

实验基本知识与基本技能问答

1. 如何保持实验室整洁?

答: 暂时不用的器材, 不要放在桌面上。污水、污物、残渣、火柴梗、废纸、塞芯和玻璃碎片等应分别放在指定的地点, 不得乱丢, 更不得丢入水槽; 废酸和废碱应分别倒入指定的容器中; 废溶液要倒入指定的密封容器中统一处理。

2. 实验室安全守则的主要内容是什么?

答: a: 实验开始前检查仪器、装置, 指导教师同意后方可进行实验;

b: 实验进行时不得离开岗位, 随时注意实验进行情况;

c: 进行危险实验时应采取必要安全措施;

d: 使用危险药品要注意, 试剂不得入口, 严禁在实验室内进食或抽烟, 实验结束后洗手;

e: 熟悉安全用具的放置地点和使用方法, 并妥善爱护, 不准移作他用。

3. 实验室如何预防火灾?

答: 防火基本原则: a. 操作易燃溶剂时要特别小心注意; b. 进行易燃物质实验时, 先将周围易燃物质搬开; c. 保证实验装置气密性; d. 回流或蒸馏低沸点易燃液体时应规范操作; e. 用油浴加热蒸馏或回流时, 必须十分注意油外溅引起火灾; f. 应在通风橱或指定地方处理大量的可燃性液体; g. 纸条或火柴梗等丢弃前应熄灭, 不得乱抛乱掷。

4. 实验室如何预防爆炸?

答: a. 蒸馏装置必须正确, 不能造成密闭体系; b. 切勿使易燃易爆的气体接近火源; c. 使用乙醚等醚类时必须检查有无过氧化物存在, 且应在通风较好的地方或通风橱内进行; d. 对于易爆炸的固体不能重压或撞击, 对于它们的残渣也必须小心销毁; e. 注意钠屑的放置。

5. 实验室如何预防中毒?

答: a. 剧毒药品应妥善保管, 不许乱放, 有毒残渣必须妥善而有效处理, 不准乱丢; b. 要防止有毒物质渗入皮肤, 保护好自己; c. 反应过程可能生成有毒或腐蚀性气体的实验应在通风橱内进行, 不要把头伸入橱内。

6. 实验室万一发生火灾, 如何处理?

答: 一方面防止火势扩展; 另一方面立即灭火, 应根据起火的原因和火场周围的情况采取不同的方法灭火, 抢救过程切勿犹豫。同时还应有人报警: 包括地点、火险种类和大小并应立刻跑至路口迎接消防人员;

7. 实验室发生玻璃割伤, 药品灼伤, 烫伤, 中毒等事故时, 如何处理?

答: 先在实验室初步清理伤口和包扎, 严重者应马上送医就诊。

8. 实验室常用标准磨口玻璃仪器上的数字代表什么含义?

答: 表明规格, 若有两个数字, 则表示磨口大端的直径/磨口的高度。

9. 使用标准磨口仪器的注意事项有哪些?

答：a. 保持口塞清洁；b. 保证磨砂接口的密合性，避免磨面的相互磨损；c. 装配时不宜用力过猛；d. 用后立即拆卸洗净；e. 装拆时不得硬性装拆；f. 磨口套管和磨塞尽量保持配套。

10. 仪器的装配有哪些原则？

答：a. 装配玻璃仪器及配件都要干净； b. 所选用器材要恰当；
c. 装配顺序为先下后上，从左到右，拆卸时顺序相反，做到严密、正确、整齐和稳妥；
d. 最基本的原则是切忌对玻璃以前的任何部分施加过度的压力或扭歪。

