# 有机实验思考题答案

来源：网络 作者：风华正茂 更新时间：2024-06-20

*有机实验思考题答案第二部分基本操作实验一常压蒸馏和沸点的测定1、在有机化学实验中经常使用的玻璃冷凝管有哪些？它们各用在什么地方？答：学生实验中经常使用的冷凝管有：直形冷凝管，球形冷凝管，空气冷凝管及刺形分馏柱等。直形冷凝管一般用于沸点低于1...*

有机实验思考题答案

第二部分

基本操作

实验一

常压蒸馏和沸点的测定

1、在有机化学实验中经常使用的玻璃冷凝管有哪些？它们各用在什么地方？

答：学生实验中经常使用的冷凝管有：直形冷凝管，球形冷凝管，空气冷凝管及刺形分馏柱等。直形冷凝管一般用于沸点低于140℃的液体有机化合物的沸点测定和蒸馏操作中；沸点大于140℃的有机化合物的蒸馏可用空气冷凝管。球形冷凝管一般用于回流反应即有机化合物的合成装置中(因其冷凝面积较大，冷凝效果较好)；刺形分馏柱用于精馏操作中，即用于沸点差别不太大的液体混合物的分离操作中。

2、蒸馏的原理是什么？写出蒸馏装置中仪器的名称。

答：纯的液态物质在一定的压力下具有确定的沸点，不同的物质具有的不同的沸点。蒸馏操作就是利用不同物质的沸点差异对液态混合物进行分离和纯化。把一个液体化合物加热，其蒸汽压升高，当与外界大气压相等时，液体沸腾为蒸汽，再通过冷凝使蒸汽变为液体的过程。蒸馏适用于沸点相差30℃以上的混合物的分离。如果组分沸点差异不大，就需要采用分馏操作对液体混合物进行分离和纯化。蒸馏装置主要由圆底烧瓶、蒸馏头、温度计、直形冷凝管、尾接管（又叫接液管）和接受瓶组成。

3、纯净化合物的沸点是固定的，所以具有恒定沸点的液体就一定是纯净物，对不对，为什么？

答：在一定压力下，纯净化合物的饿沸点是固定的。但是，具有恒定沸点的液体就不一定是纯净物。因为两个或两个以上的化合物形成的共沸混合物也具有一定的沸点。

4、冷凝管通水方向是由下而上，反过来行吗？为什么？

答：冷凝管通水是由下而上，反过来不行。因为这样冷凝管不能充满水，由此可能带来两个后果：其一，气体的冷凝效果不好。其二，冷凝管的内管可能炸裂。

5、蒸馏时加热的快慢，对实验结果有何影响？为什么？

答：蒸馏时加热过猛，火焰太大，易造成蒸馏瓶局部过热现象，使实验数据不准确，而且馏份纯度也不高。加热太慢，蒸气达不到支口处，不仅蒸馏进行得太慢，而且因温度计水银球不能被蒸气包围或瞬间蒸气中断，使得温度计的读数不规则，读数偏低。

6、有机实验中，玻璃仪器为什么不能直接用火焰加热？有哪些间接加热方式？应用范围如何？

答：因为直接用火焰加热，温度变化剧烈且加热不均匀，易造成玻璃仪器损坏；同时，由于局部过热，还可能引起有机物的分解，缩合，氧化等副反应发生。

间接加热方式和应用范围如下：在石棉网上加热，但加热仍很不均匀。水浴加热，被加热物质温度只能达到80℃以下，需加热至100℃时，可用沸水浴或水蒸气加热。电热套空气浴加热，对沸点高于80℃的液体原则上都可使用。油浴加热，温度一般在100～250℃之间，可达到的最高温度取决于所用油的种类，如甘油适用于100-150℃；透明石蜡油可加热至220℃，硅油或真空泵油再250℃时仍很稳定。砂浴加热，可达到数百度以上。熔融盐加热，等量的KNO3和NaNO3在218℃熔化，在700℃以下稳定，含有40%NaNO2，7%

NaNO3和53%KNO3的混合物，在142℃熔化，使用范围为150-500℃。

7、蒸馏时为什么蒸馏烧瓶中所盛液体的量既不应超过其容积的2／3，也不应少于1／3？

答：如果装入液体量过多，当加热到沸腾时，液体可能冲出或飞沫被蒸气带走，混入馏出液中。如果装入液体量太少，在蒸馏结束时，相对地也会有较多的液体残留在瓶内蒸不出来。

8、蒸馏时，如果馏出液易受潮分解，可以在接受器上连接一个，以防止的侵入。

答：干燥管；空气中的水分。

9、在进行蒸馏操作时应注意什么问题？

答：应注意：

（1）漏斗下口在蒸馏支管的下方；（2）液体中要加入沸石，防止暴沸；（3）加热前，检查实验准备是否完成，并控制蒸馏速度为1~2

滴/秒。

10、什么叫沸点？液体的沸点和大气压有什么关系？文献里记载的某物质的沸点是否即为你们那里的沸点温度？

答：将液体加热，其蒸气压增大到和外界施于液面的总压力（通常是大气压力）相等时，液体沸腾，此时的温度即为该液体的沸点。

文献上记载的某物质的沸点不一定即为我们那里的沸点度，通常文献上记载的某物质的沸点，如不加说明，一般是一个大气压时的沸点，如果我们那里的大气压不是一个大气压的话，该液体的沸点会有变化。

11、为什么蒸馏时最好控制馏出液的速度为1~2滴／s为宜？

答：在整个蒸馏过程中，应使温度计水银球上常有被冷凝的液滴，让水银球上液滴和蒸气温度达到平衡。所以要控制加热温度，调节蒸馏速度，通常以1－2滴／s为宜，否则不成平衡。蒸馏时加热的火焰不能太大，否则会在蒸馏瓶的颈部造成过热现象，使一部分液体的蒸气直接受到火焰的热量，这样由温度计读得的沸点会偏高；另一方面，蒸馏也不能进行的太慢，否则由于温度计的水银球不能为馏出液蒸气充分浸润而使温度计上所读得的沸点偏低或不规则。

