

**浙江工业大学 2010/2011 学年第二学期
基础化学实验 II（有机化学实验）理论考试试卷**

班级：_____ 学号：_____ 姓名：_____

实验时间：_____（单/双）周星期_____（上/下）午 指导教师：_____

题号	一	二	三	四	总分
得分					

注意：请将第一题、第二题的答案填入下表，否则无效。

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										
题号	21	22	23	24	25	26	27	28		
答案										

一、单项选择题（每个选项 2 分，共 30 分）

1. 有关气体钢瓶的正确使用和操作，以下说法不正确的是（ ）。
 - (A) 不可把气瓶内气体用光，以防重新充气时发生危险。
 - (B) 各种压力表可相互通用。
 - (C) 可燃性气瓶（如 H_2 、 C_2H_2 等）应与氧气瓶分开存放。
 - (D) 检查减压阀是否关闭，方法是逆时针旋转调压手柄至螺杆松开为止。
2. 标准磨口玻璃仪器通常用 D/H 两个数字表示磨口的规格，如 19/26，表示（ ）。
 - (A) 磨口大端直径 19mm，磨口长度 26mm
 - (B) 磨口小端直径 19mm，磨口大端直径 26mm
 - (C) 磨口大端直径 26mm，磨口长度 19mm
 - (D) 磨口平均直径 19mm，磨口长度 26mm
3. 在苯甲酸的碱性溶液中，含有（ ）杂质，可用水蒸气蒸馏方法除去。
 - (A) $MgSO_4$
 - (B) CH_3COONa
 - (C) C_6H_5CHO
 - (D) $NaCl$
4. 用无水硫酸镁干燥液体产品时，下面说法不对的是（ ）。
 - (A) 由于无水 $MgSO_4$ 是高效干燥剂，所以一般干燥 5-10min 就可以了。
 - (B) 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 $MgSO_4$ 干燥剂的表面吸附，会使产品损失。
 - (C) 用量过少，则 $MgSO_4$ 便会溶解在所吸附的水中。
 - (D) 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。

5. 关于减压蒸馏听到有以下四种说法, 则其中错误的说法是 ()。
- (A) 加入的待蒸液体体积不应超过蒸馏瓶容积的二分之一。
(B) 不可用平底烧或锥形瓶作接收瓶。
(C) 应使用尽可能高的真空度以便使沸点降得更低些。
(D) 在减压蒸馏之前必须尽量除去其中可能含有的低沸点组分。
6. 当加热后已有馏分出来时才发现冷凝管没有通水, 应该 ()
- (A) 立即停止加热, 待冷凝管冷却后, 通入冷凝水, 再重新加热蒸馏。
(B) 抓紧小心通入冷凝水, 继续蒸馏。
(C) 立即停止加热, 更换冷凝管后, 通入冷凝水, 再重新加热蒸馏。
(D) 影响不大, 继续蒸馏操作。
7. 在减压蒸馏装置中, 为了保护真空泵, 常常安装有三级吸收塔, 其中氢氧化钠吸收塔用来吸收 (), 活性炭吸收塔或块状石蜡吸收塔用来吸收 (), 氯化钙吸收塔用来吸收 ()。
- (A) 酸性气体 (B) 碱性气体 (C) 有机气体 (D) 水
8. 用显微熔点仪测定熔点时, 使熔点偏高、熔程变宽的因素是 ()。
- (A) 试样有杂质 (B) 试样不干燥 (C) 载玻片不干净 (D) 温度上升太快
9. 在苯甲酸与乙醇的酯化反应中, 为了提高产率, 下列哪种方法最有效 ()?
- (A) 加入过量的乙醇, 同时采用回流分水的办法尽可能除去产物中的小分子生成物一水。
(B) 加入过量的乙醇, 同时尽可能延长回流时间。
(C) 加入过量的乙醇, 同时尽可能提高反应温度。
(D) 加入过量的乙醇, 同时尽可能延长回流时间, 并提高反应温度。
10. 低沸点易燃液体蒸馏时 (如乙醚), 除了与一般蒸馏操作相同以外, 最要强调的是 ()。
- (A) 体系通大气 (B) 要有温度计测量沸程 (C) 要加沸石 (D) 不能用明火加热
11. 水汽蒸馏时, 被蒸馏的化合物一般要求在 100°C 时的饱和蒸汽压不小于 ()。
- (A) 1000Pa (B) 1330Pa (C) 133Pa (D) 266Pa
12. 下列哪个实验可以使用分水器来有效提高产率 ():
- (A) 用对苯二酚制备邻叔丁基对苯二酚 (B) 用乙醇和苯甲酸制备苯甲酸乙酯
(C) 用苯甲醛制备肉桂酸 (D) 用苯胺制备乙酰苯胺
13. 在减压蒸馏时为了防止暴沸, 应向反应体系 ()。
- (A) 加入玻璃毛细管引入气化中心 (B) 通过毛细管向体系引入微小气流
(C) 加入沸石引入气化中心 (D) 控制较小的压力

