

第二节 研究有机化合物的一般方法

第1课时 有机化合物的分离、提纯

[核心素养发展目标] 1.通过对蒸馏、萃取、重结晶实验原理和基本操作的学习，认识科学探究过程的步骤，学会设计科学探究方案，培养严谨的科学态度和科学的思维方式。2.结合常见有机化合物分离、提纯方法的学习，能根据有机化合物性质的差异选择有机化合物分离、提纯的正确方法。

一、研究有机化合物的基本步骤

分离、提纯→确定实验式→确定分子式→确定分子结构

二、分离、提纯

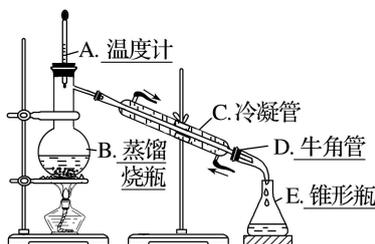
1. 蒸馏

(1)原理

分离和提纯液态有机化合物的常用方法。提纯物质的热稳定性高，且与杂质的沸点相差较大。

(2)装置

①实验装置——写出相应仪器的名称



②注意事项

a. 温度计水银球位置：蒸馏烧瓶的支管口处；b.加碎瓷片的目的是：防止液体暴沸；c.冷凝管中水的流向：下口流入，上口流出。

2. 萃取

(1)原理

①液-液萃取：利用待分离组分在两种不互溶的溶剂中的溶解度不同，将其从一种溶剂转移到另一种溶剂的过程。

②固-液萃取：用溶剂从固体物质中溶解出待分离组分的过程。

(2)萃取剂的选择

①萃取剂与原溶剂不互溶；

②溶质在萃取剂中的溶解度远大于在原溶剂中的溶解度；

③萃取剂与原溶液中的成分不反应。

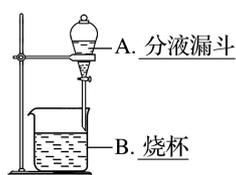
常用萃取剂：乙醚、乙酸乙酯、二氯甲烷等。

(3)分液

将不互溶的两种液体分开的操作，如萃取后的两层液体。静置分层后，打开分液漏斗上方的玻璃塞和下方的活塞，使下层液体从下口顺利流下，及时关闭活塞，将上层液体从上口倒出。

(4)装置

实验装置——写出相应仪器的名称



3. 重结晶

(1)原理

提纯固体有机化合物常用的方法。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。

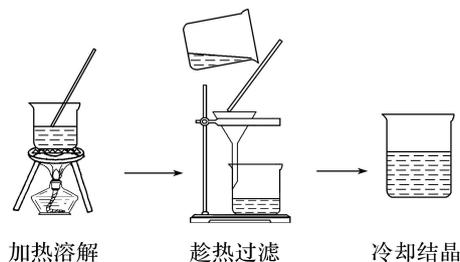
(2)溶剂的选择

- ①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；
- ②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。

(3)实验探究

重结晶法提纯苯甲酸，除去样品中少量的氯化钠和泥沙。

【操作】



【问题讨论】

①重结晶法提纯苯甲酸的原理是什么？有哪些主要操作步骤？

提示 苯甲酸在不同温度的蒸馏水中溶解度不同。加热溶解、趁热过滤、冷却结晶、过滤洗涤、干燥称量。

②溶解粗苯甲酸时加热的作用是什么？趁热过滤的目的是什么？

提示 加热是为了增大苯甲酸的溶解度，使苯甲酸充分溶解。趁热过滤是为了防止苯甲酸提前结晶析出。

③实验操作中多次用到了玻璃棒，分别起到了哪些作用？

提示 搅拌和引流。

④如何检验提纯后的苯甲酸中氯化钠已被除净?

提示 用适量蒸馏水洗涤过滤器中的苯甲酸晶体,取少量第 n 次洗涤后的液体,滴加几滴硝酸银溶液,观察是否有沉淀产生。若无沉淀产生,则氯化钠被除净。

■ 知识拓展 ■

色谱法

当样品随着流动相经过固定相时,因样品中不同组分在两相间的分配不同而实现分离,这样的一类分离分析方法被称为色谱法。

【正误判断】

- (1)能用分液的方法分离植物油和水的混合物()
- (2) Br_2 、 I_2 在水中的溶解度较小,但易溶于有机溶剂,故可用酒精萃取溴水中的 Br_2 或碘水中的 I_2 ()
- (3)利用蒸馏法分离液态有机物时,温度计可以插入液面以下()
- (4)在蒸馏实验中,发现忘记加沸石,应立即停止实验,马上加入()
- (5)重结晶要求杂质的溶解度比被提纯的物质小才能进行分离()

