流出，同时使沉淀物更加干燥。

减压过滤 (抽滤)



减压过滤法适用于大多数固体与液体的分离，但不宜用于过滤胶状沉淀和颗粒太小的沉淀。因为胶状沉淀易穿透滤纸，而颗粒太小的沉淀易在滤纸上形成一层密实的沉淀层，阻碍溶液的透过。



知识更新: 趁热过滤

【拓展补充】

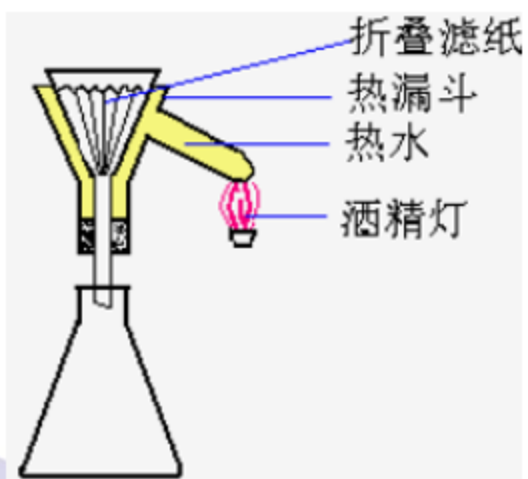
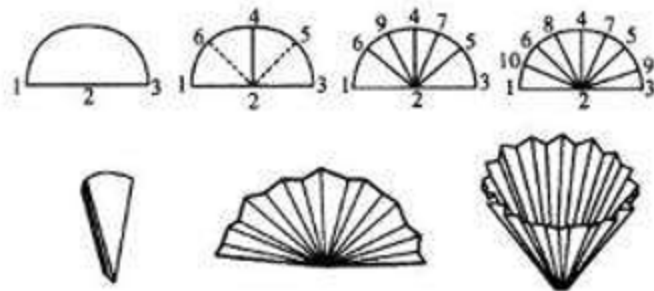
使过滤液 **保持在较高的温度下**，将不溶物或已析出的晶体过滤除去，以防溶液中溶质以晶体形式析出。

措施1: 漏斗事先进行预热

措施2: 使用保温漏斗



注意: 热过滤时一般不用玻璃棒引流，以免加速降温；接受滤液的容器内壁不要贴紧漏斗颈，以免滤液迅速冷却析出晶体，堵塞漏斗口。



热过滤操作示意图

放入玻璃漏斗和菊花形滤纸一起加热



注意滤纸的折叠方法及操作要领 (包括漏斗的预热、滤纸的热水润湿等)

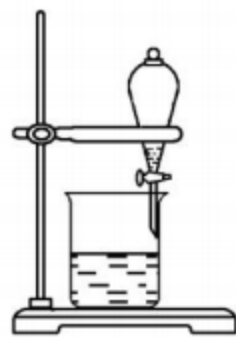


二、萃取、分液

1、主要仪器：分液漏斗、烧杯、铁架台（带铁圈，这不是玻璃仪器）

2、注意事项：

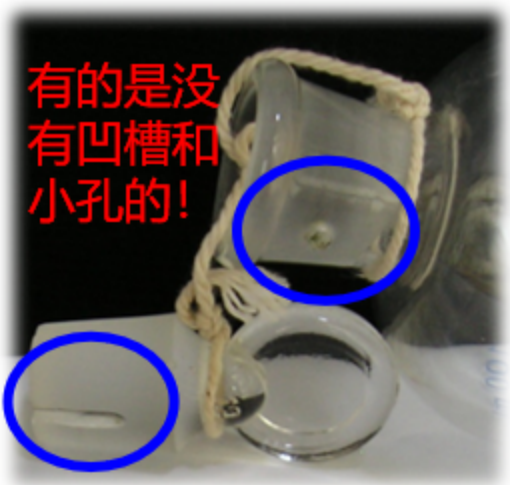
- ①查漏：关闭分液漏斗活塞，加水静置，检查活塞、上口塞是否漏水。
- ②加液：将待萃取溶液和萃取剂依次倒入分液漏斗，总体积不超过容积三分之二。
- ③振荡萃取：盖紧上口玻璃塞，右手压住瓶塞，左手握住活塞，倒置漏斗反复振荡；
适时放气（漏斗下口朝上，打开活塞排出气体）。
- ④静置分层：将漏斗置于铁圈上，静置至液体清晰分层。
- ⑤分液：取下上口塞（或使塞上凹槽对准漏斗上口小孔，连通大气）；打开活塞，
下层液体从下口放出，上层液体从上口倒出。



分液

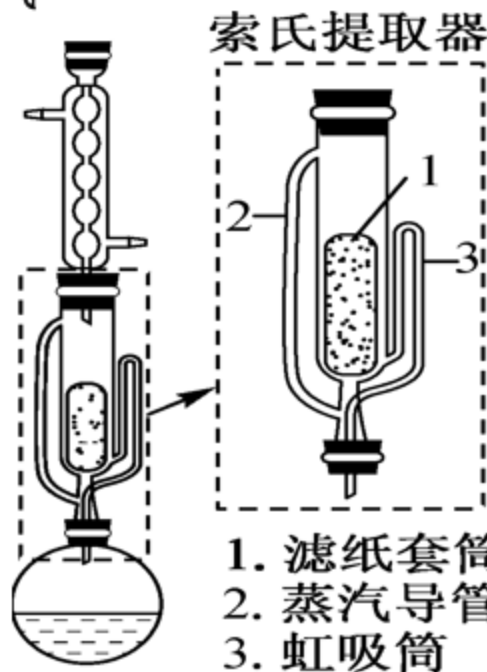
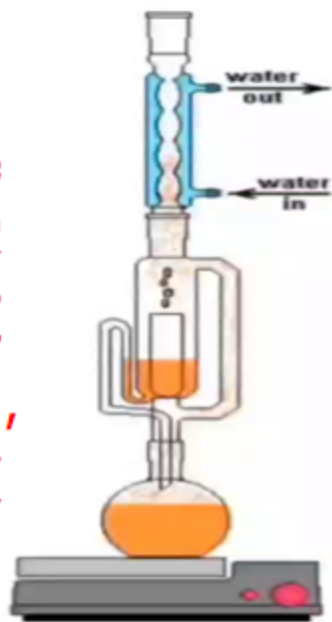