11. 有机玻璃仪器的洗涤有哪些方法？

答：一般方法是用水、洗衣粉、去污粉刷洗，另外还可以用洗液洗涤，常用洗液有：铬酸洗液，盐酸，碱液和合成洗涤剂，有机溶剂洗涤液等。

12. 有机玻璃仪器的干燥有哪些方法？

答：自然风干、烘干、吹干。

13. 温度计的保养要注意什么问题？

答：不能用温度计当搅拌棒使用；不能测定超过温度计的最高刻度的温度；不能把温度计长时间放在高温的溶剂中；用后慢慢冷却，不可立即用水冲洗

14. 分液漏斗的保养要注意什么问题？

答：注意保护活塞和盖子，各个漏斗直接液不要相互调换，用后一定要在活塞和盖子的磨砂口间垫上纸片。

15. 常用的冷凝管有多少种？如何使用和保管？

答：冷凝管分为直形冷凝管、空气冷凝管、球形冷凝管和蛇形冷凝管。安装使用时应夹稳防止翻倒，洗刷时要用特制的长毛刷，不用时直立晾干。

16. 试验报告的基本内容有哪些？

答：实验题目，实验目的，反应式，主要试剂及产物的物理常数，仪器装置图，实验步骤和现象记录，产品外观、重量、产率，讨论。

17. 常用的有机化学实验文献有哪些？

答：CA（美国化学文摘）、JOC（美国有机化学）、JOCS（美国有机化学会志）、Aldrich（美国化学试剂公司商品目录）、**Handbook of Chemistry and Physics**。

18. 《CA》起源于哪一年？有何价值？

答：CA 即美国化学文摘，创刊于 1907 年，它的优点在于从各方面编制各种索引，使读者省时、全面地找到需要了解的已经报道的化合物的合成、性质以及应用。

19. 实验室用的加热方式有哪几种？ 答：空气浴、水浴、油浴、砂浴、电热套。

20. 采用空气浴加热的液体的沸点一般在多少度？ 答：80℃以上。

21. 什么情况下不能用空气浴加热? 答: 回流低沸点易燃的液体或减压蒸馏。

22. 电热套主要用于什么情况下的加热? 答: 不能使用明火加热时。

23. 采用水浴加热的温度不超过多少度? 答: 100℃

24. 当用到何种金属的操作时, 决不能在水浴上进行? 答: K 或 Na。

25. 如果要加热温度稍高于 100℃, 可选用哪些无机盐的饱和水溶液作热溶液?

答: NaCl , MgSO_4 , KNO_3 , CaCl_2 。

26. 油浴的加热温度范围时多少? 答: 100—250℃

27. 哪些物质可作为油浴的溶液? 答: 甘油, 植物油, 石蜡, 石蜡油, 硅油。

28. 使用油浴时, 尤其应该注意的是什么?

答: 防止着火; 防止过热现象; 用量不能过多。有冒烟现象即停止加热。

29. 酸浴的加热温度范围是多少? 答: 100 ~ 200℃。

30. 在什么情况下要采用冷却?

答: 1、反应要在低温下进行; 2、沸点很低的有机物; 3、要加速结晶析出; 4、高度真空蒸馏装置。

31. 常用的冷却剂有哪些? 它们分别可以冷到多少度?

答: 水、冰-水混合物、冰-盐混合物、干冰、液氮。

32. 有机物的干燥方法有几种? 化学干燥剂的干燥原理有哪两类?

答: 物理干燥和化学干燥两种。

化学干燥的原理是: 1、与水结合生成水合物; 2、与水起化学反应。

33. 液体有机化合物的干燥如何选择干燥剂? 什么是干燥剂的吸水容量和干燥效能?

答: a. 1、不与所干燥的物质发生化学或催化作用; 2、不溶于所干燥的有机化合物中; 3、考虑干燥剂的吸水容量和干燥范围。

b. 吸水容量是单位质量干燥剂吸水量的多少。干燥效能是指达到平衡时液体被干燥的程度。

34. 液体有机化合物干燥时, 干燥剂的用量如何确定和判断? 为什么干燥剂实际用量要比理论用量大许多? 液体被干燥好的基本标志是什么?