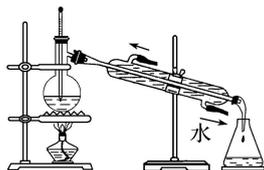
答案 (1)√ (2)× (3)× (4)× (5)×

【应用体验】

1. 下列关于实验操作的叙述正确的是()
 - A. 分液操作时,分液漏斗中的下层液体从下口放出,上层液体也从下口流出
 - B. 萃取操作时,应选择有机萃取剂,且萃取剂的密度必须比水大
 - C. 萃取操作时,分液漏斗使用前必须检查是否漏水
 - D. 萃取操作时,可选择用苯、乙醇、四氯化碳作萃取剂

答案 C

2. (1)如图是一套蒸馏装置图,图中存在的错误:_____。



- (2)若用蒸馏的方法分离甘油(沸点为 $290\text{ }^\circ\text{C}$)和水的混合物,被蒸馏出来的物质是_____。
- (3)若用蒸馏的方法分离出 CCl_4 (沸点为 $76.8\text{ }^\circ\text{C}$)中含有的 $\text{CH}_3\text{CH}_2\text{OCH}_2\text{CH}_3$ (沸点为 $45\text{ }^\circ\text{C}$),应控制的适宜温度为_____。

答案 (1)温度计位置错误,冷凝管进出水方向不对,没有加碎瓷片 (2)水 (3) $45\text{ }^\circ\text{C}$

解析 (1)蒸馏装置图中错误有:温度计水银球未位于蒸馏烧瓶的支管口处;冷凝管的冷却水未下进上出;没有加碎瓷片。(2)水的沸点低于甘油,故被蒸馏出来的物质为水。(3)乙醚的沸

点为 45 °C，故应控制的适宜温度为 45 °C。

3. 选择下列实验方法分离、提纯物质，将分离、提纯方法的字母填在横线上。

A. 萃取 B. 重结晶 C. 分液 D. 蒸馏 E. 过滤 F. 洗气

(1)分离水和汽油的混合物：_____。

(2)分离四氯化碳 (沸点为 76.75 °C)和甲苯(沸点为 110.6 °C)的混合物：_____。

(3)提取碘水中的碘：_____。

(4)除去混在乙烷中的乙烯：_____。

(5)从硝酸钾和氯化钠的混合溶液中获得硝酸钾：_____。

答案 (1)C (2)D (3)A (4)F (5)B

解析 (1)水与汽油分层。(2)四氯化碳和甲苯互溶，但沸点不同。(3)碘易溶于有机溶剂。(4)乙烯与溴水反应，而乙烷不能。(5)硝酸钾和氯化钠的溶解度随温度的变化不同。

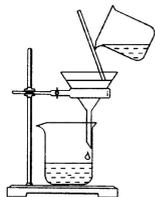
■ 归纳总结 ■

分离提纯方法选择

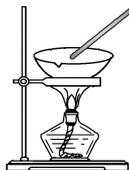
- (1)过滤：不溶性的固体和液体。
- (2)蒸馏：沸点相差较大的互溶液体。
- (3)分液：互不相溶的液体。
- (4)重结晶：溶解度受温度影响较大的固体混合物。
- (5)蒸发：提纯溶解度随温度变化较小的溶质。
- (6)萃取：利用溶解性差异提取溶液中的溶质。

随堂演练 知识落实

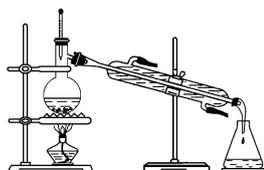
1. 下列操作中选择的仪器正确的是()



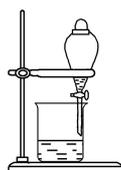
甲



乙



丙



丁

- ①分离汽油和氯化钠溶液 ②从含 Fe^{3+} 的自来水中得到蒸馏水 ③分离氯化钾和二氧化锰混合物 ④从食盐水中提取溶质

- A. ①—丁 ②—丙 ③—甲 ④—乙
 B. ①—乙 ②—丙 ③—甲 ④—丁
 C. ①—丁 ②—丙 ③—乙 ④—甲
 D. ①—丙 ②—乙 ③—丁 ④—甲

答案 A

解析 ①汽油和氯化钠溶液不互溶，可用分液法分离；②从含 Fe^{3+} 的自来水中得到蒸馏水，可利用蒸馏法；③氯化钾易溶于水，二氧化锰难溶于水，可溶解后过滤分离；④从氯化钠溶液中得到氯化钠晶体，可蒸发结晶。