放气



凹槽、小孔

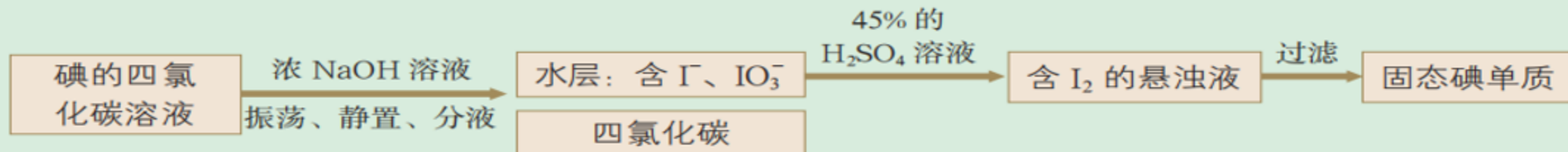
采用索氏提取器的优点：使用溶剂少，可连续萃取（萃取效率高），2019年高考考过



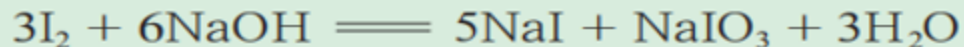
1. 滤纸套筒
2. 蒸汽导管
3. 虹吸管

用反萃取法将碘单质从碘的四氯化碳溶液中提取出来

在“海带提碘”的实验中，通常以四氯化碳为萃取剂对碘单质进行萃取、富集。那么，如何将碘单质从碘的四氯化碳溶液中提取出来呢？要解决这一问题，可以采用反萃取法，具体步骤如下：



碘单质与浓 NaOH 溶液发生的反应为：



像这种将富集在四氯化碳中的碘单质利用化学转化法重新富集在水中的方法即为反萃取法。

萃取和反萃取，在化工流程题中考查较多

三、蒸馏

1、主要仪器

蒸馏烧瓶、温度计、直形冷凝管、牛角管（尾接管）、锥形瓶、酒精灯、陶土网、铁架台

2、注意事项

①加料：向蒸馏烧瓶加入待蒸馏液体，液体体积占容器三分之一至三分之二。

②温度计的水银球在蒸馏烧瓶的支管口处，测定馏分沸点。

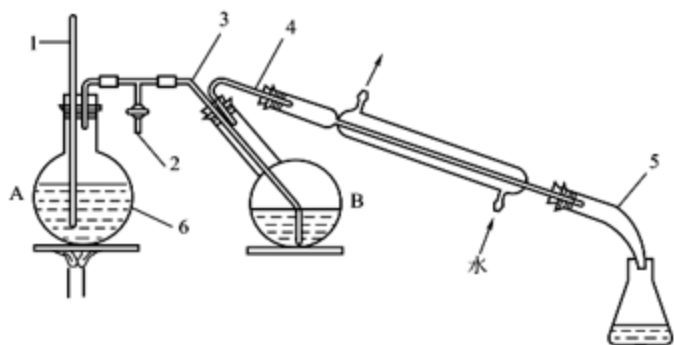
③沸石（或碎瓷片）必须在加热前加入，防止暴沸；

中途停止蒸馏，补加沸石需冷却至室温。蒸馏烧瓶需垫陶土网。

④实验开始时应先通冷凝水，后加热，冷凝水始终下进上出。

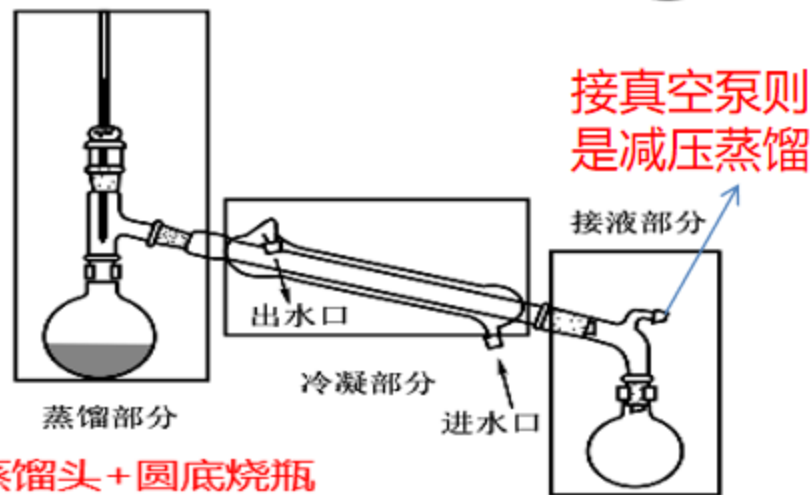
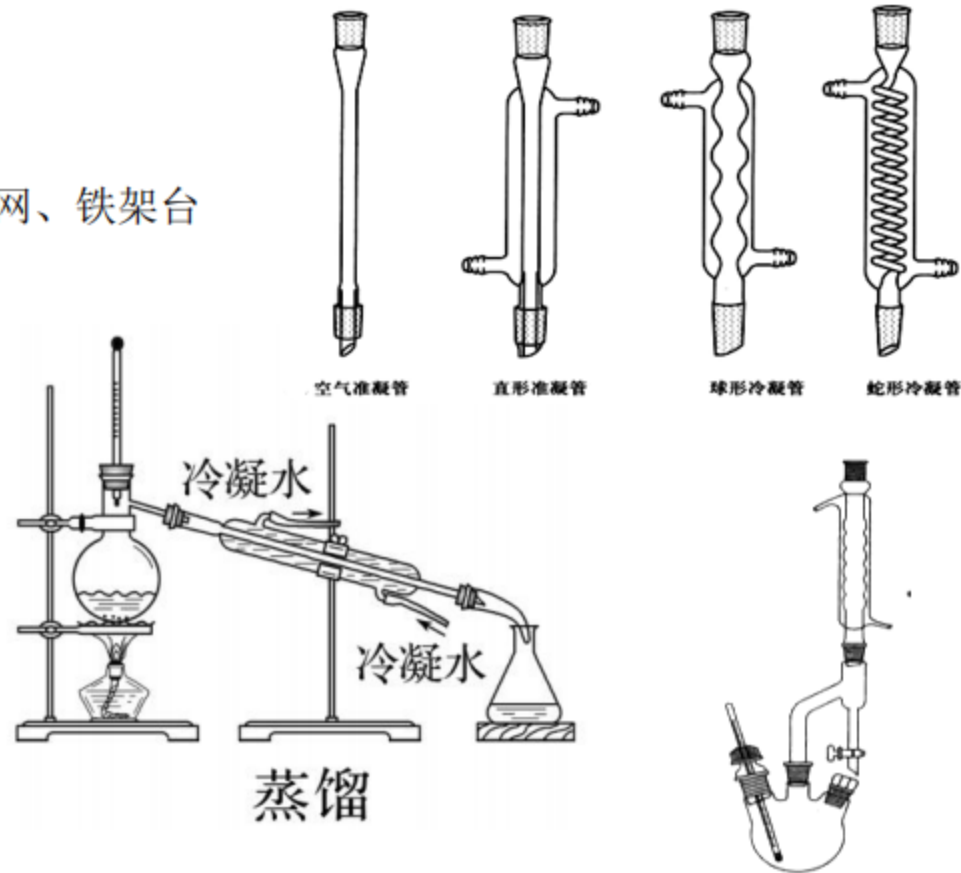
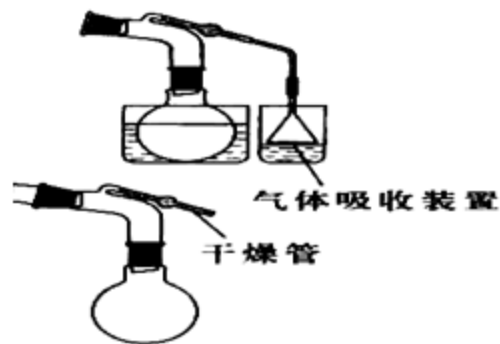
⑤如果是几种馏分，蒸馏时要注意各馏分的沸点差距（题给信息）。