12、蒸馏时加入沸石的作用是什么？沸石(即止暴剂或助沸剂)为什么能止暴？如果蒸馏前忘记加沸石，能否立即将沸石加至将近沸腾的液体中？当重新蒸馏时，用过的沸石能否继续使用？

答：加入沸石的作用是起助沸作用，防止暴沸，因为沸石表面均有微孔，内有空气，所以可起助沸作用。

止沸原理：沸石为多孔性物质，它在溶液中受热时会产生一股稳定而细小的空气泡流，这一泡流以及随之而产生的湍动，能使液体中的大气泡破裂，成为液体分子的气化中心，从而使液体平稳地沸腾，防止了液体因过热而产生的暴沸。

不能将沸石加至将近沸腾的液体中，那样溶液猛烈暴沸，液体易冲出瓶口，若是易燃液体，还会引起火灾，要等沸腾的液体冷下来再加。

用过的沸石一般不能再继续使用，因为它的微孔中已充满或留有杂质，孔经变小或堵塞，再加热已不能产生细小的空气流而失效，不能再起助沸作用。

13、在合成液体有机化合物时，常常在反应液中加几粒沸石是为什么？

答：沸石为多孔性物质，它在溶液中受热时会产生一股稳定而细小的空气流泡，这一流泡以及随之而生的湍动能使液体中的大气泡破裂，成为液体分子的气化中心，从而使液体平稳地沸腾，防止液体过热而产生暴沸。

14、实验安装顺序如何？

答：安装顺序一般先从热源处开始，从下到上，从左到右（也可从右到左，要看实验环境而定！）。

15、在蒸馏装置中，温度计水银球的位置不符合要求会带来什么结果？

答：如果温度计水银球位于支管口之上，蒸气还未达到温度计水银球就已从支管流出，测定沸点时，将使数值偏低。若按规定的温度范围集取馏份，则按此温度计位置集取的馏份比规定的温度偏高，并且将有一定量的该收集的馏份误作为前馏份而损失，使收集量偏少。如果温度计的水银球位于支管口之下或液面之上，测定沸点时，数值将偏高。但若按规定的温度范围集取馏份时，则按此温度计位置集取的馏份比要求的温度偏低，并且将有一定量的该收集的馏份误认为后馏份而损失。

实验二

分馏

1、什么情况下使用蒸馏？什么情况下使用分馏？蒸馏和分馏有什么异同点？如果是两种沸点很接近的液体组成的混合物能否用分馏来提纯呢？

答：蒸馏沸点相差较大或分离要求不高的液体混合物的分离。分馏主要用于相差较小或分离要求较高的液体混合物的分离。两者在原理上是相同的，分馏相当于多次蒸馏。除了应用范围不同外，它们的装置也不同，分馏装置比蒸馏装置多了一各分馏柱。它们在操作上馏出速度也不同，蒸馏操作馏出速度尾1～2滴/s，而分馏馏出速度为1滴/（2～3）s。

现在，最精密的分馏设备已能将沸点相差仅1－2℃混合物分开，所以两种沸点很接近的液体组成的混合物能用分馏来提纯。

2、分馏操作中，用装有填料的分馏柱的效率高还是没装填料的分馏柱高？为什么？影响分馏效率的因素有哪些？

答：装有填料的分馏柱的分馏效率高，因为在分馏柱内，上升的蒸汽与下降的冷凝液互相接触，通过热交换和质交换使冷凝液中的低沸点物质吸热而汽化，蒸汽中的高沸点物质冷凝放出热，结果是分馏柱越高，低沸点物质的浓度越来越高，高沸点物质的浓度越来越低，最后达到分离的目的。而填充物在柱中起到增加蒸汽与回流液接触的作用，填充物比表面积越大，越有利于提高分离效率。这样就可以更充分地进行热交换和质交换。

影响分馏效率的因素有：

①理论塔板；②回流比；③柱的保温

3、何谓韦氏（Vigreux）分馏柱？使用韦氏分馏柱的优点是什么？

答：韦氏（Vigreux）分馏柱，又称刺形分馏柱，它是一根每隔一定距离就有一组向下倾斜的刺状物，且各组刺状物间呈螺旋状排列的分馏管。

使用该分馏柱的优点是：仪器装配简单，操作方便，残留在分馏柱中的液体少。

4、进行分馏操作时应注意什么？

答：（1）在仪器装配时应使分馏柱尽可能与桌面垂直，以保证上面冷凝下来的液体与下面上升的气体进行充分的热交换和质交换，提高分离效果。

（2）根据分馏液体的沸点范围，选用合适的热浴加热，不要在石棉网上用直接火加热。用小火加热热浴，以便使浴温缓慢而均匀地上升。

（3）液体开始沸腾，蒸气进入分馏柱中时，要注意调节浴温，使蒸气环缓慢而均匀地沿分馏柱壁上升。若室温低或液体沸点较高，应将分馏柱用石棉绳或玻璃布包裹起来，以减少柱内热量的损失。

（4）当蒸气上升到分馏柱顶部，开始有液体馏出时，应密切注意调节浴温，控制馏出液的速度为每2～3秒一滴。如果分馏速度太快，产品纯度下降；若速度太慢，会造成上升的蒸气时断时续，馏出温度波动。

（5）根据实验规定的要求，分段集取馏份，实验结束时，称量各段馏份。

5、、若加热太快，馏出液＞1－2滴／s（每秒种的滴数超过要求量），用分馏分离两种液体的能力会显著下降，为什么？

答：因为加热太快，馏出速度太快，热量来不及交换（易挥发组分和难挥发组分），致使水银球周围液滴和蒸气未达平衡，一部分难挥发组分也被气化上升而冷凝，来不及分离就一道被蒸出，所以分离两种液体的能力会显著下降。