2. 下列有关实验的说法错误的是()

- A. 在蒸馏实验中，温度计的水银球位于支管口处是为了测出馏分的沸点
 B. 用结晶法分离硝酸钾和氯化钠的混合物，用分液法分离水和硝基苯的混合物
 C. 在重结晶的实验中，使用短颈漏斗趁热过滤是为了减少被提纯物质的损失
 D. 作为重结晶实验的溶剂，杂质在此溶液中的溶解度受温度影响应该很大

答案 D

解析 硝酸钾的溶解度随温度升高而急剧增大，氯化钠的溶解度随温度变化很小，所以用结晶法分离硝酸钾和氯化钠的混合物，水和硝基苯不互溶，所以用分液法分离水和硝基苯的混合物，故 B 正确；在重结晶实验中，要求被提纯物和杂质的溶解度随温度的变化差别很大，杂质在此溶液中的溶解度受温度影响不一定很大，故 D 错误。

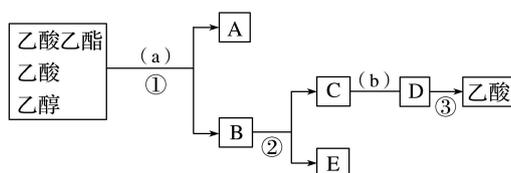
3. 下列说法不正确的是()

- A. 蒸馏是分离、提纯液态有机化合物的常用方法
 B. 重结晶的首要工作是选择适当的溶剂
 C. 萃取包括液-液萃取和固-液萃取
 D. 研究有机化合物可首先进行元素定量分析，再分离、提纯

答案 D

解析 研究有机化合物的基本步骤首先应该是分离、提纯，然后再进行元素定量分析，所以 D 不正确。

4. 现拟分离乙酸乙酯、乙酸和乙醇的混合物，如图是分离操作步骤流程图。



已知各物质的沸点：

乙酸乙酯 77.1 °C 乙醇 78.5 °C 乙酸 118 °C

请回答下列问题：

(1)试剂(a)为_____，试剂(b)为_____。

分液漏斗放在铁架台上静置待液体分层；分液时将分液漏斗上口的玻璃塞打开，再打开活塞，待下层液体完全流尽时，关闭活塞后再从上口倒出上层液体。

3. 实验室制备乙酸异戊酯的有关信息如下：

| 物质 | 相对分子质量 | 密度/(g·cm ⁻³) | 沸点/℃ | 水中溶解性 |
|-------|--------|--------------------------|------|-------|
| 乙酸异戊酯 | 130 | 0.867 0 | 142 | 难溶 |

在洗涤、分液操作中，应充分振荡，然后静置，待分层后操作正确的是()

- A. 直接将乙酸异戊酯从分液漏斗上口倒出
- B. 直接将乙酸异戊酯从分液漏斗下口放出
- 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，再将乙酸异戊酯从分液漏斗上口倒出

答案 D

解析 乙酸异戊酯的密度比水的密度小，分液时在上层，应先将水层从分液漏斗的下口放出，再将乙酸异戊酯从分液漏斗上口倒出。

4. 下列有关苯甲酸重结晶实验的说法错误的是()

- A. 溶解粗苯甲酸过程中，加热、玻璃棒搅拌均能提高苯甲酸的溶解度
- B. 苯甲酸溶解时，若加水加热后仍有不溶物，说明该不溶物是不溶性杂质
- C. 过滤时，趁热过滤可防止苯甲酸晶体提前析出
- D. 冷却结晶时，温度过低杂质将析出，故此时温度不是越低越好

答案 A

解析 加热能提高苯甲酸的溶解速率，也能提高苯甲酸的溶解度，但搅拌只能提高溶解速率，不能改变溶解度，A 错误；苯甲酸溶解时，若加水加热后仍有不溶物，说明该不溶物是不溶性杂质，B 正确；过滤时，趁热过滤可防止苯甲酸晶体提前析出，C 正确；冷却结晶时，温度过低杂质将析出，故此时温度不是越低越好，D 正确。

题组二 混合物分离的方法选择

5. 化学工作者从有机反应 $\text{RH} + \text{Cl}_2(\text{g}) \xrightarrow{\text{光}} \text{RCl}(\text{l}) + \text{HCl}(\text{g})$ 受到启发，提出的在农药和有机合成工业中可获得副产品 HCl 的设想已成为现实，试指出由上述反应产物分离得到盐酸的最佳方法是()