⑦结束操作：停止加热→关闭冷凝水→拆卸装置（从上到下），清洗仪器。



1—安全管；2—螺旋夹；3—水蒸气导入管；4—馏出液导出管；5—接液管；6—水蒸气发生器。

图 2-3 水蒸气蒸馏装置图



四、蒸发

1、常用仪器

铁架台（带铁圈）、蒸发皿、玻璃棒、酒精灯、坩埚钳、烧杯

2、实验注意事项

- ①溶液体积不超过蒸发皿容积的 $\frac{2}{3}$ ，防止沸腾溅出。
- ②全程用**玻璃棒**不断搅拌，使液体受热均匀，防止局部过热导致液滴飞溅。
- ③当蒸发皿中出现较多固体时，立即熄灭酒精灯，利用余热蒸干剩余液体；
严禁直接蒸干，避免固体受热分解、飞溅或粘连。
- ④热的蒸发皿不能直接放在实验台（烫坏台面），需用坩埚钳取下，放置在陶土网上冷却。



能力拓展提升

【拓展补充】

蒸发结晶 获得单一稳定的溶质

以 KNO_3 和 NaCl 混合物提纯为例:

主要仪器: 酒精灯、蒸发皿、玻璃棒等

适用范围: 蒸发是将溶剂汽化、溶液浓缩的方法;

结晶是溶质从溶液中析出的过程

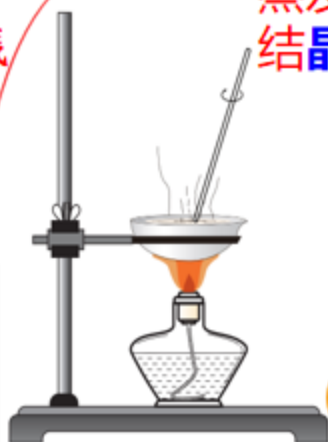
注意事项:

蒸发结晶——温度对溶解度影响不大的物质
降温结晶——温度对溶解度影响较大的物质

① 加热蒸发皿使溶液蒸发时, 要用玻璃棒不断搅拌, 防止由于局部温度过高, 造成液体飞溅

② 当蒸发皿中出现较多固体时, 即停止加热, 利用余热蒸干

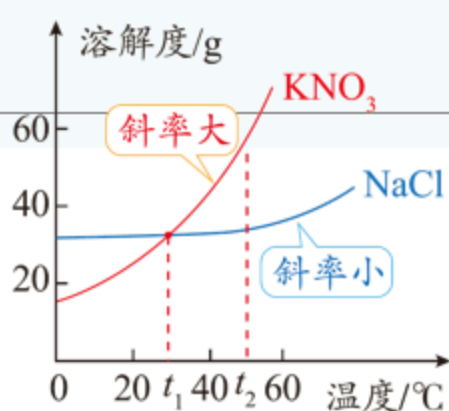
③ 液体不超过蒸发皿容积的 $\frac{2}{3}$



蒸发至溶液表面出现结晶膜即停止加热

分离方法: 各种结晶, 而提纯方法: 重结晶 (再结晶)

多种溶质混合获得溶解度变化小的 $[\text{NaCl}(\text{多})$ 和 $\text{KNO}_3(\text{少})$ 混合溶液中获得 NaCl]



获得易氧化、易分解、含结晶水的溶质 (如: 莫尔盐中) 获得 $[(\text{NH}_4)_2\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}]$