6、、用分馏柱提纯液体时，为了取得较好的分离效果，为什么分馏柱必须保持回流液？

答：保持回流液的目的在于让上升的蒸气和回流液体，充分进行热交换，促使易挥发组分上升，难挥发组分下降，从而达到彻底分离它们的目的。

7、什么叫共沸物？为什么不能用分馏法分离共沸混合物？

答：当某两种或三种液体以一定比例混合，可组成具有固定沸点的混合物，将这种混合物加热至沸腾时，在气液平衡体系中，气相组成和液相组成一样，故不能使用分馏法将其分离出来，只能得到按一定比例组成的混合物，这种混合物称为共沸混合物或恒沸混合物。

8、在分馏时通常用水浴或油浴加热，它比直接火加热有什么优点？

答：在分馏时通常用水浴或油浴，使液体受热均匀，不易产生局部过热，这比直接火加热要好得多。

9、当丙酮蒸馏完毕时，温度计有什么变化？为什么？

答：当丙酮蒸馏完毕时，由于丙酮蒸汽断断续续上升，温度计水银球不能被丙酮蒸气包围，因此温度计出现下降或波动。要等到水蒸气上升，温度计才会上升至稳定。

思考：

含水乙醇为何经过反复分馏也得不到100%乙醇，为什么？要制取100%乙醇可采用哪些方法？

实验三

重结晶提纯法

1、重结晶的基本原理？

答：固体有机物在溶剂中的溶解度随温度的变化而改变。通常升高温度溶解度增大，反之溶解度降低。热饱和溶液，降低其温度，溶解度下降，溶液变成过饱和而析出结晶。利用溶剂对被提纯化合物及杂质的溶解度的不同，以达到分离纯化的目的。

2、在重结晶过程中，必须注意哪几点才能使产品的产率高、质量好？

答：（1）正确选择溶剂；

（2）溶剂的加入量要适当；

（3）活性炭脱色时，一是加入量要适当，二是切忌在沸腾时加入活性炭；

（4）吸滤瓶和布氏漏斗必需充分预热；

（5）滤液应自然冷却，待有晶体析出后再适当加快冷速度，以确保晶形完整；

（6）最后抽滤时要尽可能将溶剂除去，并用母液洗涤有残留产品的烧杯。

3、选择重结晶用的溶剂时，应考虑哪些因素？重结晶时，溶剂的用量为什么不能过量太多，也不能过少？正确的应该如何？

答：(1)溶剂不应与重结晶物质发生化学反应；

(2)重结晶物质在溶剂中的溶解度应随温度变化，即高温时溶解度大，而低温时溶解度小；

(3)杂质在溶剂中的溶解度或者很大，或者很小；

(4)溶剂应容易与重结晶物质分离；

(5)溶剂应无毒，不易燃，价格合适并有利于回收利用。

重结晶时，溶剂的用量过量太多，不能形成热饱和溶液，冷却时析不出结晶或结晶太少。过少，有部分待结晶的物质热溶时未溶解，热过滤时和不溶性杂质一起留在滤纸上，造成损失。考虑到热过滤时，有部分溶剂被蒸发损失掉，使部分晶体析出留在波纸上或漏斗颈中造成结晶损失，所以适宜用量是制成热的饱和溶液后，再多加20％左右。

4、重结晶的目的是什么？怎样进行重结晶？

答：从有机反应中得到的固体产品往往不纯，其中夹杂一些副产物、不反应的原料及催化剂等。纯化这类物质的有效方法就是选择合适的溶剂进行重结晶，其目的在于获得最大回收率的精制品。

进行重结晶的一般过程是：

①将待重结晶的物质在溶剂沸点或接近溶剂沸点的温度下溶解在合适的溶剂中，制成过饱和溶液。若待重结晶物质的熔点较溶剂的沸点低，则应制成在熔点以下的过饱和溶液。

②若待重结晶物质含有色杂质，可加活性碳煮沸脱色。

③趁热过滤以除去不溶物质和活性碳。

④冷却滤液，使晶体从过饱和溶液中析出，而可溶性杂质仍留在溶液里。

⑤减压过滤，把晶体从母液中分离出来，洗涤晶体以除去吸附在晶体表面上的母液。

5、重结晶时，如果溶液冷却后不析出晶体怎么办？

答：可采用下列方法诱发结晶：

(1)用玻璃棒摩擦容器内壁。(2)用冰水或其它制冷溶液冷却。(3)投入“晶种”。

6、粗乙酰苯胺进行重结晶操作时，注意哪几点才能得到产量高、质量好的产品？

答：在正确选择溶剂的前提下，应注意以下四点：

(1)溶解粗乙酰苯胺时，若煮沸时仍有油珠存在，不可认为是杂质而抛弃，此乃溶液温度>83℃，未溶于水，但已融化了乙酰苯胺，因其比重大于水而沉于器底，可补加少量的热水，直至完全溶解(注意：加水量不可过多，否则，将影响结晶的产率)。

(2)脱色时，加入活性炭的量不可太多，否则它会象吸附杂质一样吸附产物而影响产量。

(3)热的滤液碰到冷的器壁，很快析出结晶，但其质量往往不好，所以布氏漏斗，吸滤瓶应事先预热。

(4)静止等待结晶时，一定要使滤液慢慢冷却，以使所得结晶纯净，一般说来，溶液浓度大，冷却速度快，析出结晶细，晶体不够纯净；二是要充分冷却，用冷水或冰水冷却容器，以使晶体更好的从母液中析出。

7、如何除去液体化合物中的有色杂质？如何除去固体化合物中的有色杂质？除去固体化合物中的有色杂质时应注意什么？

答：除去液体化合物中的有色杂质，通常采用蒸馏的方法，因为杂质的相对分子质量大，留在残液中。除去固体化合物中的有色杂质，通常采用在重结晶过程中加入活性炭，有色杂质吸附在活性炭上，在热过滤一步除去。除去固体化合物中的有色杂质应注意：

(1)加入活性炭要适量，加多会吸附产物，加少，颜色脱不掉；

(2)不能在沸腾或接近沸腾的温度下加入活性炭，以免暴沸；

(3)加入活性炭后应煮沸几分钟后才能热过滤。

8、减压过滤（即：抽滤）的优点有：(1)

；(2)