答: 先加入少量到液体中, 振摇, 如出现干燥剂附着器壁或相互粘结时, 说明干燥剂不够量。

有机物中悬浮有微细水滴; 形成高水化物的时间需要很长, 不能立刻达到应有的吸水容量。

35. 常用的液体有机化合物干燥剂有哪些？各有何特点？干燥醇类物质可选用哪些干燥剂？

答：无水氯化钙、无水硫酸镁、无水硫酸钠、无水硫酸钙、无水碳酸钾、金属钠、分子筛等

醇可用无水 K_2CO_3 ，无水 Na_2SO_4 ，无水 MgSO_4 ， CaO 干燥。

36. 固体有机化合物如何干燥？ 答：晾干、加热干燥、红外线干燥、干燥器干燥、减压恒温干燥。

37. 搅拌的方法有哪些？ 答：人工搅拌，机械搅拌，磁力搅拌。

38. 机械搅拌和电磁搅拌一般用在何种情况下？

答：比较复杂的、反应时间比较长的，而且反应体系中放出的气体是有毒的制备就用这两种。

39. 机械搅拌主要包括哪三部分？ 答：电动机、搅拌棒、搅拌密封装置。

40. 有机化学实验室常用的塞子有哪些？有何特点？

答：软木塞和橡皮塞。

软木塞的特点是：不易和有机物作用，但易漏气和容易被酸碱腐蚀；

橡皮塞的特点是：不漏气不容易被腐蚀，但容易被有机物侵腐或溶胀。

41. 塞子如何选择？

答：选择合适的塞子，总的大小应与仪器的口径相适应，塞子进入瓶颈或管颈的部分是塞子的 $1/3 \sim 2/3$ 。使用新的软木塞时只要能塞入 $1/3 \sim 2/3$ 就行了。

42. 钻孔器如何选择？

答：在软木塞上钻孔，就应用比欲插入的玻璃管等的外径稍小的或接近的钻嘴。若在橡皮塞上钻孔，就要选用比欲插入的玻璃管的外径稍大的钻嘴，因为橡皮塞有弹性，钻成后，会收缩使孔径缩小。

43. 塞子钻孔要注意什么问题？

答：软木塞钻孔之前需要在压塞机压紧，防止钻孔是塞子破裂。钻孔时为了减少摩擦，特别对橡皮塞钻孔时，可在钻嘴的刀口涂一些甘油和水。钻孔后要检查孔道是否合用，如果不费力就能玻璃管插入是，说明孔径太大，不够紧密会漏气，不能用。若孔道略小或不光滑，可用圆锉修整。钻孔应先钻一端，钻到中间后再从另一端钻，直到钻通为止。

44. 玻璃管截断要注意什么问题？

答：折断玻璃管时要用布包住，同时尽量可能远离眼睛，以免玻璃碎伤人。玻璃管的断口很锋利，容易划破手，又不易插入孔道中，所以，要把断口在灯塔上烧平滑。

45. 玻璃管弯曲有何技巧？

答：双手持玻璃管，手心向外把需要弯曲的地方放在火焰中上预热，然后放进鱼尾形的火焰中加热，受热的部分约宽 5cm，在火焰中使玻璃管缓慢、均匀而不停地向同一方向转动，当玻璃管受热至足够软化时，从火焰中取出，轻轻弯出所要的角度。为了维持管径的大小，两手持玻璃管在火焰烧时不要往外拉，其次可在弯成角度后，在管口轻轻吹气，弯好的玻璃管从管的整体来看应尽量在同一平面上，把它放在石棉板上自然冷却，切勿以冷的东西接触。

46. 玻璃管（温度计）插入塞子要注意什么问题？

答：右手指捏住玻璃管的位置与塞子的距离应经常保持 4cm 左右，不能太远；其次，用力不能太大，以免折断玻璃管刺破手掌，最好用揩布包住玻璃管则较为安全。插入或拔出弯曲管时，手指不能捏在弯曲的地方。