根据溶解度曲线可知

蒸发部分溶剂, 因高温时硝酸钾溶解度很大, 不会析出

① 除去 KNO_3 中的少量 NaCl 可蒸发浓缩、降温结晶

蒸发浓缩、冷却结晶、过滤、洗涤、干燥
降温后, 硝酸钾溶解度减小, 结晶析出, 氯化钠溶解度变化不大, 留在溶液中

被提纯的物质: 溶解度随温度变化较大

杂质: 溶解度随温度变化较小

蒸发走大部分溶剂, 氯化钠大量析出

② 除去 NaCl 中的少量 KNO_3 , 可蒸发结晶、趁热过滤

蒸发浓缩(结晶)、趁热过滤、洗涤、干燥
防止冷却后硝酸钾析出

被提纯的物质: 溶解度随温度变化较小

杂质: 溶解度随温度变化较大

五、灼烧

1、常用仪器

酒精灯、三脚架、泥三角、坩埚、坩埚钳

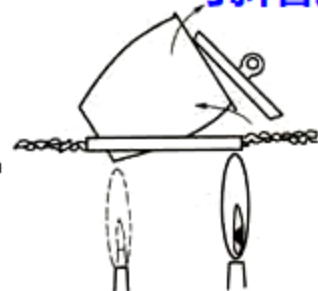
2、注意事项

- ①把坩埚放在三脚架上的泥三角上直接加热；
- ②取、放坩埚应用坩埚钳，融化 NaOH 或 Na_2CO_3 等碱性物质时用铁坩埚。
- ③灼烧过的坩埚冷却时，应放在陶土网上，盖好盖，再放入干燥箱中冷却。



灼烧

坩埚可正着放，也可斜着放



(2) 炭化 (1) 烘干

六、溶液配制

实验室欲用 $0.0100 \text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$ 的 $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 溶液，通过反应： $\text{I}_2 + 2\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 = 2\text{NaI} + \text{Na}_2\text{S}_4\text{O}_6$ ，测定海带中碘元素的含量。

容积精确的仪器，如容量瓶。容量瓶有不同的规格，常用的有 50 mL、100 mL、250 mL、500 mL 和 1 000 mL 等几种。

100 mL $0.0100 \text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$ $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 溶液的配制

1、实验仪器：100mL 容量瓶、烧杯、胶头滴管、玻璃棒、托盘天平、量筒、药匙

2、实验步骤：称量→溶解→冷却→移液→振荡→洗涤→定容→摇匀

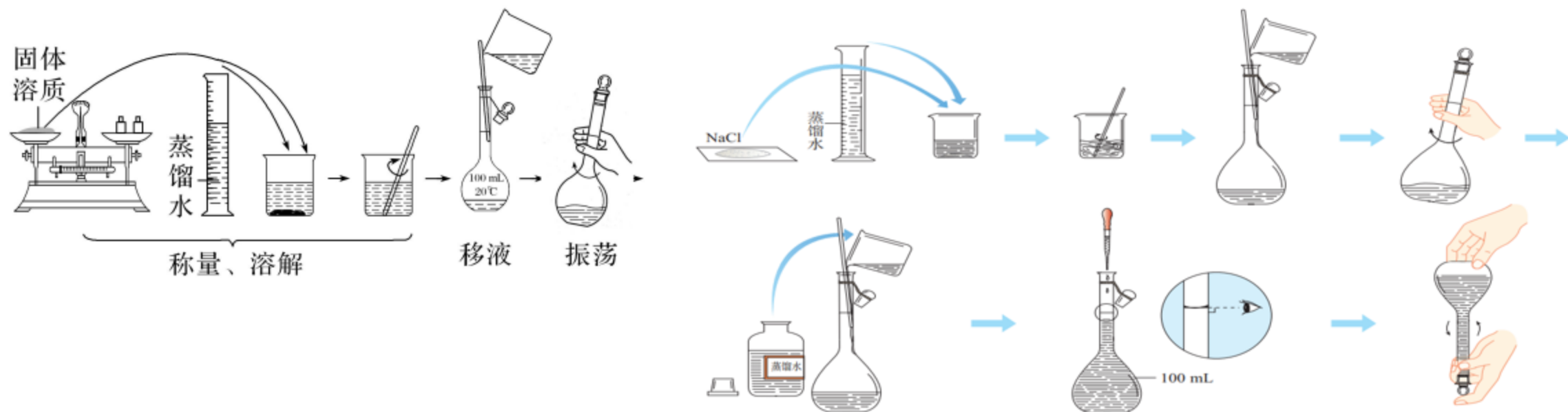


图 2-26 配制一定物质的量浓度的 NaCl 溶液过程示意图

① 为了与容量瓶的精度相匹配，称量固体时应使用分析天平。考虑到学校的实际情况，本实验可暂用托盘天平或普通电子天平代替。

七、酸碱中和滴定

实验室欲用 $0.0100 \text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$ 的 $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 溶液滴定上述实验 1 中提取出的碘水，

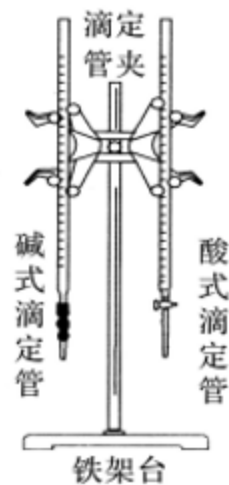
1、实验仪器：

铁架台、滴定管夹、酸式滴定管、碱式滴定管、锥形瓶、烧杯、胶头滴管

2、实验过程：

①滴定前准备 滴定管：检漏→洗涤→润洗→装液→排气泡→记录。

锥形瓶：洗涤→装液→加淀粉指示剂。



②滴定操作



左手控制
滴定管的活塞



眼睛注视锥形瓶内
溶液颜色的变化

右手摇动锥形瓶

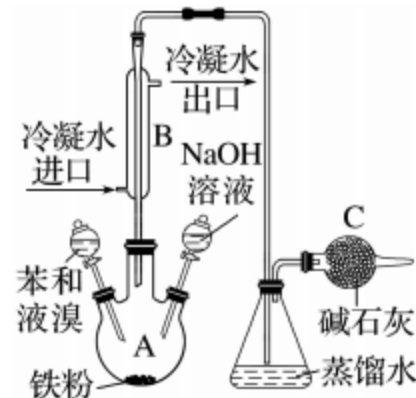
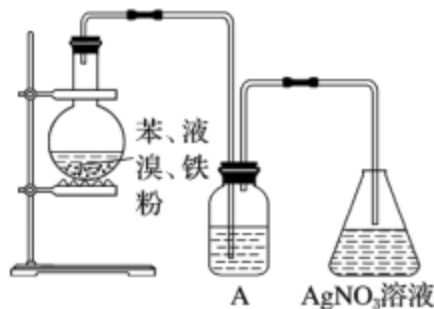
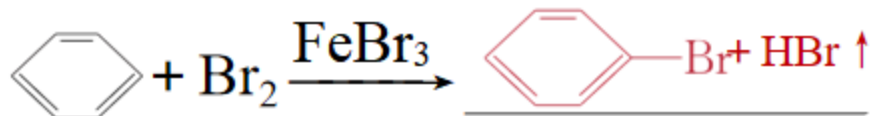
③滴定终点：当滴入最后半滴 Na_2SO_3 溶液，溶液颜色由蓝色变为无色，且 30 秒不恢复原来的颜色。