- A. 水洗分液法
- B. 蒸馏法
- C. 升华法
- D. 有机溶剂萃取法

答案 A

解析 因 HCl 极易溶于水，有机物一般不溶于水，故用水洗分液法分离得到盐酸最简便。

6. 已知乙醛(CH₃CHO)是易溶于水、沸点为 20.8 ℃的液体，将乙醛和乙酸分离的正确方法是()

- A. 加热蒸馏
 B. 加入 Na_2CO_3 后，通过萃取的方法分离
 C. 先加入 NaOH 溶液后蒸出乙醛，再加入 H_2SO_4 ，蒸出乙酸
 D. 与钠反应后分离

答案 C

解析 乙醛和乙酸都为低沸点有机物，且都易挥发，直接蒸馏得不到纯净物。故先将 CH_3COOH 与 NaOH 反应转化为沸点高的 CH_3COONa ，蒸出乙醛后，再加入 H_2SO_4 将 CH_3COONa 转化为 CH_3COOH ，蒸出 CH_3COOH 。

7. 下列实验中，所采取的分离方法与对应原理都正确的是()

| 选项 | 目的 | 分离方法 | 原理 |
|----|--|------------------------|--|
| A | 分离溶于水中的碘 | 乙醇萃取 | 碘在乙醇中的溶解度较大 |
| B | 除去 NH_4Cl 溶液中的 FeCl_3 | 加入 NaOH 溶液后过滤 | Fe^{3+} 转化为 $\text{Fe}(\text{OH})_3$ 沉淀 |
| C | 除去 KNO_3 固体中混杂的 NaCl | 重结晶 | NaCl 在水中的溶解度很大 |
| D | 除去丁醇中的乙醚 | 蒸馏 | 丁醇与乙醚的沸点相差较大 |

答案 D

解析 乙醇与水互溶，不能用作萃取剂，A 项错误； NH_4Cl 、 FeCl_3 均与 NaOH 反应，不能除杂，应选氨水，B 项错误；除去 KNO_3 中 NaCl 杂质是利用二者在不同温度下溶解度差别很大，使用重结晶法可分离，C 项错误；分离两种沸点差别较大的互溶液体，一般使用蒸馏操作，D 项正确。

8. 下列除去杂质的方法正确的是()

- ①除去乙烷中少量的乙烯：光照条件下通入 Cl_2 ，气液分离；
 ②除去乙酸乙酯中少量的乙酸：用饱和碳酸钠溶液洗涤，分液、干燥、蒸馏；
 ③除去 CO_2 中少量的 SO_2 ：气体通过盛有饱和碳酸钠溶液的洗气瓶；
 ④除去乙醇中少量的乙酸：加足量生石灰，蒸馏。

A. ①②

B. ②④

C. ③④

D. ②③

答案 B

解析 ①中乙烷中有少量的乙烯，在光照条件下通入氯气，乙烷与氯气发生取代反应，引入杂质气体；②中除去乙酸乙酯中少量的乙酸，加入饱和碳酸钠溶液洗涤后，乙酸与碳酸钠反应生成乙酸钠进入水层，然后经分液、干燥、蒸馏可以得到纯净的乙酸乙酯；③中除去二氧化碳中少量的二氧化硫，通过盛有饱和碳酸钠溶液的洗气瓶时，虽除去了二氧化硫，但是二氧化碳与碳酸钠溶液也发生反应，应选用饱和碳酸氢钠溶液；④中除去乙醇中少量的乙酸，

加入足量的生石灰使乙酸变成沸点较高的乙酸钙，然后蒸馏可得到纯净的乙醇，所以②和④正确，故选 B。

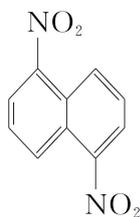
9. 欲用 96% 的工业酒精制取无水乙醇时，可选用的方法是()

- A. 加入无水 CuSO_4 ，再过滤
- B. 加入生石灰，再蒸馏
- C. 加入浓硫酸，再加热，蒸出乙醇
- D. 将 96% 的乙醇溶液直接加热蒸馏

答案 B

解析 向该工业酒精中加入生石灰，生石灰与水反应生成 Ca(OH)_2 ， CaO 和 Ca(OH)_2 都是不溶于酒精且难挥发的固体，而酒精是易挥发的液体，再蒸馏即可获得无水乙醇。

10. 在一定条件下，萘可与浓硝酸、浓硫酸两种混酸反应生成二硝基化合物，它是 1,5-二硝基萘和 1,8-二硝基萘的混合物：



1,5-二硝基萘



1,8-二硝基萘

后者可溶于质量分数大于 98% 的硫酸，而前者不能。利用这一性质可以将这两种物质分离。

在上述硝化产物中加入适量的 98.3% 硫酸，充分搅拌，用耐酸漏斗过滤，欲从滤液中得到固体 1,8-二硝基萘，应采用的方法是()