；（3）；

答：(1)过滤和洗涤速度快；(2)固体和液体分离的比较完全；(3)滤出的固体容易干燥。

9、用水重结晶乙酰苯胺，在溶解过程中有无油状物出现？这是什么？

答：在溶解过程中会出现油状物，此油状物不是杂质。乙酰苯胺的熔点为114℃，但当乙酰苯胺用水重结晶时，往往于83℃就熔化成液体，这时在水层有溶解的乙酰苯胺，在熔化的乙酰苯胺层中含有水，故油状物为未溶于水而已熔化的乙酰苯胺，所以应继续加入溶剂，直至完全溶解。切不可认为是杂质而将其抛弃。

10、用活性炭脱色为什单要待固体物质完全溶解后才加入？为什么不能在溶液沸腾时加入？

答：活性炭可吸附有色杂质、树脂状物质以及均匀分散的物质。因为有色杂质虽可溶于沸腾的溶剂中，但当冷却析出结晶体时，部分杂质又会被结晶吸附，使得产物带色。所以用活性炭脱色要待固体物质完全溶解后才加入，并煮沸5－10min。要注意活性炭不能加入已沸腾的溶液中，以免溶液暴沸而从容器中冲出。

11、使用有机溶剂重结晶时，哪些操作容易着火？怎样才能避免呢？

答：有机溶剂往往不是易燃就是有一定的毒性，也有两者兼有的，操作时要熄灭邻近的一切明火，最好在通风橱内操作。常用三角烧瓶或圆底烧瓶作容器，因为它们瓶口较窄，溶剂不易发，又便于摇动，促使固体物质溶解。若使用的溶剂是低沸点易燃的，严禁在石棉网上直接加热，必须装上回流冷凝管，并根据其沸点的高低，选用热浴，若固体物质在溶剂中溶解速度较慢，需要较长时问，也要装上回流冷凝管，以免溶剂损失。

12、停止抽滤前，如不先拔除橡皮管就关住水阀（泵）会有什么问题产生？

答：如不先拔除橡皮管就关水泵，会发生水倒吸入抽滤瓶内，若需要的是滤液问题就大了。13、将溶液进行热过滤时，为什么要尽可能减少溶剂的挥发？如何减少其挥发？

答：溶剂挥发多了，会有部分晶体热过滤时析出留在滤纸上和漏斗颈中，造成损失，若用有机溶剂，挥发多了，造成浪费，还污染环境。

为此，过滤时漏斗应盖上表面皿（凹面向下），可减少溶剂的挥发。盛溶液的容器，一般用锥形瓶（水溶液除外），也可减少溶剂的挥发。

14、在布氏漏斗中用溶剂洗涤固体时应该注意些什么？

答：用重结晶的同一溶剂进行洗涤，用量应尽量少，以减少溶解损失。如重结晶的溶剂的熔点较高，在用原溶剂至少洗涤一次后。可用低沸点的溶剂洗涤，使最后的结晶产物易于干燥，（要注意此溶剂必须能和第一种溶剂互溶而对晶体是不溶或微溶的）。

思考：

在活性炭脱色热抽滤时，若发现母液中有少量活性炭，试分析可能由哪些原因引起的？应如何处理？

实验四

减压蒸馏

1、减压蒸馏装置通常由、、、、、、、、和

等组成。

答：克氏蒸馏烧瓶；冷凝管；两尾或多尾真空接引管；接受器；水银压力计；温度计；毛细管（副弹簧夹）；干燥塔；缓冲瓶；减压泵。

2、减压蒸馏时，往往使用一毛细管插入蒸馏烧瓶底部，它能冒出

A，成为液体的B，同时又起到搅拌作用，防止液体　C。

答：A:：气泡；

B：沸腾中心；

C：暴沸。

3、减压蒸馏操作中使用磨口仪器，应该将　A　部位仔细涂油；操作时必须先　B　后才能进行

C　　蒸馏，不允许边　　D　　边　　E　　；在蒸馏结束以后应该先停止

F，再使　　G，然后才能　　H。

答：A：磨口；　B：调好压力；　C：加热；　D：调整压力；E：加热；

F：加热；　G：系统与大气相同；　H：停泵。

4、在减压蒸馏装置中，氢氧化钠塔用来吸收

A

和

B,活性炭塔和块状石蜡用来吸收

C，氯化钙塔用来吸收

D。

答：A：酸性气体；B

：水；C：有机气体；D：水。

5、减压蒸馏操作前，需估计在一定压力下蒸馏物的A，或在一定温度下蒸馏所需要的B。

答：A：沸点；B：真空度。

6、减压蒸馏前，应该将混合物中的A

在常压下首先

B

除去，防止大量

C

进入吸收塔，甚至进入

D，降低

E的效率。

答：A：低沸点的物质；

B：蒸馏；

C：有机蒸汽；D：泵油；

E：油泵。

7、何谓减压蒸馏？适用于什么体系？减压蒸馏装置由哪些仪器、设备组成，各起什么作用？

答：在低于大气压力下进行的蒸馏称为减压蒸馏。减压蒸馏是分离提纯高沸点有机化合物的一种重要方法，特别适用于在常压下蒸馏未达到沸点时即受热分解、氧化或聚合的物质。减压蒸馏装置由四部分组成：蒸馏部分：主要仪器有蒸馏烧瓶，克氏蒸馏头，毛细管，温度计，直形冷凝管，多头接引管，接受器等，起分离作用。抽提部分：可用水泵或油泵，起产生低压作用。油泵保护部分：有冷却阱，有机蒸气吸收塔，酸性蒸气吸收塔，水蒸气吸收塔，起保护油泵正常工作作用。测压部分：主要是压力计，可以是水银压力计或真空计量表，起测量系统压力的作用。

8、减压蒸馏中毛细管的作用是什么？能否用沸石代替毛细管？如不用导气毛细管,用什么方法可以代替?该替代办法除起到毛细管的作用外,还有什么优点?