④数据处理：按上述操作重复 3 次，根据每次所用标准液的体积计算待测液的物质的量浓度，最后

求出待测液的物质的量浓度的 平均值。

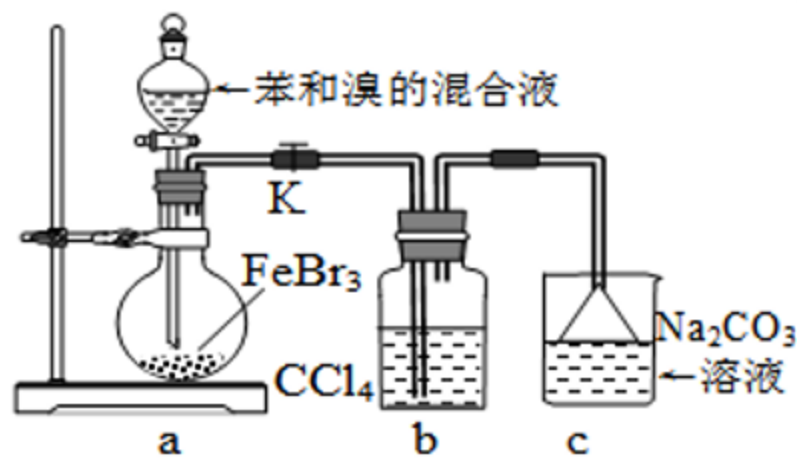
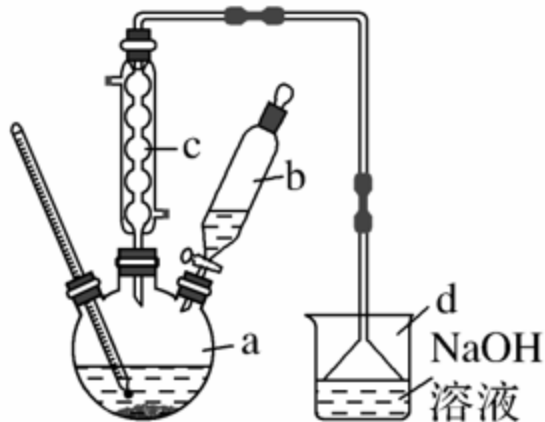
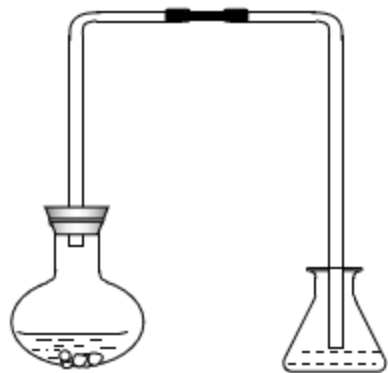
【高考热点】半滴操作：慢慢转动酸式滴定管的活塞（或轻轻挤压碱式滴定管乳胶管中的玻璃球），使滴定管的尖嘴处悬挂一滴液体（不滴落），用锥形瓶内壁将其靠下来，并用洗瓶内的蒸馏水将其冲入锥形瓶内。

八、制溴苯

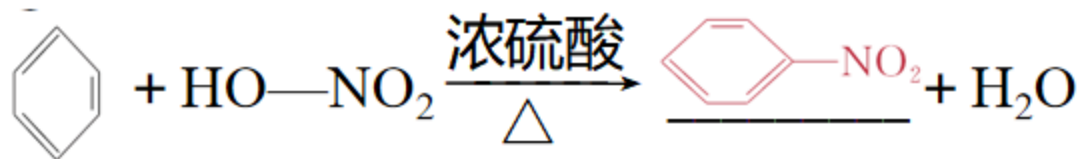


注意事项：

- 1、长直导管的作用：导出气体和充分冷凝回流逸出的苯和溴的蒸气(冷凝回流目的是提高原料利用率)。
- 2、导管末端不可插入锥形瓶内水面以下的原因是防止倒吸，因为 HBr 气体易溶于水。
- 3、导管口附近出现的白雾，是 HBr 遇空气中的水蒸气形成的氢溴酸小液滴。
- 4、检验产物中的 HBr 用 AgNO_3 ，中间 A 中为 CCl_4 （除去 Br_2 ）。



九、制硝基苯



注意事项： 1、试剂加入的顺序：(1)浓硝酸(2)慢慢注入浓硫酸(3)冷却后再加入苯。

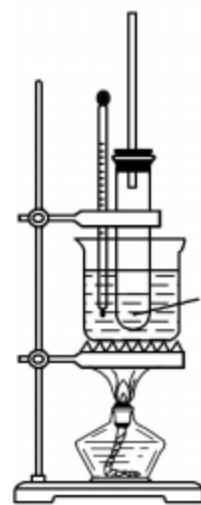
2、浓硫酸的作用：催化剂、吸水剂。

3、水浴加热的好处：受热均匀，容易控制温度。温度计测量水浴的温度

4、直玻璃管的作用：冷凝回流。

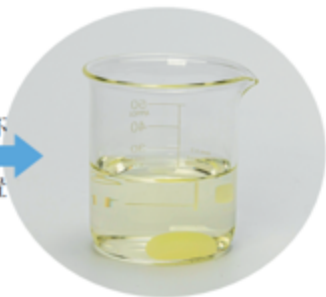
5、纯硝基苯是无色、难溶于水、密度比水大，具有苦杏仁味气味的油状液体，

实验室制得的硝基苯因溶有少量 HNO_3 分解产生的 NO_2 而显黄色。



苯和浓硝酸、浓硫酸的混合物

倒入烧杯
搅拌静置



【操作】在试管中将1.5mL浓硝酸和2mL浓硫酸混合均匀，冷却到 50°C 以下，在不断振荡下，逐滴加入约1mL苯，并注意避免使混合物的温度超过 60°C 。塞上带有导管的橡皮塞，在 $50 \sim 60^\circ\text{C}$ 的水浴中加热几分钟。

