


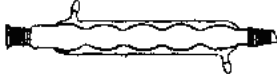
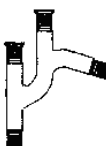
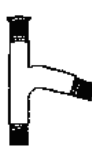





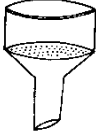
浙江工业大学 2007/2008 学年第二学期

基础化学实验（II）（有机化学模块）笔试试卷

班级 _____ 学号 _____ 姓名 _____

题号	第一题	第二题	第三题	第四题	第五题	总分
得分						

第一题 指出下表中常用仪器的名称（共 10 分）：

第二题 选择题（请将各题的答案填在下表中，共 20 分）：

题号	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
答案										
题号	11	12	13	14	15	16	17	18	19	20
答案										

1. 只用一次简单蒸馏操作就可以分离的混合物，其组分间的沸点差应当是：

(A) $\geq 30^\circ\text{C}$ (B) $\leq 30^\circ\text{C}$ (C) $\geq 100^\circ\text{C}$ (D) 90°C

2. 尽管分馏的分离效能大于蒸馏，但也不能将共沸物分离开来，其原因是：

- (A) 共沸物的组成可以变化 (B) 共沸物具有确定的沸点
(C) 蒸气的组成与液相相同 (C) 分馏柱的理论塔板数不够多
3. 减压蒸馏提纯液体有机物时, 为了防止液体过热、暴沸, 一般是:
(A) 向蒸馏瓶中加入沸石 (B) 向蒸馏瓶中加入一端封闭的毛细管
(C) 控制较小的真空度 (D) 通过毛细管向蒸馏瓶中不断地引入微小气泡
4. 经过干燥剂干燥的有机物透明澄清, 可以肯定该有机物:
(A) 已不含水 (B) 仍含有水 (C) 不能确定已不含水 (D) 含水量未变化
5. 用薄层色谱法分离两组分混合物, 展开后测得两样点的比移值 (R_f) 分别是 0.7、0.4, 而点样线至展开剂前沿距离为 10cm, 则两样点之间的距离是:
(A) 1cm (B) 2cm (C) 3cm (D) 4cm
6. 在制备邻叔丁基对苯二酚时, 反应瓶中的投料量是: 叔丁醇 12.2mL ($d_4^{20}=0.7858$)、对苯二酚 11.0g、85%磷酸 3.4mL ($d_4^{20}=1.6850$)、二甲苯 36.8mL ($d_4^{20}=0.8650$), 则其理论产量是: A
(A) 16.6g (B) 21.6g (C) 8.50g (D) 49.8g
7. 在苯甲酸的碱性溶液中, 通过水蒸气蒸馏方法可以除去下列哪种杂质:
(A) $MgSO_4$ (B) CH_3COONa (C) C_6H_5CHO (D) $NaCl$
8. 使用显微熔点测定仪测熔点时, 结果熔点偏高、熔程较宽的原因是:
(A) 试样有杂质 (B) 试样不干燥 (C) 载玻片不干燥 (D) 温度上升太快
9. 使用显微熔点测定仪测熔点时, 为节省时间, 可先快速后慢速加热, 但温度快升至熔点时, 应控制好温度上升的速度, 特别是当温度到达比近似熔点低约 $10^\circ C$ 时, 升温速度为:
(A) $1\sim 2^\circ C/分钟$ (B) $5^\circ C/分钟$ (C) $1^\circ C/2\sim 3分钟$ (D) 都不对
10. 以苯甲酸和乙醇发生酯化反应制备苯甲酸乙酯的实验中, 加入苯的目的是:
(A) 降低反应温度 (B) 作反应物的溶剂 (C) 带出生成的酯 (C) 带出生成的水
11. 应选用下列哪种干燥剂来干燥含少量水分的乙醇?
(A) 无水 $CaCl_2$ (B) 金属钠 (C) 无水 $MgSO_4$ (D) P_2O_5
12. 制备对硝基苯胺用下列哪种方法比较好?
(A) 苯胺硝化 (B) 乙酰苯胺硝化后水解 (C) 硝基苯二次硝化后还原 (D) 都可以
13. 通过光照射偶氮苯, 能促使顺式偶氮苯和反式偶氮苯的相互转化。在薄层色谱实验中, 用硅胶 GF_{254} 为吸附剂制成薄层板, 分离光照射过的偶氮苯样品, 出现两个斑点, 则其中 R_f 值较大的斑点是:
(A) 顺式偶氮苯 (B) 反式偶氮苯 (C) 光照射后的分解产物 (D) 不能确定
14. 在蒸馏操作时, 为保证馏分的纯度, 必须控制好蒸馏速度, 其要求是:
(A) 1滴 / $2\sim 3$ 秒 (B) $1\sim 2$ 滴 / 秒 (C) $3\sim 4$ 滴 / 秒 (D) 都不对
15. 在利用 Cannizzaro 反应制备苯甲醇与苯甲酸的实验中, 要用饱和亚硫酸氢钠溶液洗涤, 其目的是洗掉萃取液中的什么物质:
(A) 苯甲酸 (B) 苯甲醇 (C) 苯甲醛 (D) 乙醚
16. 在重结晶操作过程中, 常常需要加入活性炭脱色, 为防止暴沸, 正确的做法是先制成热的饱和溶液, 然后:

- (A) 在沸腾着的溶液中快速加入活性炭粉末 (B) 待溶液完全冷却后, 再加入活性炭粉末
(C) 待溶液稍冷却后, 再加入活性炭粉末 (C) 先补加一定量的水后, 再加入活性炭粉末

17. 在制备苯甲酸乙酯的酯化反应中, 加入苯的目的是:

- (A) 反应物之一 (B) 带水剂 (C) 催化剂 (D) 还原剂

18. 常用的乙酰化试剂是什么?

- (A) 冰乙酸 (B) 乙酸酐 (C) 乙酰氯 (D) A+B+C

19. 下列溶剂极性由大到小的顺序排列正确的是:

- (A) 石油醚>苯>氯仿>乙酸乙酯 (B) 苯>石油醚>氯仿>乙酸乙酯
(C) 乙酸乙酯>氯仿>苯>石油醚 (D) 石油醚>氯仿>乙酸乙酯>苯

20. 实验室减压蒸馏提纯液体化合物时, 接收器可选用:

- (A) 锥形瓶 (B) 圆底烧瓶 (C) 平底烧瓶 (D) 都可以

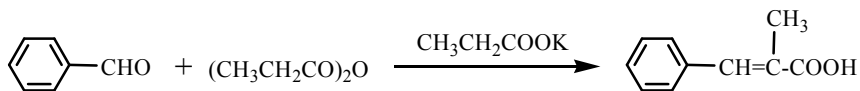
第三题 填空题 (每个空格 1 分, 共 16 分)

1、用 Perkin 反应在实验室合成 α -甲基- β -苯基丙烯酸, 试问: (1) 主要反应原料及催化剂有: _____、_____。(2) 反应方程式为_____。

(3) 反应液中除产品、树脂状的固体颗粒外, 主要还有: A_____, B_____。(4) 除去 A 的方法是_____。(5) 除去 B 的方法是_____。

答: (1) 苯甲醛; 丙酸酐; 丙酸钾或碳酸钾。

(2) 反应方程式为:



(3) A: 苯甲醛 B: 丙酸钾

(4) 水蒸气蒸馏

(5) 冷却, 酸化后, 过滤掉母液。

2、实验室蒸馏乙醚时, 为保证安全, 必须注意以下几点: (1) _____;

(2) _____; (3) _____。

答: (1) 在近旁没有任何种类的明火时才能使用乙醚; (2) 蒸乙醚时可在接引管支管上连接一长橡皮管通入水槽的下水管内或引出室外; (3) 接受器用冷水浴冷却。