二、阅读判断题 (每个选项 2 分, 共 30 分)

某同学做了以下两个实验, 请你仔细阅读实验内容, 然后选择一个正确答案。

实验一

在 250mL 三口烧瓶上安装机械搅拌及回流冷凝管, 另一口塞住。加入 8g 氢氧化钠和 30mL 水,

搅拌溶解。稍冷，加入 10 mL 新蒸过的苯甲醛。开启搅拌器，调整转速，使搅拌平稳进行。加热回流约 40 min，直至反应液透明澄清。

回流结束后，从球形冷凝管上口缓缓加入冷水 20mL，搅拌均匀，冷却至室温。倒入分液漏斗，用乙醚萃取三次。水层保留待用。

合并三次乙醚萃取液，依次用 5 mL 饱和亚硫酸氢钠溶液洗涤、10mL 10%碳酸钠溶液洗涤、10 mL 水洗涤，再用干燥剂干燥。安装好蒸馏装置，缓缓加热蒸出乙醚，然后升高温度蒸馏，当温度升到 140℃时改用空气冷凝管，收集 198℃~204℃的馏分，得到产品①。

将保留的水层慢慢地加入到盛有 30 mL 浓盐酸和 30 mL 水的溶液中，同时用玻璃棒搅拌，析出白色固体，抽滤，得到粗品。用水作溶剂重结晶，得到产品②。

14. 本实验的主反应是 ():

(A) Cannizzaro 反应 (B) Diels-Alder 反应 (C) Friedel-Crafts 反应 (D) Grignard 反应

15. 本实验采用新蒸过的苯甲醛作原料，主要原因是久置的苯甲醛含有 ():

(A) 苯甲醇 (B) 苯甲酸 (C) 苯酚 (D) 甲苯

16. 回流结束后，必须冷却到室温，再加入乙醚萃取。冷却的目的主要是 ():

(A) 防止产品还原 (B) 防止产品氧化 (C) 防止乙醚气化冲出 (D) 防止产品水解

17. 实验中用饱和亚硫酸氢钠溶液洗涤乙醚萃取液，其目的是除去 ():

(A) 苯甲醇 (B) 苯甲醛 (C) 苯酚 (D) 苯甲酸

18. 乙醚萃取液不能用以下哪种干燥剂干燥 ():

(A) 无水碳酸钾 (B) 无水硫酸钠 (C) 无水硫酸镁 (D) 无水氯化钙

19. 经乙醚萃取过的水层在与盐酸混合前，其中的反应物以何种状态存在 ():

(A) 络合物 (B) 缩醛 (C) 氧化物 (D) 钠盐

20. 本实验在蒸出乙醚后，收集不到 198℃~204℃的馏分，温度只上升到 178℃左右恒定不变，那么该馏分应该是 ():

(A) 苯甲醇 (B) 苯甲酸 (C) 苯甲醛 (D) 苯酚

21. 蒸馏过程中，当温度升到 140℃时改用空气冷凝管，其主要目的是 ():

(A) 防止直形冷凝管爆裂 (B) 防止水污染产品

(C) 防止产品挥发损失 (D) 防止产品凝固

22. 在重结晶的过程中，热过滤后由于转移不及时，抽滤瓶的瓶壁上沾有少量固体，正确的做法是 ():