答：减压蒸馏时，空气由毛细管进入烧瓶，冒出小气泡，成为液体沸腾时的气化中心，这样不仅可以使液体平稳沸腾，防止暴沸，同时又起一定的搅拌作用。

不能用沸石代替毛细管。

如果不用毛细管，可以采用在磁力搅拌下减压蒸馏。优点：操作简单。缺点：不能提供惰性气体保护。见下图：

9、在怎样的情况下才用减压蒸馏？

答：沸点高的物质以及在普通蒸馏时还没达到沸点温度就已分解，氧化或聚合的物质才用减次蒸馏。

10、使用油泵减压时，实有哪些吸收和保护装置？其作用是什么？

答：油泵的结构较精密，工作条件要求较严，蒸馏时如有挥发性的有机溶剂、水、酸蒸气都会损坏泵和改变真空度。所以要有吸收和保护装置。

主要有：（1）冷阱：使低沸点（易挥发）物质冷凝下来不致进入真空泵。（2）无水CaCl2干燥塔，吸收水汽。（3）粒状氢氧化钠塔，吸收酸性气体。（4）切片石腊：吸收烃类物质。

实验五

水蒸气蒸馏

1、水蒸气蒸馏是用来分离和提纯有机化合物的重要方法之一，常用于下列情况：(1)混合物中含有大量的；(2)混合物中含有

物质；(3)在常压下蒸馏会发生的有机物质。

答：(1)固体；(2)焦油状物质；(3)氧化分解；高沸点。

2、什么情况下用水蒸气蒸馏？用水蒸气蒸馏的物质应具备什么条件？

答：下列情况可采用水蒸气蒸馏：

(1)混合物中含有大量的固体，通常的蒸馏、过滤、萃取等方法都不适用。

(2)混合物中含有焦油状物质，采用通常的蒸馏、萃取等方法都不适用。

(3)在常压下蒸馏会发生分解的高沸点有机物质。

用水蒸气蒸馏的物质应具备下列条件：

(1)随水蒸气蒸出的物质应不溶或难溶于水，且在沸腾下与水长时间共存而不起化学变化。

(2)随水蒸气蒸出的物质，应在比该物质的沸点低得多的温度，而且比水的沸点还要低得多的温度下即可蒸出。

3、怎样正确进行水蒸汽蒸馏操作？

答：①在进行水蒸气蒸馏之前，应认真检查水蒸气蒸馏装置是否严密。

②开始蒸馏时，应将T形管的止水夹打开，待有蒸气溢出时再旋紧夹子，使水蒸气进入三颈烧瓶中，并调整加热速度，以馏出速度2—3滴/秒为宜。

③操作中要随时注意安全管中的水柱是否有异常现象发生，若有，应立即打开夹子，停止加热，找出原因，排除故障后方可继续加热。

4、怎样判断水蒸汽蒸馏操作是否结束？如何停止操作，为什么？

答：当流出液澄清透明不再含有有机物质的油滴时，即可断定水蒸汽蒸馏结束（也可用盛有少量清水的锥形瓶或烧杯来检查是否有油珠存在）。

在停止操作后，应先旋开T形管的螺旋夹，再停止水蒸气发生器的加热，以免发生蒸馏烧瓶内残存液向水蒸气发生器发生倒灌的现象。

5、水蒸气蒸馏装置主要由几大部分组成？

答：水蒸气蒸馏装置主要由水蒸气发生器、三颈瓶和冷凝管三部分组成。

6、水蒸气发生器中的安全管的作用是什么？

答：安全管主要起压力指示计的作用，通过观察管中水柱高度判断水蒸气的压力；同时有安全阀的作用，当水蒸气蒸馏系统堵塞时，水蒸气压力急剧升高，水就可从安全管的上口冲出，使系统压力下降，保护了玻璃仪器免受破裂。

思考：安全管和T型管各起些什么作用？

以，为什么？

第三部分

有机化合物的制备

实验一

乙酸乙酯的制备

1、在合成液体有机化合物时，常常在反应液中加几粒沸石是为什么？

答：沸石为多孔性物质，它在溶液中受热时会产生一股稳定而细小的空气流泡，这一流泡以及随之而生的湍动能使液体中的大气泡破裂，成为液体分子的气化中心，从而使液体平稳地沸腾，防止液体过热而产生暴沸。

2、何谓酯化反应？有哪些物质可以作为酯化反应的催化剂？

答：羧酸和醇在少量酸催化作用下生成酯的反应，称为酯化反应。常用的酸催化剂有：浓硫酸，磷酸等质子酸，也可用固体超强酸及沸石分子筛等。

3、有机实验中，什么时候用蒸出反应装置？蒸出反应装置有哪些形式？

答：在有机实验中，有两种情况使用蒸出反应装置：

一种情况是反应是可逆平衡的，随着反应的进行，常用蒸出装置随时将产物蒸出，使平衡向正反应方向移动。

另一种情况是反应产物在反应条件下很容易进行二次反应，需及时将产物从反应体系中分离出来，以保持较高的产率。

蒸出反应装置有三种形式：蒸馏装置、分馏装置和回流分水装置。

4、有机实验中有哪些常用的冷却介质？应用范围如何？

答：有机实验中常用的冷却介质有：自来水，冰-水，冰-盐-水等，分别可将被冷却物冷却至室温，室温以下及0℃以下。

5、用羧酸和醇制备酯的合成实验中，为了提高酯的收率和缩短反应时间，应采取哪些主要措施？

答：(1)提高反应物之一的用量；(2)减少生成物的量(移去水或酯)；(3)催化剂浓硫酸的用量要适当(太少，反应速度慢，太多，会使副产物增多)；

6、根据你做过的实验，总结一下在什么情况下需用饱和食盐水洗涤有机液体？

答：当被洗涤液体的相对密度与水接近且小于水时，用饱和食盐水洗涤，有利于分层。有机物与水易形成乳浊液时，用饱和食盐水洗涤，可以破坏乳浊液形成。被洗涤的有机物在水中的溶解度大，用饱和食盐水洗涤可以降低有机物在水层中的溶解度，减少洗涤时的损失。