47. 什么是熔点距？ 答：一个纯化物从开始溶化（始熔）至完全溶化（全熔）的温度范围叫熔点距。

48. 如果没有把样品研磨得很细，对装样有何影响？对测定的熔点数据可靠否？

答：使的样品装样不结实，有空隙，样品传热慢，也不均匀，对测定的数据不可靠。

49. 在熔点测定时，接近熔点时升温的速度为什么不能太快？

答：升高的太快使得读数困难，造成误差。

50. 为什么不能用测过一次熔点的有机物再作第二次测定？

答：测过的有机物分子的晶体结构有可能改变了，则它的熔点也会有所改变，所以不能用做第二次测量。

51. 如何鉴定两种熔点相同的晶体物质是否为同一物质？

答：取两样物质混合起来，测其熔点，如果跟两种物质的熔点很相近就是同一物质，如果熔点比文献值降低很多且熔点距增大，则是两种物质。

52. 什么叫蒸馏？利用蒸馏可将沸点相差多少的物质分开？

答：蒸馏就是将液体物质加热到沸腾变成蒸汽，又将蒸汽冷凝到液体这两个过程的联合操作。

53. 在蒸馏过程中为何要加入素烧瓷片？如加热后发觉未加烧瓷片应如何补加？为什么？

答：在蒸馏过程中加素烧瓷片作用是防止加热时的暴沸现象。

加热后发觉未加素烧瓷片应使沸腾的液体冷却到沸点以下后才能加止暴剂。

因为当液体在沸腾时投入止暴剂，将会引起猛烈的暴沸，液体易冲出瓶口，若是易燃的液体将会引起火灾。

54. 蒸馏操作在有机实验中常用于哪四方面？

答：蒸馏一般用于以下四方面：

[1]分离液体混合物，仅对混合物中各成分的沸点有较大差别时才能达到的分离。

[2]测定化合物的沸点。

[3]提纯，除去不挥发的杂质。

[4]回收溶剂，或蒸出部分溶剂以浓缩溶液。

55. 蒸馏装置由哪三个部分组成？

答：加热气化部分、冷凝部分、接收部分

56. 冷凝管有哪几种类型？分别适应于哪些条件下使用？

答：冷凝管有直形冷凝管、空气冷凝管、球形冷凝管和蛇形冷凝管。

蒸汽在冷凝管中冷凝成为液体，液体的沸点高于 130℃ 的用空气冷凝管，低于 130℃ 时用直形冷凝管。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；液体沸点很低时，可用蛇形冷凝管。刺形分馏柱用于分馏操作中，即用于沸点差别不太大的液体混合物的分离操作中。

57. 蒸馏装置中温度计水银球的位置应在何处？

答：使水银球的上缘恰好位于蒸馏烧瓶支管接口的下缘，使它们在同一个水平线上。

58. 将待蒸馏液倾入蒸馏烧瓶时，不使用漏斗行吗？如不使用漏斗应怎样操作呢？

答：行，但必须使蒸馏烧瓶的侧支管朝上。如是组合的磨口装置，则直接加如圆底烧瓶中再装上蒸馏头。

59. 向冷凝管通水是由下向上，反过来效果怎样？把橡皮管套进冷凝管时怎样才能防止折断其侧管？

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。

60. 如果加热过猛，测定出来的沸点会不会偏高？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，使测定出来的沸点偏高。

61. 在进行蒸馏操作时应注意哪些问题（从安全和效果两方面来考虑）？

答：a. 加料 b. 加热

如果维持原来的加热程度，不再有馏出液蒸出而温度又突然下降时，就应停止蒸馏，即使杂质很少，也不能蒸干。否则，可能会发生意外事件。

蒸馏完毕，先停止加热，后停止通水，拆卸仪器，其程序与装配时相反，即按次序取下接收器、接液管、冷凝管和蒸馏烧瓶。

62. 用微量法测沸点，把最后一个气泡刚欲缩回至内管的瞬间的温度作为该化合物的沸点，为什么？

答：最后一个气泡刚欲缩回至内管的瞬间的温度即表示毛细管内液体的蒸气压与大气压平衡时的温度，亦即该液体的沸点。

63. 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我们这里的沸点温度？

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这里的沸点，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，如果我们这里的大气压不是一个大气压的话，该液体的沸点会有变化。

64. 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。

65. 分馏的原理是什么？分馏与蒸馏有什么不同？

答：对沸点相近的混合物，在分馏柱内反复进行汽化、冷凝、回流等程序进行分离。低沸点的物质经分馏柱上升而被分离出，高沸点的物质回流入烧瓶中。蒸馏要求其分离组分的沸点至少要相差 30°C ，对沸点相近的混合物，采用分馏法。

66. 什么是恒沸物？恒沸物能否用分馏法分离？

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点混合物。

67. 什么是分馏柱的理论塔板数？理论塔板数与分离效率有何关系？

答：分馏柱效率是用理论塔板来衡量的。分馏柱中的混合物，经过一次汽化和冷凝的热力学平衡过程，相当于一次普通蒸馏所达到的理论浓缩效率，当分馏柱达到这一浓缩效率时，那么分馏柱就具有一块理论塔板数。塔的理论塔板数越多，分离效果越好。其次还要考虑理论板层高度，在高度相同的分馏柱中，理论板层高度越小，则柱的分离效率越高。