(A) 加大量水把这些固体冲洗下来，再合到结晶的烧杯中，一起抽滤，以防损失。

(B) 待结晶结束后，抽滤，利用母液冲洗这些固体，再抽滤，得到产品。

(C) 为保证产品纯度，直接洗掉这些固体，以防污染产品。

(D) 一般不做处理，实验结束时，把抽滤瓶洗干净即可。

23. 本实验得到的产品①和产品②分别是 ():

(A) 苯甲醇，苯甲酸 (B) 苯甲醛，苯酚 (C) 甲苯，苯酚 (D) 甲苯，苯乙醇

实验二

在 250 mL 圆底烧瓶中加入依次加入 4.2 g 高锰酸钾、2.0 g 碳酸钠、20 mL 水，摇匀，再加入 2.1 mL 苯甲醇、30 mL 水和 2 粒沸石。

将圆底烧瓶置于微波化学反应器内，装上回流装置，关闭微波炉门，设定反应时间为 18 min，反应功率为 60%（满功率 650 W），开启微波反应器。

反应结束后，趁热将反应瓶从微波反应器中取出，迅速抽滤。滤液冷却后，用浓盐酸（约 6 mL）酸化到 pH=3~4，析出固体。抽滤，用少量冷水洗涤，得到苯甲酸粗品。

24. 本实验从反应原理来讲，应是（ ）。

- (A) 氧化反应 (B) 加成反应 (C) 取代反应 (D) 微波反应

25. 实验采用苯甲醇作原料，如改为苯乙醇作原料，产物应为（ ）。

- (A) 苯乙酸 (B) 苯甲酸 (C) 乙苯 (D) 甲苯

26. 本实验采用微波加热，与常规加热相比，微波加热最大的优势是（ ）。

- (A) 提高反应速率，缩短反应时间，且能实现常规加热无法进行的反应
(B) 改变反应机理，得到与常规加热不同的产品
(C) 微波节省了实验仪器
(D) 实验操作比较方便

27. 反应结束后，趁热将反应瓶从微波反应器中取出，迅速抽滤。如滤液呈紫红色，可滴加下列哪种溶液把颜色褪去（ ）。

- (A) 饱和 NaHSO₃ 溶液 (B) 饱和 Na₂CO₃ 溶液
(C) 饱和 NaCl 溶液 (D) 饱和 Na₂SO₄ 溶液

28. 实验得到的苯甲酸粗品，可用下列哪种方法提纯（ ）。

- (A) 常压蒸馏 (B) 减压蒸馏 (C) 水蒸汽蒸馏 (D) 重结晶

三、简答题（每小题 10 分，共 20 分）

1. 重结晶时溶剂的选择依据什么原则？重结晶一般包括哪几个操作步骤？

2. 影响萃取效率的因素主要有哪些？选择萃取溶剂时应注意什么？

四、综合题（20分）

实验室常用苯甲醛和醋酸酐在醋酸钾存在下发生Perkin反应，制备肉桂酸。根据该实验回答下列问题：

1. 写出该合成实验制备肉桂酸的反应方程式。（2分）

2. 画出本合成实验装置图（反应回流装置及水蒸气蒸馏装置）。（10分）

3. 反应回流结束后，加入饱和碳酸钠溶液，调节 pH 值为 8~9，其目的是什么？为什么不能用饱和氢氧化钠溶液代替饱和碳酸钠溶液来调节 pH 值？（4分）

4. 如实验中采用苯甲醛和丙酸酐在醋酸钾存在下进行反应，得到的是什么产物？写出结构式。（4分）

**浙江工业大学 2010/2011 学年第二学期
基础化学实验 II (有机化学实验) 理论考试试卷答案**

一、单项选择题，二、阅读判断题

题号	1	2	3	4	5	6	7			8	9	10
答案	B	A	C	A	C	A	A	C	D	D	A	D
题号	11	12	13	14	15	16	17			18	19	20
答案	B	B	B	A	B	C	B			D	D	C
题号	21	22	23	24	25	26	27			28		
答案	A	B	A	A	B	A	A			D		