7、有机实验中，什么时候利用回流反应装置？怎样操作回流反应装置？

答：有两种情况需要使用回流反应装置：

①是反应为强放热的、物料的沸点又低，用回流装置将气化的物料冷凝回到反应体系中。

②是反应很难进行，需要长时间在较高的温度下反应，需用回流装置保持反应物料在沸腾温度下进行反应。

回流反应装置通常用球形冷凝管作回流冷凝管。进行回流反应操作应注意：

①根据反应物的理化性质选择合适的加热方式，如水浴、油浴或石棉网直接加热。

②不要忘记加沸石。

③控制回流速度，一般以上升的气环不超过冷凝管的1/3(即球形冷凝管的第一个球)。过高，蒸气不易全部冷凝回到反应烧瓶中；过低，反应烧瓶中的温度不能达到较高值。

8、液体有机物干燥前，应将被干燥液体中的尽可能，不应见到有。

答：水份；分离净；水层。

9、乙酸乙酯中含有（）杂质时，可用简单蒸馏的方法提纯乙酸乙酯。

（A）丁醇

（B）有色有机杂质

（C）乙酸

（D）水.答：B。

思考：

本次实验中一共排放了多少废水与废渣，你有什么治理方案？

实验二

1-溴丁烷的制备

1、在正溴丁烷制备实验中，硫酸浓度太高或太低会带来什么结果？

答：硫酸浓度太高：①会使NaBr氧化成Br2，而Br2不是亲核试剂。

NaBr

+

H2SO4(浓)

→Br2

+

SO2

+

H2O

+2NaHSO4

②加热回流时可能有大量HBr气体从冷凝管顶端逸出形成酸雾。

硫酸浓度太低：生成的HBr量不足，使反应难以进行。

2、什么时候用气体吸收装置？如何选择吸收剂？

答：反应中生成的有毒和刺激性气体(如卤化氢、二氧化硫)或反应时通入反应体系而没有完全转化的有毒气体(如氯气)，进入空气中会污染环境，此时要用气体吸收装置吸收有害气体。

选择吸收剂要根据被吸收气体的物理、化学性质来决定。可以用物理吸收剂，如用水吸收卤化氢；也可以用化学吸收剂，如用氢氧化钠溶液吸收氯和其它酸性气体。

3、在正溴丁烷的合成实验中，蒸馏出的馏出液中正溴丁烷通常应在下层，但有时可能出现在上层，为什么？若遇此现象如何处理？

答：若未反应的正丁醇较多，或因蒸镏过久而蒸出一些氢溴酸恒沸液，则液层的相对密度发生变化，正溴丁烷就可能悬浮或变为上层。遇此现象可加清水稀释，使油层(正溴丁烷)下沉。

4、用分液漏斗洗涤产物时，正溴丁烷时而在上层，时而在下层，若不知道产物的密度，可用什么简便的方法加以判断？

答：在分液漏斗中加入一些水，体积增大的那一层是水层，另一层是有机层。

5、最后蒸馏得到的产物1-溴丁烷有时不是无色透明的，而是浑浊的，这是为什么？如何处理？

答：这是因为有水。如果遇到这种情况，则应重新用无水氯化钙干燥，然后重新蒸馏。

思考：

1、加料时，如不按实验操作中的加料顺序，如先使溴化钠与浓硫酸混合然后再加正丁醇和水，将会出现何现象？

2、从反应混合物中分离出粗产品正溴丁烷时，为什么用蒸馏的方法，而不直接用分液漏斗分离？

3、本次实验中一共排放了多少废水与废渣，你有什么治理方案？

4、为什么蒸馏正溴丁烷之后残余物应趁热倒出？实验室如何处理处理残余物？

实验三

乙酸正丁酯的制备

1、在乙酸正丁酯的制备实验中，粗产品中除乙酸正丁酯外，还有哪些副产物？怎样减少副产物的生成？

答：主要副产物有：1－丁烯和正丁醚。方法有：回流时要用小火加热，保持微沸状态，以减少副反应的发生。

2、乙酸正丁酯的合成实验是根据什么原理来提高产品产量的？

答：该反应是可逆的。本实验是根据正丁酯与水形成恒沸蒸馏的方法，在回流反应装置中加一分水器，以不断除去酯化反应生成的水，来打破平衡，使反应向生成酯的方向进行，从而达到提高乙酸正丁酯产率之目的。

本实验是根据正丁酯与水形成恒沸蒸馏的方法，在回流反应装置中加一分水器，以不断除去酯化反应生成的水，来打破平衡，使反应向生成酯的方向进行，从而达到提高乙酸正丁酯产率之目的。

4、对乙酸正丁酯的粗产品进行水洗和碱洗的目的是什么？

答：(1)水洗的目的是除去水溶性杂质，如未反应的醇，过量碱及副产物少量的醛等。

(2)碱洗的目的是除去酸性杂质，如未反应的醋酸，硫酸，亚硫酸甚至副产物丁酸。

5、在合成反应中，有些可逆反应生成水，为了提高转化率，常用带水剂把水从反应体系中分出来，什么物质可作为带水剂？

答：可作带水剂的物质必需与水有最低共沸点，且在水中的溶解度很小，它可以是反应物或产物，例如：环已烯合成是利用产物与水形成共沸物；乙酸异戊酯合成中，反应初期利用原料异戊醇与水形成二元共沸物或原料、产物和水形成三元共沸物，并用分水器分水，同时将原料送回反应体系，随着反应的进行，原料减少，则利用产物乙酸异戊酯与水形成二元共沸物。带水剂也可以是外加的第三组分，但第三组分必需是对反应物和产物不起反应的物质，通常加入的第三组分有苯，环已烷，氯仿，四氯化碳等。