3、微波辐射化学是研究在化学中应用微波的一门新兴的前沿交叉学科, 它在国外的研究进展十分活跃。与常规加热法相比, 微波辐射促进合成方法具有_____, _____, _____, 且能实现一些常规方法难以实现的反应等优点。

答: 显著的节能、提高反应速率、减少污染

4、当进行_____反应, 或_____时, 为避免反应瓶内局部过浓、过热而导致其它副反应

或有机化合物分解，必须进行搅拌。搅拌常常能使反应温度均匀，缩短反应时间和提高产率。

答：非均相 反应物之一要逐渐滴加

第四题 问答题（第1题15分，第2题5分，第3题10分，共30分）

1、重结晶的目的是什么？重结晶的一般过程如何？在重结晶过程中，必须注意哪些方面才能使产品的产率高、纯度和外形好？

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、未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，其目的在于提高产品的纯度，得到完整的晶体外形，获得最大回收率的精制品。（4分）

进行重结晶的一般过程是：（5分）

（1）将不纯的固体有机物在溶剂的沸点或接近沸点的温度下溶解在溶剂中，制成接近饱和的浓溶液。若固体有机物的熔点较溶剂沸点低，则应制成在熔点温度以下的饱和溶液；

（2）若溶液含有色杂质，可加入活性炭煮沸褪色；

（3）过滤此热溶液以除去其中的不溶性物质及活性炭；

（4）将滤液冷却，使结晶自过饱和溶液中析出，而杂质留在母液中；

（5）抽气过滤，从母液中将结晶分出，洗涤结晶以除去吸附的母液。

在重结晶过程中，必须注意以下几点才能使产品的产率高、纯度和外形好：（6分）

（1）正确选择溶剂；

（2）溶剂的加入量要适当；

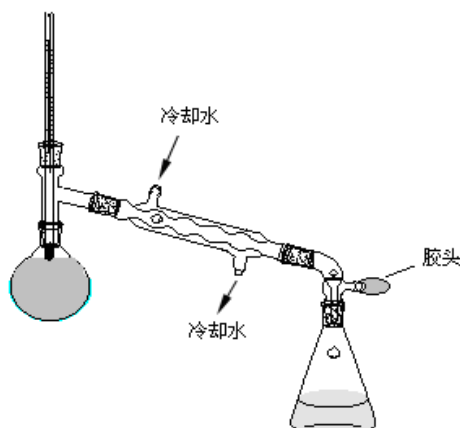
（3）活性炭脱色时，一是加入量要适当，二是切忌在沸腾时加入活性炭；

（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。

2、请指出以下常压蒸馏装置中的错误之处？如何纠正？



答：主要错误有：

（1）温度计插入太深，温度计水银球的上端与蒸馏头支管口的下侧齐平。

（2）冷凝水的流向不对，应从冷凝管的下端进水，上端出水。

- (3) 冷凝管用错，应选择直形冷凝管。
- (4) 蒸馏液太满，不能蒸馏瓶容积的 2/3。
- (5) 常压蒸馏时，整个体系不能密闭。去掉支管接引管的支管口的胶头。

3、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：

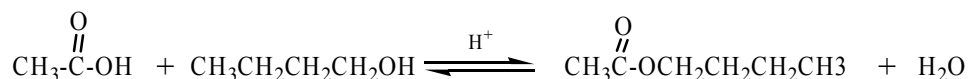
- (1) 随水蒸气蒸出的物质应不溶或难溶于水。
- (2) 在沸腾下与水长时间共存而不起化学变化。
- (3) 在 100℃ 左右必须具有一定的蒸气压（一般不小于 10mmHg）。