三、简答题

1. 重结晶时溶剂的选择依据什么原则？重结晶一般包括哪几个操作步骤？

答：合适的溶剂必须具备以下条件：

- (1) 不与被提纯物质发生化学反应；
- (2) 在较高温度时能溶解多量的被提纯物质，而在室温或更低温度时只能溶解少量；
- (3) 对杂质的溶解度非常大或非常小，前一种情况可让杂质留在母液中不随提纯物质一同析出，后一种情况是使杂质在热过滤时被滤去；
- (4) 溶剂易挥发，易与结晶分离除去，但沸点不宜过低；
- (5) 能给出较好的结晶；
- (6) 价格低、毒性小、易回收、操作安全。

重结晶提纯的一般过程为：

- (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，可加入活性炭煮沸脱色；
- (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。所得的固体结晶，经干燥后测定其熔点，如发现其纯度不符合要求，则可重复上述重结晶操作直至熔点达标。

2. 影响萃取效率的因素主要有哪些？选择萃取溶剂时应注意什么？

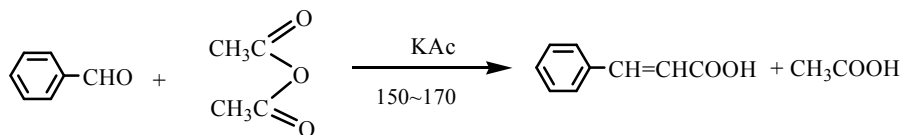
答：影响萃取效率的因素主要有：

- (1) 萃取剂的选择与用量；
- (2) 萃取次数的多少：用同一分量的溶剂，分多次用少量溶剂来萃取，其效率高于一次用全量溶剂来萃取；
- (3) 振摇是否充分；
- (4) 分离是否彻底；
- (5) 在萃取时，若在水溶液中先加入一定量的电解质（如 NaCl）利用所谓“盐析效应”以降低有机化合物在水溶液中的溶解度，常可提高萃取效果。

液-液萃取有机溶剂的选择：①与原溶剂不相溶；②与原溶剂密度差相对较大；③被萃取的有机物在该有机溶剂中溶解度较大；④化学稳定性好；⑤易于与被萃取物分离；⑥无毒性、不易燃。

四、综合题

1. 写出该合成实验制备肉桂酸的反应方程式。（2分）



2. 画出本合成实验装置图（反应回流装置及水蒸气蒸馏装置）。（10分）



图1 制备肉桂酸的反应装置图

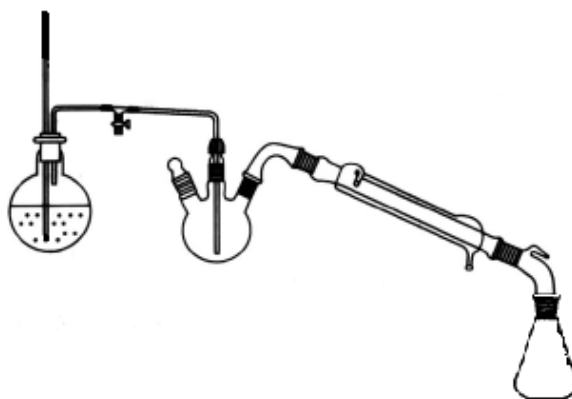


图2 水蒸气蒸馏装置图

3. 反应回流结束后，加入饱和碳酸钠溶液，调节 pH 值为 8~9，其目的是什么？为什么不能用饱和氢氧化钠溶液代替饱和碳酸钠溶液来调节 pH 值？（4分）

答：反应回流结束后，加入饱和碳酸钠溶液，调节 pH 值为 8~9，其目的是将产物肉桂酸转变成肉桂酸钠而溶于水，然后通过水蒸汽蒸馏将未反应的苯甲醛蒸出。

实验中不能用饱和氢氧化钠溶液代替饱和碳酸钠溶液，主要是因为苯甲醛在浓的强碱中易发生歧化反应，生成的苯甲酸难于与肉桂酸分离而影响产品纯度。

4. 如实验中采用苯甲醛和丙酸酐在醋酸钾存在下进行反应，得到的是什么产物？写出结构式。（4分）

答：得到的是 α-甲基-β-苯基丙烯酸 和 β-苯基丙烯酸（肉桂酸）的混合物。