68. 分馏装置由哪几个部分组成？分馏柱有几种？为什么有的有刺？

答：实验室中简单的分馏装置包括：热源、蒸馏器（一般用圆底烧瓶）、分馏柱、冷凝管和接收器五个部分。

常用的分馏柱有：韦氏 Vigreux) 分馏柱、Dufton 柱、Hempel 柱。

增大蒸气的接触面积，增加冷凝效果。

69. 为什么制备乙酰苯胺需要使用分馏柱？

答：韦氏分馏柱的作用相当于二次蒸馏，用于沸点差别不太大的混合物的分离，合成乙酰苯胺时，为了把生成的水分离除去，同时又不使反应物醋酸被蒸出，所以选用韦氏分馏柱。

70. 减压蒸馏的原理是什么？

答：原理是蒸馏系统中的有机化合物沸点随系统内压力的减小而降低，避免有机化合物发生分解或氧化。

71. 减压蒸馏装置有哪几部分组成？

答：双颈蒸馏烧瓶、接收器、吸收装置、测压计、安全瓶、减压泵（抽气泵）。

72. 减压蒸馏时，为什么要在蒸馏烧瓶内插入一根末端拉成毛细管的玻璃管？如何调节毛细管的进气量？

答：（1）为了平稳的蒸馏，避免液体过热而产生暴沸溅跳现象；

（2）玻璃管另一端应拉细一点或在玻璃管口套一段橡皮管，用螺旋夹D夹住橡皮管。

73. 水泵的减压效率如何？

答：如果水泵的构造好且水压又高时，其抽空效率可达到 $1067 \sim 3333\text{Pa}$ ($8 \sim 25\text{mmHg}$)。

74. 使用油泵时要注意哪些事项？

答： a. 在蒸馏系统和油泵之间，必须装有吸收装置。 b. 蒸馏前必须先用水泵彻底抽去系统中的有机溶剂的蒸气。 c. 如能用水泵抽气的，则尽量使用水泵；如蒸馏物中含有挥发性杂质，可先用水泵减压抽除，然后改用油泵。

75. 在减压蒸馏系统中为什么要有吸收装置？吸收装置各有什么作用？

答：（1）吸收装置可吸收对真空泵有损害的各种气体或蒸汽，借以保护减压设备。

（2）吸收装置各部分及作用：① 捕集管：用来冷凝水蒸汽和一些易挥发物质；② 硅胶（或无水 CaCl_2 ）干燥塔：吸收经冷却阱后还未除净的残余水蒸气；③ NaOH 吸收塔：吸收酸性蒸汽；④ 石蜡片干燥塔：吸收烃类气体。

76. 在进行减压蒸馏时，为什么必须用热浴加热，而不能用直接用火加热？

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

77. 为什么进行减压蒸馏时必须先抽气才能加热？

答：因为系统内充满空气，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。

78. 测压计如何读数？

答：液柱式U型压力计由两端开口的垂直U型玻璃管及垂直放置的刻度标尺所构成，管内部盛有适量工作液体作为指示液。由U型管两边液面差 Δh 及工作液的密度 ρ 、重力加速度 g 可以得到压力值： $p_{\text{大气}} = p_{\text{真空}} + \rho g \Delta h$

79. 在用油泵减压蒸馏高沸点化合物前，为什么要先用水泵或水浴加热，蒸去绝大部分低沸点物质（如乙酸乙酯）？

答：尽可能减少低沸点有机物损坏油泵。

80. 在什么情况下可采用水蒸气蒸馏？

答：（1）某些沸点高的有机化合物，在常压蒸馏虽可与副产品分离，但易将其破坏；

（2）混合物中含有大量树脂状杂质或不挥发性杂质，采用蒸馏、萃取等多种方法都难以分离的；

（3）从较多固体反应物中分离出被吸附的液体

81. 水蒸气蒸馏装置中的T形管有什么作用？

答：除去水蒸气中冷凝下来的水，有时当操作发生不正常的情况时，可使水蒸气发生器与大气相通。

82. 进行水蒸气蒸馏，被提纯物质必须具备哪三个条件？

答：（1）不溶或难溶于水；（2）共沸腾下与水不发生化学反应；

（3）在 100°C 左右时，必须具有一定的蒸汽压[至少 666.5 ~ 1333Pa (5 ~ 10mmHg)]

83. 什么叫水蒸气蒸馏？

答：当有机物与水一起共热时，整个系统的蒸汽压为各组分蒸汽压之和，当总蒸汽压 (p) 与大气压力相等时，液体沸腾。混合物的沸点低于任何一个组分的沸点，有机物可在比其沸点低得多的温度，而且在低于 100°C 的温度下随蒸汽一起蒸馏出来。这样的操作叫水蒸气蒸馏。