- A. 对所得的滤液蒸发浓缩、冷却结晶
- B. 向滤液中缓缓加入水后过滤
- C. 将滤液缓缓加入水中后过滤
- D. 向滤液中缓缓加入 Na_2CO_3 溶液后过滤

答案 C

解析 滤液中有浓硫酸和 1,8-二硝基萘，浓硫酸可溶于水，而 1,8-二硝基萘不溶于水，可将滤液注入水中(相当于浓硫酸的稀释)，然后过滤即可。

综合强化练

11. 下列物质提纯方法中属于重结晶法的是()

- A. 除去工业酒精中含有的少量水
- B. 粗苯甲酸的提纯
- C. 从碘水中提纯碘
- D. 除去硝基苯中含有的少量 Br_2

答案 B

12. 要从含乙酸的乙醇溶液中回收乙酸，合理的操作组合是()

①蒸馏 ②过滤 ③静置分液 ④加足量钠 ⑤加入足量 H_2SO_4 ⑥加入足量 NaOH 溶液
⑦加入乙酸与浓 H_2SO_4 混合液后加热 ⑧加入浓溴水

A. ⑦③

B. ⑧⑤②

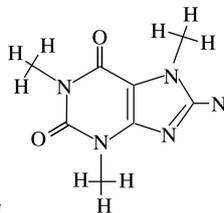
C. ⑥①⑤②

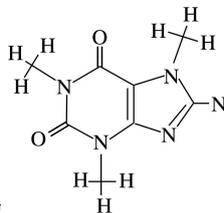
D. ⑥①⑤①

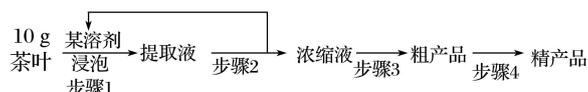
答案 D

解析 先加入足量 NaOH 溶液， NaOH 与乙酸反应生成乙酸钠，然后蒸馏除去乙醇；在乙酸钠溶液中加入足量稀硫酸，得到乙酸与硫酸钠的混合溶液，再蒸馏即可得到乙酸。

13. 咖啡因是弱碱性化合物，易溶于氯仿、乙醇、丙酮及热苯等，微溶于水、石油醚。含有结晶水的咖啡因是无色针状晶体，味苦，在 $100\text{ }^\circ\text{C}$ 时失去结晶水并开始升华， $120\text{ }^\circ\text{C}$ 时升



相当显著， $178\text{ }^\circ\text{C}$ 时升华很快。它的结构式为 ，实验室可通过下列简单方法从茶叶中提取咖啡因：



在步骤 1 加入酒精进行浸泡，过滤得到提取液，步骤 2、步骤 3、步骤 4 所进行的操作或方法分别是()

A. 加热、结晶(或蒸发)、升华

B. 过滤、洗涤、干燥

C. 萃取、分液、升华

D. 加热、蒸馏、蒸馏

答案 A

解析 在步骤 1 中加入了乙醇，下面要分离咖啡因和乙醇，可进行加热得到浓缩液再结晶(或蒸发)得到粗产品，因咖啡因易升华，为进一步得到较为纯净的咖啡因，可进行升华。

14. 青蒿素是高效的抗疟疾药，为无色针状晶体，易溶于丙酮、氯仿和苯中，甲醇、乙醇、乙醚中可溶解，在水中几乎不溶，熔点为 $156\sim 157\text{ }^\circ\text{C}$ ，热稳定性差。已知：乙醚沸点为 $35\text{ }^\circ\text{C}$ 。提取青蒿素的主要工艺如下所示：



下列有关此工艺操作错误的是()

A. 破碎的目的是增大青蒿与乙醚的接触面积，提高青蒿素浸取率

B. 操作 I 需要用到的玻璃仪器有漏斗、玻璃棒、烧杯

答案 (1)①蒸馏 ②检查是否漏液 上 (2)除去 HCl 除去少量 NaHCO_3 且减少产物损失
(3)dcab

解析 (1)①可用蒸馏的方法分离出甲醇。②分液漏斗使用前需要检查是否漏水；由表可知有机层的密度小于水，在分液漏斗上层。(2) NaHCO_3 可以与 HCl 进行反应，用饱和 NaHCO_3 溶液洗涤可以除去 HCl；用饱和食盐水洗涤可以除去少量 NaHCO_3 且减少产物损失。(3)分离、提纯产物时，首先要加入无水 CaCl_2 干燥，然后过滤除去干燥剂，再蒸馏除去乙醚，最后重结晶。