6、在乙酸正丁酯的精制过程中，如果最后蒸馏时前馏分多，其原因是什么？

答：原因可能是：

(1)酯化反应不完全，经洗涤后仍有少量的正丁醇等杂质留在产物中。

(2)干燥不彻底，产物中仍有微量水分。酯、正丁醇和水能形成二元或三元恒沸物，因而前馏分较多。

7、如果最后蒸馏时得到的是乙酸正丁酯混浊液，什么原因？

答：蒸馏系统所用仪器或粗产品干燥不彻底，使产品中混有微量的水分，该水分以乳浊液的形式存在于乙酸正丁酯中，因而使乙酸正丁酯混浊。

8、精制乙酸正丁酯的最后一步精馏，所用仪器为什么均需干燥？

答：如果粗制品的最后一步蒸馏所用的仪器不干燥或干燥不彻底，则蒸出的产品将混有水份，导致产品不纯、浑浊。

9、用MgSO4干燥粗乙酸正丁酯，如何掌握干燥剂的用量？

答：干燥剂的用量可视粗产品的多少和混浊程度而定，用量过多，由于MgSO4干燥剂的表面吸附，会使乙酸正丁酯有损失；用量过少，则MgSO4便会溶解在所吸附的水中，一般干燥剂用量以摇动锥形瓶时，干燥剂可在瓶底自由移动，一段时间后溶液澄清为宜。

10、在合成反应中,有些可逆反应生成水，为了提高转化率，常用带水剂把水从反应体系中分出来，什么物质可作为带水剂？

答：可作带水剂的物质必需与水有最低共沸点，且在水中的溶解度很小，它可以是反应物或产物，例如：环已烯合成是利用产物与水形成共沸物；乙酸异戊酯合成中，反应初期利用原料异戊醇与水形成二元共沸物或原料，产物和水形成三元共沸物，并用分水器分水，同时将原料送回反应体系，随着反应的进行，原料减少，则利用产物乙酸异戊酯与水形成二元共沸物。带水剂也可以是外加的第三组分，但第三组分必需是对反应物和产物不起反应的物质，通常加入的第三组分有苯、环已烷、氯仿、四氯化碳等。

思考：

在提纯粗产品的过程中，用碳酸钠溶液洗涤主要除去哪些杂质？若改用NaOH溶液是否可

思考题

实验一

常压蒸馏及沸点的测定

1、解：当液体混合物受热时，其蒸汽压随之升高。当与外界大气压相等时，液体变为蒸汽，再通过冷凝使蒸汽变为液体的两个联合操作的过程叫蒸馏。

从安全和效果方面考虑，蒸馏实验过程中应注意如下几点。

①待蒸馏液的体积约占蒸馏烧瓶体积的1/3～2/3。

②沸石应在液体未加热前加入。液体接近沸腾温度时，不能加入沸石，要待液体冷却后才能加入，用过的沸石不能再用。

③待蒸馏液的沸点如在140℃以下，可以选用直形冷凝管，若在140℃以上，则要选用空气冷凝管。

④蒸馏低沸点易燃液体时，不能明火加热，应改用水浴加热。

⑤蒸馏烧瓶不能蒸干，以防意外。

2、解：

（1）温度控制不好，蒸出速度太快，此时温度计的显示会超过79℃，同时馏液中将会含有高沸点液体有机物而至产品不纯，达不到蒸馏的目的。

（2）如果温度计水银球位于支管口之上，蒸气还未达到温度计水银球就已从支管流出，测定沸点时，将使数值偏低。若按规定的温度范围集取馏份，则按此温度计位置收集的馏份比规定的温度偏高，并且将有少量的馏份误作前馏份而损失，使收集量偏少。

如果温度计的水银球位于支管口之下，测定沸点时，数值将偏高。但若按规定的温度范围收集馏份时，则按此温度计位置收集的馏份比要求的温度偏低，并且将有少量的馏份误认为后馏份而损失。

3、解：(1)沸石的作用：沸石为多孔性物质，它在溶液中受热时会产生一股稳定而细小的空气泡流，这一气泡流以及随之而产生的湍动，能使液体中的大气泡破裂，成为液体分子的气化中心，从而使液体平稳地沸腾，防止了液体因过热而产生的暴沸。简而言之，是为了防止暴沸！

(2)如果加热后才发现没加沸石，应立即停止加热，待液体冷却后再补加，切忌在加热过程中补加，否则会引起剧烈的暴沸，甚至使部分液体冲出瓶外而引起着火。

4、解：中途停止蒸馏，再重新开始蒸馏时，因液体已被吸入沸石的空隙中，再加热已不能产生细小的空气流而失效，必须重新补加沸石。

5、解：应立即停止加热。

（1）冷却后补加新的沸石。用过的沸石一般不能再继续使用，因为它的微孔中已充满或留有杂质，孔径变小或堵塞，不能再起助沸作用。

（2）如有馏液蒸出来，则须等到冷凝管冷却后再通水。因为冷凝管骤冷会爆裂。

实验二

分馏

1、解：蒸馏可用于沸点相差较大或分离要求不高的液体混合物的分离。分馏主要用于相差较小或分离要求较高的液体混合物的分离。两者在原理上是相同的，分馏相当于多次蒸馏。除了应用范围不同外，它们的装置也不同，分馏装置比蒸馏装置多了一个分馏柱。它们在操作上馏出速度也不同，蒸馏操作馏出速度尾1～2滴/s，而分馏馏出速度为1滴/（2～3）s。

2、解：不可以。如果把分馏柱顶上温度计的水银柱的位置向下插些，这样测定沸点时，数值将偏高。但若按规定的温度范围集取馏份时，则按此温度计位置集取的馏份比要求的温度偏低，并且将有少量的馏份误认为后馏份而损失。