84. 进行水蒸气蒸馏时，蒸汽导入管末端为什么要插入到接近于容器的底部？

答：使瓶内液体充分加热和搅拌，有利于更有效的进行水蒸气蒸馏。

85. 水蒸气蒸馏装置由哪四部分组成？ 答：水蒸气发生器、蒸馏部分、冷凝部分、接受器。

86. 在水蒸气蒸馏过程中，经常要检查什么事项？若安全管中水位上升很高，说明什么问题，如何处理才能解决呢？

答：（1）经常要检查安全管中的水位是否正常，有无倒吸现象，蒸馏部分混合物溅飞是否厉害。

（2）说明有某一部分阻塞。（3）应立即旋开螺旋夹，移去热源，拆下装置进行检查（一般多数是水蒸气导入管下管被树脂状物质或者焦油状物所堵塞）和处理。

87. 简易水蒸气蒸馏是怎么回事？曾用于哪些合成反应中？

答：（1）简易水蒸气蒸馏是在长颈圆底烧瓶中蒸出水蒸气将蒸得的水蒸气经过导入管进入反应容器中，以降低蒸馏温度，蒸出产物。

（2）曾用于肉桂酸、苯胺的合成反应中。

88. 萃取的原则是什么？

答：萃取是利用物质在两种不互溶（或微溶）溶剂中溶解度或分配比的不同来达到分离、提取或纯化目的一种操作。原则是：

（1）两个接触的液相完全不互溶或部分互溶；

（2）溶质组分在两相中的溶解度不同，萃取剂对溶质要有较大的溶解度。

89. 分液漏斗的主要用途是什么？

答：（1）分离两种分层而不起作用的液体；（2）从溶液中萃取某种成分；（3）用水或碱或酸洗涤某种产品；（4）用来滴加某种试剂（即代替滴液漏斗）。

90. 使用分液漏斗前必须做好哪些检查上？

答：（1）分液漏斗的玻璃塞和活塞有没有用棉线绑住；（2）玻璃塞和活塞是否紧密。

91. 使用分液漏斗时应注意什么？

答：（1）不能把活塞上附有凡士林的分液漏斗放在烘箱内烘干；
（2）不能用手拿住分液漏斗的下端；（3）不能用手拿住分液漏斗进行分离液体；
（4）上口玻璃塞打开后才能开启活塞；（5）上层的液体不要由分液漏斗下口放出。

92. 分液漏斗使用后应该怎样处理？

答：分液漏斗使用后，应用水冲洗干净，玻璃塞和活塞用薄纸包裹后塞回去。

93. 如何判断哪一层是有机物？哪一层是水层？

答：可任取一层的少量液体，置于试管中，并滴少量自来水，若分为两层，说明该液体为有机相，若加水后不分层则是水溶液。

94. 折光率有何意义？如何测定？

答：折光率是化合物的特性常数，固体、液体和气体都有折光率，尤其是液体，记载更为普遍。不仅作为化合物纯度的标志，也可用来鉴定未知物。如蒸馏时，配合沸点，作为划分的依据。

通常使用 Abbe 测定液态化合物折光率。

95. 重结晶的原理是什么？重结晶提纯法的一般过程如何？

答：原理：利用混合物中各组分在某种溶剂中的溶解度不同，或在同一溶剂中不同温度时的溶解度不同，而使它们相互分离。

一般过程：选择溶剂→溶解固体→除去杂质→晶体析出→晶体的收集与洗涤→晶体的干燥。

96. 用于进行重结晶的溶剂要符合哪些条件？

答：（1）与被提纯的有机物不起化学反应；（2）对被提纯的有机物应易溶于热溶剂中，而在冷溶剂中几乎不溶；（3）对杂质的溶解度应很大（杂质留在母液不随被提纯物的晶体析出，以便分离）或很小（趁热过滤除去杂质）；（4）能得到较好的结晶；（5）溶剂的沸点适中。若过低时，溶解度改变不大，难分离，且操作也较难；过高时，附着于晶体表面的溶剂不易除去；（6）价廉易得，毒性低，回收率高，操作安全。

在选择溶剂时应根据“相似相溶”的一般原理。溶质往往易溶于结构与其相似的溶剂中。一般来说，极性的溶剂溶解极性的固体，非极性溶剂溶解非极性固体。

97. 重结晶的溶解过程一般在什么容器中进行？为什么？如果是采用低沸点易燃物作溶剂，要采用何种方式溶解样品？

答：（1）锥形瓶或圆底烧瓶；

（2）因为它们的瓶口较窄，溶剂不易挥发，又便于震荡，促进固体物质的溶解；如果是采用低沸点易燃物作溶剂，必须按照安全操作规程进行，不可粗心大意！有机溶剂往往不是易燃的就是具有一定的毒性，或两者兼有，因此容器应选用锥形瓶或圆底烧瓶，装上回流冷凝管。