很多有机物分离提纯一般模式：

水洗、碱洗、水洗、干燥、蒸馏

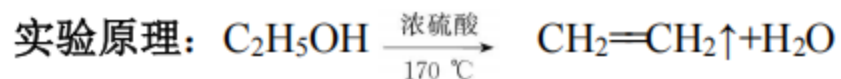
十、溴乙烷制乙烯



水的作用: 除杂, 除去挥发的乙醇

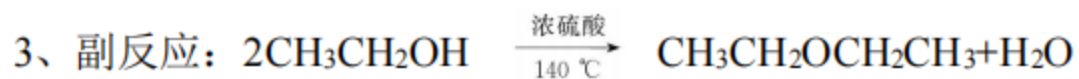


十一、乙醇制乙烯



注意事项: 1、加药品顺序: 碎瓷片、无水乙醇、浓硫酸

2、注意温度计位置: 探测溶液温度



4、除杂: 氢氧化钠溶液可以除去 SO_2 、 CO_2 、乙醇等杂质



十二、制备乙酸乙酯

实验原理（方程式）： $\text{CH}_3\text{COOH} + \text{C}_2\text{H}_5\text{OH} \xrightarrow[\Delta]{\text{浓 H}_2\text{SO}_4} \text{CH}_3\text{COOC}_2\text{H}_5 + \text{H}_2\text{O}$ 。

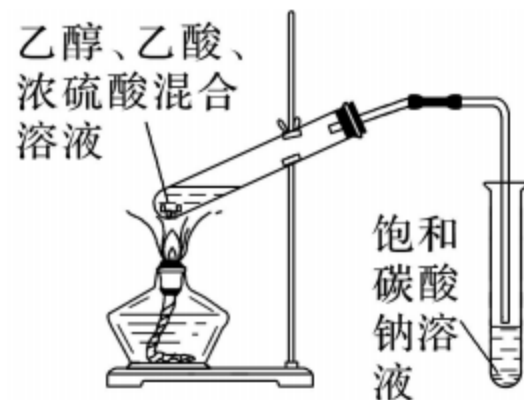
注意事项：①浓硫酸作催化剂和吸水剂；

②饱和 Na_2CO_3 作用：中和乙酸、溶解乙醇、降低乙酸乙酯溶解度便于分层；

③试剂加入顺序：乙醇、再加浓硫酸、最后加乙酸，避免混合放热导致喷溅。

④导气管不可伸入液面下，防倒吸

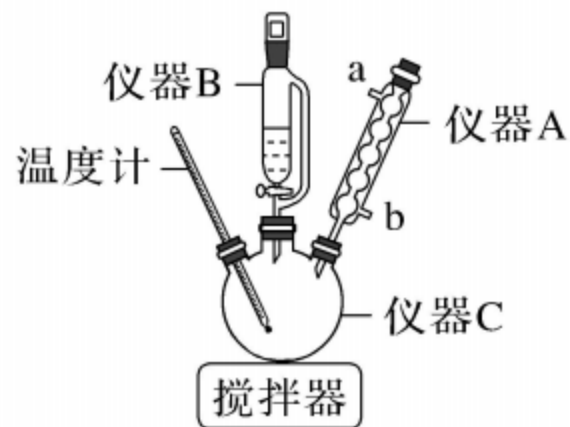
⑤易错陷阱：不可将 Na_2CO_3 换成 NaHCO_3 和 NaOH



十三、有机合成

仪器名称：

仪器 A：球形冷凝管；仪器 B：恒压滴液漏斗；仪器 C：三颈烧瓶



1. 实验安全问题

补充人教版里面的内容

与实验有关的图标及说明

(1) 常用危险化学品药品的标识

化学实验安全

常见危险化学品药品的标志



注：标识中的数字为常用危险化学品按其主要危险特性的分类



【实验1-1】



【实验1-2】



右边7个图记住会考的哦

整合必备知识

2. 重结晶 (再结晶)

(1)

重结晶

原理

常用于提纯固体有机化合物，是利用被提纯物质与杂质在同一溶剂中的 溶解度 不同而将杂质除去

适用条件

选用合适的溶剂，使得杂质在所选溶剂中溶解度 很小或很大，易于除去

被提纯的有机化合物在所选溶剂中的溶解度受温度的影响 较大，能够进行 冷却结晶

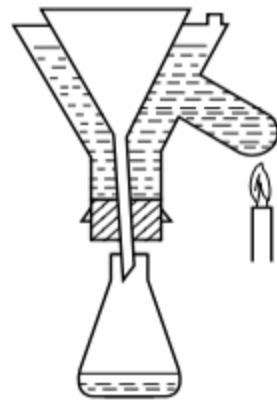
一般样品中 杂质含量较少 (通常质量分数小于5%)，才考虑用这个方法。例如 KNO_3 中少量 NaCl 的除去可用重结晶 (再来一次溶解, 蒸发浓缩, 冷却结晶, 过滤等)



【拓展补充】

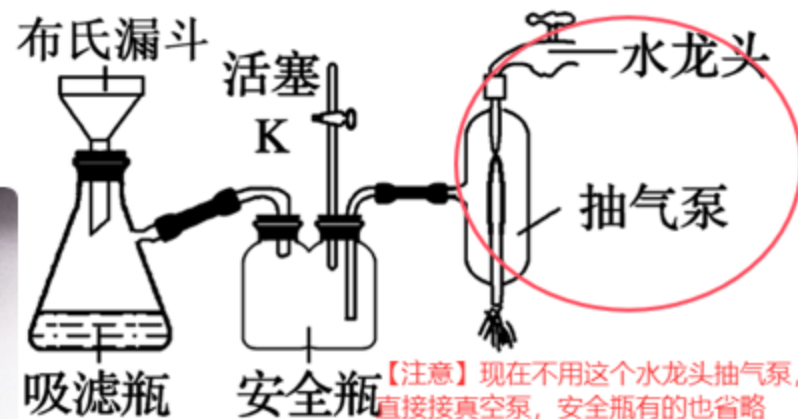


(a)