第五题 综合分析题（第 1 题 16 分，第 2 题 8 分，共 24 分）

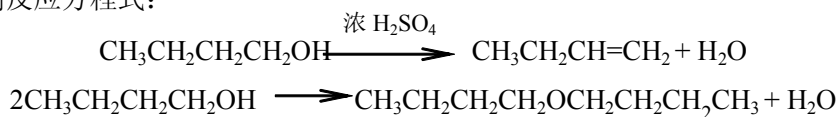
1、羧酸与醇在浓硫酸的催化下发生酯化反应。酯化反应是可逆反应。某同学用硫酸作催化剂，采用等摩尔量的乙酸与正丁醇反应，制备乙酸正丁酯。请回答以下问题：

- (1) 写出制备的主反应方程式和主要的副反应方程式。（2 分）
- (2) 画出制备的实验装置图，并标出每件仪器的名称。（4 分）
- (3) 分析实验装置的设计原理（提示：正丁醇、乙酸正丁酯和水可以形成数种恒沸混合物，正丁醇、乙酸正丁酯在水中的溶解度很小，且密度小于水）。（5 分）
- (4) 简要写出实验操作的要点。（5 分）

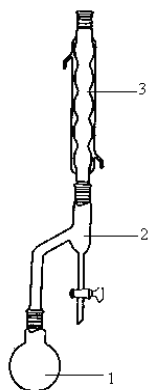
答：（1）主反应方程式：



主要的副反应方程式：



(2)



1. 圆底烧瓶 2. 分水器 3. 球形冷凝管

(3) ①由于是可逆反应，因此必须用平衡移动的原理提高合成产率；（1分）

②采用边反应边蒸出产物的方法会将大量的原料正丁醇共沸蒸出，因此是不可行的；（1分）

③由于正丁醇和乙酸正丁酯的混合物在水中的溶解度很小，且密度小于水，因此采用回流分水装置就使得反应中生成的水不断地被蒸出除去，而正丁醇则伴随乙酸正丁酯返回烧瓶中继续反应生成乙酸正丁酯。（3分）

(4) 在分水器中先加入一些水，使水面略低于回流支管的下沿，在整个反应阶段始终保持这个水面，生成的水从活塞放出，这样有利于共沸冷凝液中的醇及时回流到反应烧瓶中参加反应；（1分）

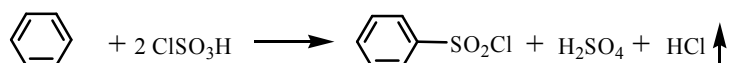
开始时用小火加热，待反应进行一段时间后，再用大火加热使之回流，这样可以减少醇的损失；（1分）

待分水器中水不再增加时，停止加热，也可以通过从分水器中分出的水量估计反应进行的程度；（1分）

反应液冷却后，连同分水器中的酯、水一起倒入冷水中，分去水层；（1分）

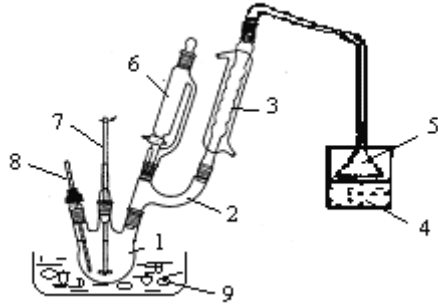
依次用10%碳酸钠溶液、水洗涤油层，用无水硫酸镁干燥，常压蒸馏收集产品馏分。（1分）

2、用苯与氯磺酸制备苯磺酰氯：



操作步骤如下：将3mL氯磺酸（无色发烟、有腐蚀性液体，沸点158℃）慢慢加入1mol 苯中，要求反应混合物均匀，并保持冰水浴温度0~5℃。加完氯磺酸后，将反应混合物温度升高到室温，至无氯化氢气体逸出，反应结束。设计反应装置，并画图，标出所用仪器名称。

答：此题要充分考虑反应物及产物的状态、性质、加料方式等问题。反应装置应该有滴加、搅拌、气体吸收、温度指示、回流等部分。



1. 三口烧瓶 2. 二口连接管 3. 球形冷凝管 4. 烧杯 5. 漏斗 6. 恒压滴液漏斗 7. 搅拌桨 8. 温度计 9. 冰浴锅