3、解：加热过快，馏液滴数增加，使得上升的蒸汽来不及热交换就直接进入冷凝管，所以分离能力会下降。

4、解：这样可以保证上面冷凝下来的液体与下面上升的气体进行充分的热交换和质交换，提高分离效果。

5、解：填充物在柱中起到增加蒸汽与回流液接触的作用，填充物比表面积越大，越有利于提高分离效率。所以有填充物的柱比不装填料的效率高。

实验三

重结晶

1、解：一般包括：

（1）选择适宜溶剂，目的在于获得最大回收率的精制品。

（2）制成热的饱和溶液。目的是脱色。

（2）热过滤，目的是为了除去不溶性杂质（包括活性炭）。

（3）晶体的析出，目的是为了形成整齐的晶体。

（4）晶体的收集和洗涤，除去易溶的杂质，除去存在于晶体表面的母液。

（4）晶体的干燥，除去附着于晶体表面的母液和溶剂。

2、解：控制溶剂用量，利于配制饱和溶液。

3、解：应注意：

(1)加入活性炭要适量，加多会吸附产物，加少，颜色脱不掉；用量为固体重量的1～5%为合适。

(2)不能在沸腾或接近沸腾的温度下加入活性炭，以免暴沸；

(3)加入活性炭后应煮沸几分钟后才能热过滤。

4、解：如果滤纸大于漏斗瓷孔面时，滤纸将会折边，那样滤液在抽滤时将会自滤纸边沿吸入瓶中，而造成晶体损失。所以不能大，只要盖住瓷孔即可。

5、解：与第一次析出的晶体相比，纯度下降。因为母液中杂质的浓度会更高，所以结晶产品中杂质含量也相对较高。

6、解：注意：

（1）边加热边趁热过滤。要不时加热大烧杯。

（2）热滤滤纸不能有缺口。热滤时要沉着冷静，不要让活性炭从滤纸边缘掉到锥形瓶里。

（3）总的溶液不能超过120ml。否则产率降低。

（4）注意挤干晶体。否则产率虚高。

7、解：一般通过晶形、色泽、熔点和熔点矩等作初步判断。具有单一晶形、颜色均匀、熔程在0.5℃以内的固体，可视为纯净。

实验四

减压蒸馏

1、解：液体的沸点随外界压力的降低而降低。在低于大气压力下进行的蒸馏称为减压蒸馏。减压蒸馏主要应用于：

①纯化高沸点液体；

②分离或纯化在常压沸点温度下易于分解、氧化或发生其它化学变化的液体；

③分离在常压下因沸点相近二难于分离，但在减压下可有效分离的液体混合物；

④分离纯化低熔点固体。

2、解：装配要求：系统不漏气，压力稳定，平稳沸腾。

应注意：

①减压蒸馏时应用克氏蒸馏头，带支管的接液管或使用多头接液管。

②需用毛细管代替沸石，防止暴沸。

③要求用热浴加热，需使用厚壁耐压的玻璃仪器。

\*3、解：必须先抽真空后加热，对于油泵，原因是：系统内充满空气，加热后部分溶液气化，再抽气时，大量气体来不及冷凝和吸收，会直接进入真空泵，损坏泵改变真空度。如先抽气再加热，可以避免或减少之。

对于水泵：防止由于“过热”引起的暴沸。

必须用热浴加热：用热浴的好处是加热均匀，可防止暴沸，如果直接用火加热的话，情况正好相反。

\*4、解：略

\*5、解：蒸馏完毕移去热源，慢慢旋开螺旋夹，并慢慢打开二通活塞，（这样可以防止倒吸），平衡内外压力，使测压计的水银柱慢慢地回复原状（若放开得太快，水银柱很快上升，有冲破压力计的可能）然后关闭油泵和冷却水。

实验六

水蒸气蒸馏

1、解：插入容器底部的目的是使瓶内液体充分加热和搅拌，有利于更有效地进行水蒸汽蒸馏。

2、解：经常要检查安全管中水位是否正常，若安全管中水位上升很高，说明系统有堵塞现象，这时应立即打开止水夹，让水蒸汽发生器和大气相通，排除故障后方可继续进行蒸馏。

3、解：在分液漏斗中加入一些水，体积增大的那一层是水层，另一层是有机层。

实验七

乙酸乙酯的制备

1、解：催化剂和脱水剂。说明：硫酸的用量为醇用量的3%时即起催化作用。当硫酸用量较多时，它又起脱水作用而增加酯的产率。但当硫酸用量过多时，由于它在高温时会起氧化作用，结果对反应反而不利。本实验用了5ml硫酸，硫酸已经过量了。

2、解：可逆反应，需酸催化。方法有：(1)提高反应物之一的用量；(2)减少生成物的量(移去水或酯)；(3)催化剂浓硫酸的用量要适当(太少，反应速度慢，太多，会使副产物增多，但不影响产率)。

3、解：饱和氯化钙溶液可以除去未反应的乙醇。当酯层用碳酸钠洗过后，若紧接着就用氯化钙溶液洗涤，有可能产生絮状的碳酸钙沉淀，使进一步分离变得困难，故在这两步操作之间必须水洗一下。由于乙酸乙酯在水中有一定的溶解度，为了尽可能减少由此而造成的损失，采用“盐析效应”，所以实际上用饱和食盐水进行水洗。（参见教材P40，盐析效应）

实验八

乙酸正丁酯的制备

1、解：可能的副反应：

提高产率的方法有：(1)提高反应物之一的用量；(2)减少生成物的量(移去水或酯)。

2、解：不可以。因为开始加热蒸馏出来的乙醇与水互溶后，使分水器中的水倒灌进入烧瓶，导致产率大大降低。

\*3、解：分水器的作用就是除去反应过程中生成的水，使反应向生成物的方向进行，提高反应产率。带水剂的作用就是与水形成饱和蒸气压，将水带出来；同时也可以降低反应温度，使反应平稳进行。

\*4、解：方法有：沸点、折光率、气相色谱等的测定。

\*5、解：见实验报告。

实验九

1-溴丁烷的制备

1、解：副反应有：

减少副反应的方法：（1）注意加料顺序。切不可颠倒！（2）加热溶解过程中，要不断摇动。这样可以扩大固液接触面，加快反应速度。

2、解：油层若呈红棕色，说明含有游离的溴。可用少量亚硫酸氢钠水溶液洗涤以除去游离溴。

反应方程式为：Br2+NaHSO3

+H2O→

2HBr

+

NaHSO41、解：碳酸钠溶液可以除去HBr、Br2等杂质。水洗涤是除去碳酸钠溶液。

本DOCX文档由 www.zciku.com/中词库网 生成，海量范文文档任你选，，为你的工作锦上添花,祝你一臂之力！