(b)

图 2-10 热过滤装置图

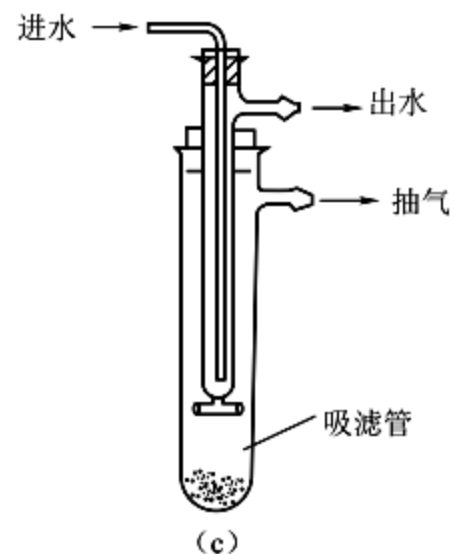
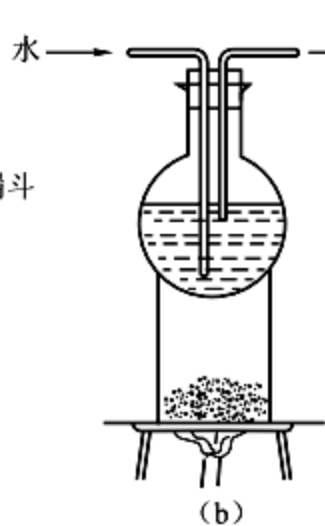
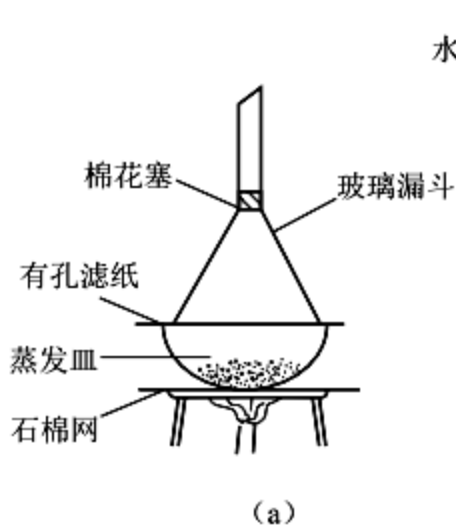
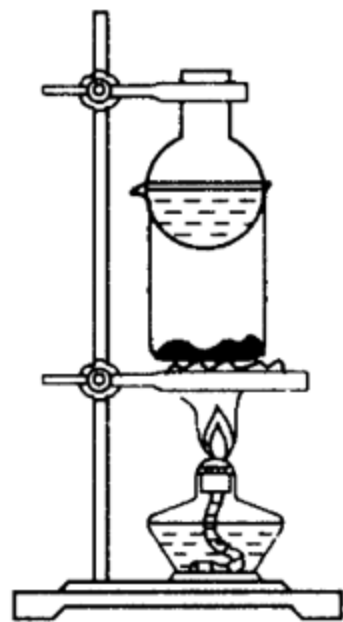


【注意】现在不用这个水龙头抽气泵，直接接真空泵，安全瓶有的也省略

减压过滤 (抽滤) 装置

提升关键能力

3. 补充其他方法 (例如升华法、色谱法, 人教版教材和高考考过)



2-9 常压和减压升华装置图

a) (b) 常压升华; (c) 减压升华

例如从茶叶中提取咖啡因 (咖啡碱) 涉及萃取、升华等操作

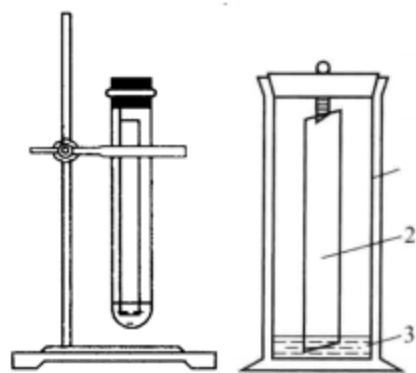
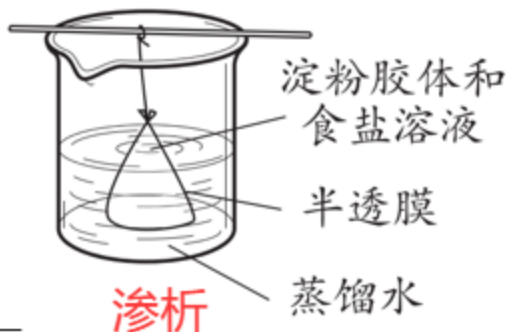
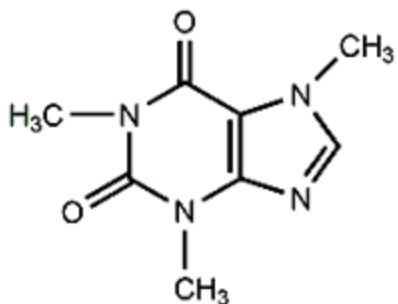


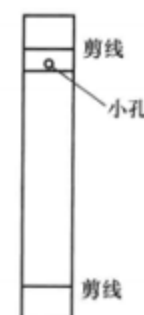
图 2-55 纸色谱装置

1——色谱缸 2——滤纸 3——展开剂

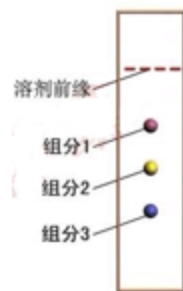


(1)