（3）根据溶剂沸点的高低，选用热浴溶解样品，严禁在石棉网上直接加热。

98. 若重结晶样品加热溶解过程中所需温度高于 130℃，应采用何种回流冷凝管？

答：空气冷凝管。

99. 重结晶样品若要脱色，应在什么时候才加入活性炭？

答：加热前；如果加热后忘记加入，应停止加热，稍冷却后再加入。

100. 热水过滤对玻璃漏斗和滤纸有什么要求？为什么？

答：（1）选用短颈径粗的玻璃漏斗；（2）使用折叠滤纸（菊花形滤纸）；（3）使用热水漏斗；

为了保持溶液的温度使过滤操作尽快完成，防止因温度降低而在滤纸上析出结晶。

101. 抽滤（减压过滤）装置包括哪三个部分？ 答：布氏漏斗、抽滤瓶和水泵。

102. 抽滤装置中的布氏漏斗下端的斜口在抽滤瓶中应处什么位置？

答：漏斗下端斜口正对抽滤瓶支管。

103. 抽滤法过滤应注意什么？

答：（1）漏斗下端斜口正对抽滤瓶支管；（2）滤纸要比漏斗底部略小且把孔覆盖；（3）过滤前先用溶剂润湿滤纸，抽气使滤纸紧紧贴在漏斗上；（4）把过滤混合物均匀分布在滤纸面上；（5）用少量滤液将黏附在容器壁上的结晶洗出，继续抽气，并用玻璃钉挤压晶体，尽量除去母液。

104. 在重结晶溶样时，忘记在加热前加入活性炭作脱色剂，应该怎么办？为什么？

答：待溶液稍冷后加入活性炭；因为如果向正在沸腾的溶液中加入活性炭，溶液暴沸而溅出。

105. 在重结晶的抽滤中应如何洗涤晶体？

答：用少量干净溶剂均匀洒在滤饼上，并用玻璃棒或刮刀轻轻翻动晶体使全部结晶刚好被溶剂浸润（注意不要使滤纸松动），打开水泵，关闭安全瓶活塞，抽去溶剂，重复操作两次，就可把滤饼洗净。

106. 如果热滤的溶剂是挥发可燃性液体，操作有何不同？

答：如果是易燃有机溶剂则务必在过滤时熄灭火焰。

107. 如果热滤后的溶液不结晶，可采用什么方法加速结晶？

答：投“晶种”或用玻璃棒摩擦器壁引发晶体形成。

108. 用有机溶剂重结晶时，那些操作容易着火，应该怎样避免？

答：（1）过滤时，如果是易燃有机溶剂则务必熄灭火焰

（2）溶解样品时，根据溶剂沸点的高低，选用热浴方式，严禁在石棉网上直接加热。

109. 如何证明经重结晶纯化的产物是纯净的？ 答：测此化合物的熔点。

110. 升华的原理是什么？

答：升华：某些物质在固态时具有相当高的蒸气压，当加热时，不经过液态而直接气化，蒸气受到冷却而直接冷凝成固体。

111. 升华是否可以作为提纯物质的方法？

答：若固态混合物具有不同的挥发度，则可应用升华法提纯。升华得到的产品一般具有较高的纯度。此法特别适用于纯化易潮解的物质。

112. 常压升华法采用怎样的加热方法？减压升华采用何种加热方法？

答：在瓷蒸发皿中盛粉碎了的样品，上面用一个直径小于蒸发皿的漏斗覆盖，漏斗颈用棉花塞住，防止蒸气逸出，两者用一张穿有许多小孔（孔刺向上）的滤纸隔开，以避免升华上来的物质再落回蒸发皿内。操作时可用砂浴加热，小心调节火焰，控制浴温让其慢慢升华。

减压升华通常采用油浴加热，并视具体情况而采用油泵或水泵抽气。

113. 旋光仪的工作原理是什么？

答：光源从光源经过起偏镜，再经过盛有旋光性物质的旋光管时，因物质的旋光性致使偏振光不能通过第二个棱镜，必须转动检偏镜，才能通过。因此，要调节检偏镜进行配光，由标尺盘上转动的角度，可以指示出检偏镜的转动角度，即为该物质在此浓度时的旋光度。