图 2-56 纸色谱滤纸条点样



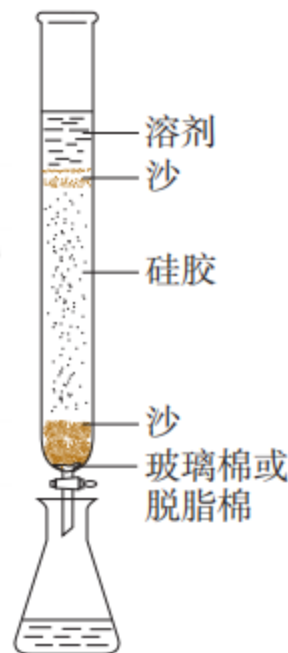
(2)



层析分离不同组分

色谱法 chromatography

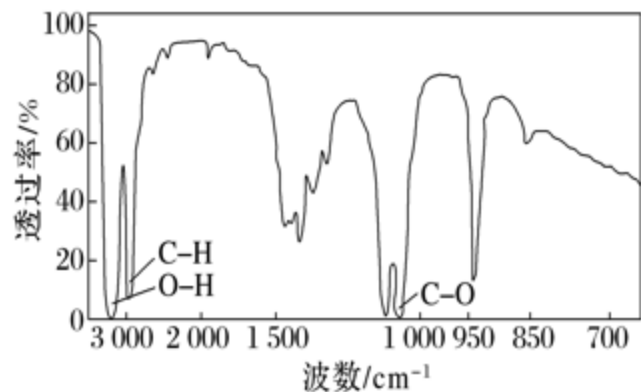
柱色谱、纸色谱、薄层色谱、气相色谱、液相色谱、离子色谱等多种



实验室常用的一种柱色谱装置示意图

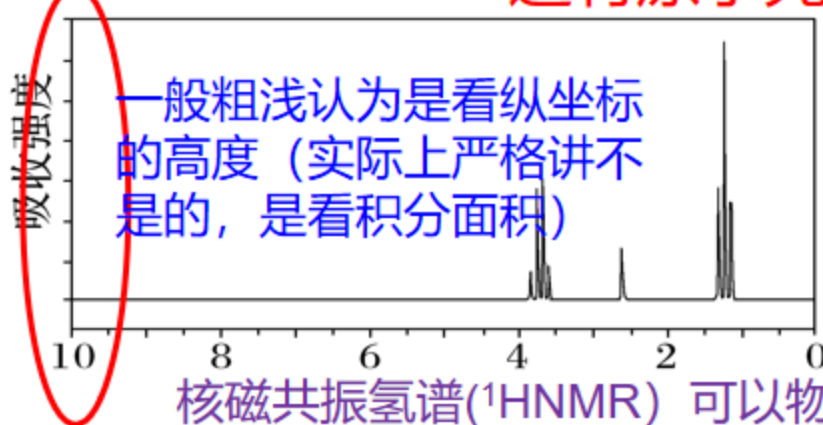
4.各种物质结构分析的方法谱图等

还有原子光谱等



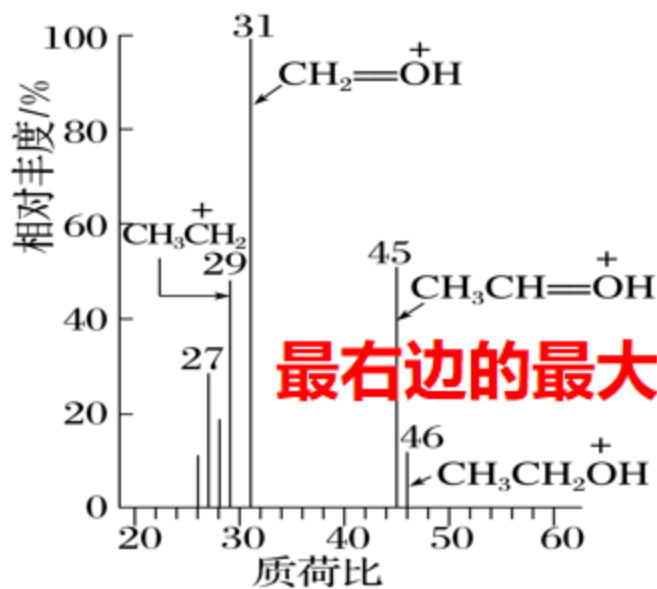
醇中O-H红外光谱中出现了3000cm⁻¹以上的吸收峰
(2024湖北卷考过)

红外光谱(IR)可以测气态、液态(不要有水干扰)、固态物质的化学键情况



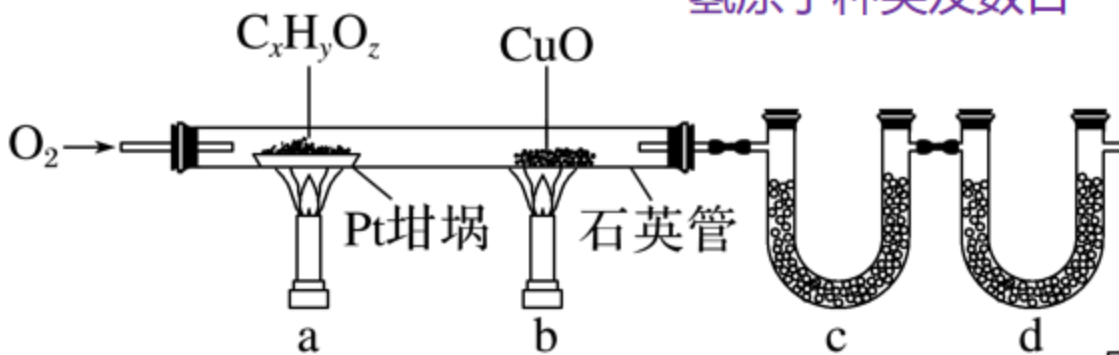
一般粗浅认为是看纵坐标的高度(实际上严格讲不是的,是看积分面积)

核磁共振氢谱(¹H NMR)可以测物质的氢原子种类及数目



最右边的最大数字

质谱图(MS)可测分子量



李比希元素分析法

X射线衍射(XRD), 可区分晶体和非晶体; 测晶体结构如键长、键角等

其他还有: 可以利用紫外和可见光谱(UV)判断有机化合物分子中共轭程度的大小; 分光光度法