114. 怎样的物质才具有旋光性？ 答：不具有对称面和对称中心的物质具有旋光性。

115. 为什么测定旋光度前，需要进行零点的校正？

答：为了消除溶剂对样品旋光度的干扰，在测定样品前需要用溶剂来校正旋光仪的零点。

116. 色谱法有工作原理是什么？

答：色谱法是一种物理的分离方法，其分离原理是利用混合物中各个成分的物理化学性质的差别，当选择一个条件使各个成分流过支持剂或吸附剂时，各成分可由于其物理性质的不同而得到分离。

117. 柱色谱法常用的吸附剂是什么？选择该吸附剂的原则是什么？

答：常用的吸附剂有氧化铝、硅胶、氧化镁、碳酸钙和活性炭等。选择吸附剂的原则：首要条件是与被吸附物质及展开剂均无化学作用；吸附能力与颗粒大小有关，颗粒大流速快分离效果不好，颗粒小流速慢；色谱用的氧化铝可分为酸性、中性、碱性三种，其中酸性用于分离酸性物质，中性用于分离中性物质，应用最广，碱性用于分离生物碱等；吸附剂的活性与其含水量有关，含水量越低，活性越高。

118. 正相色谱与反相色谱的吸附剂与溶剂有何不同？

答：正相色谱与反相色谱两者吸附剂与溶剂的极性相反。

119. 色谱法采用何种方法定性？ 答：保留时间。

120. 气相色谱与液相色谱采用何种方法定量？ 答：内标和外标法。

121. 薄层色谱法点样应注意些什么？

答：用毛细管吸取样品溶液，垂直地轻轻地触到薄层的起点线上，如溶液太稀，一次点样不够，第一次点样干后，再点第二次，第三次；多次点样时，每次都应点在同一圆心上；若样品量太少时，成分不易显出；样品量太多时易造成斑点过大，互相交叉或拖尾，不能得到很好的分离。

122. 常用的薄层色谱的显色剂是什么？

答：浓硫酸、碘蒸气、碘的氯仿溶液、磷钼酸乙醇溶液、铁氰化钾—三氯化铁试剂、四氯邻苯二甲酸酐、硝酸铈铵、香兰素—硫酸、茚三酮

123. 是否可以用色谱法分离手性物质？ 答：可以。

124. 红外光谱是测定分子的何种振动发出的能量？

答：对称和不对称伸缩振动，面内和面外弯曲振动。

125. 样品为什么不能含水？

答：因为由于水和杂质的吸收，使光谱吸收变得无意义，水不仅在 3710cm^{-1} 和 1630cm^{-1} 有吸收，而且对样品池的卤化钾盐片有腐蚀作用。

126. 简述傅立叶红外光谱的工作原理？

答：红外辐射照射到分束器上面时，50%发生反射，50%透过，自辐射源发出的红外光，在分束器上被分为两束，一束被反射至动镜上，又被其反射至分束器，并在分束器上再次发生反射和透射，透射部分照向样品方向。另一束透过分束器射向定镜，并被定镜反射回分束器，在分束器上再次发生反射和透射，反射部分也照向样品方向。由于动镜和移动，使得这两束光产生光程差，于是它们的复合光变成了相干光。相干光通过样品，被样品吸收，产生了样品的红外光干涉图。

127. 指出烷烃、烯烃、炔烃的特征红外峰的位置？

答：烷烃： 1380 和 $1470—1400\text{cm}^{-1}$ ；烯烃： $1670—1600\text{cm}^{-1}$ ；炔烃： $2250—2100\text{cm}^{-1}$

128. 对于一级核磁 H 谱，用什么规律来判断峰的裂分数？

答： $n+1$ 规律来判断峰的裂分数。

129. 反应容器容积大小的选择依据是什么？

答：反应物的用量应不超过容器体积的三分之二。

130. 实验装置的装配顺序应遵循什么原则？拆卸的原则又是什么？

答：装配原则：从左到右，从下到上；拆卸原则：从右到左，从上到下。

131. 有机实验中，什么时候利用回流反应装置？

答：有两种情况需要使用回流反应装置：一是反应为强放热的、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。二是反应很难进行，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。

132. 怎样操作回流反应装置?

答: 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。