

有机化学设计性和 综合性实验考核要点

徐州师范大学化学系

有机化学教研室

设计性实验考核标准

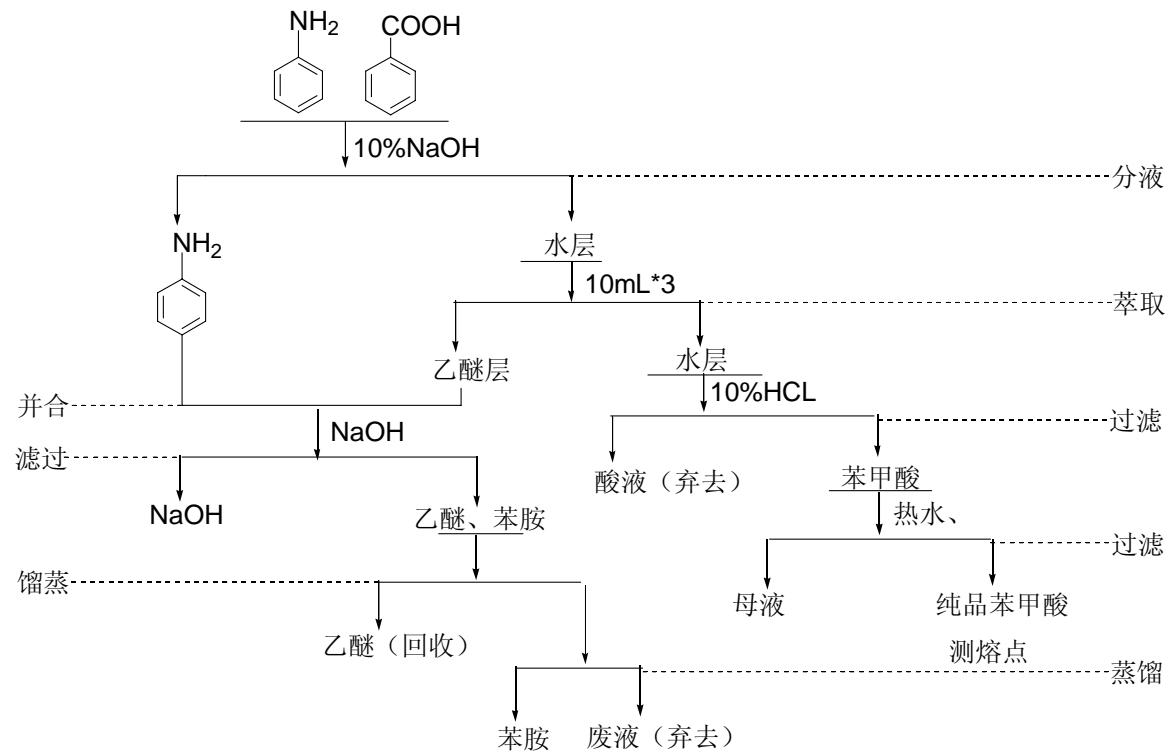
实验（一） 分离和提纯苯胺、苯甲酸

考核知识点	正确
1.量筒体积的选择	量取 10mL 乙醚采用 25mL
	量取 5~7.5mL 乙醚采用 10mL
2.分液操作	苯胺和水层分层要先分液再萃取
3.多次萃取	20mL 或 15mL 乙醚分成 10mL*2, 7.5mL*2
4.萃取操作	a、右手的大拇指, 食指, 中指控制分液漏斗玻璃塞子左手控制活塞
	b、振动操作
	c、左手高于右手, 放气 (或平衡内外气压)
5.分液	是否打开上面的玻璃塞子: 打开
6.萃取	萃取水层, 合并有机层
7.干燥操作	a、干燥剂的选择: 块状 NaOH
	b、干燥剂的用量: 加到不再粘连器壁
	c、干燥完全的标志: 澄清
	d、干燥剂是否除去
	e、干燥是否封闭: 封闭
	f、振荡操作: 手腕振荡
8.加料方式	a、长颈漏斗
	b、从支管的另一侧加料
9.蒸馏乙醚	a、是否加沸石: 加入
	b、是否水浴加热: 水浴加热
	c、温度计的位置: 温度计水银球的上边缘和蒸馏烧瓶的下边缘相持平
	d、尾气是否通下水道: 通过橡皮管或乳胶管通入下水道
	e、馏出液是否冷却: 冰水冷却馏出液

	f、是否先通水再加热：先通冷凝水再加热，结束后先停止加热再停止通水
	g、拆装置的顺序：从左到右，从上到下
	h、乙醚是否回收：回收乙醚
10.苯胺的蒸馏	a、冷凝管选择：空气冷凝
	b、温度计的位置：同上
	c、是否重新加入沸石：重新加入沸石
	d、是否加入石棉网加热：在烧瓶与热源之间加入石棉网
	e、前馏分是否除去：100℃以下组分有水，应除去
	f、是否记录苯胺的沸点：记录温度稳定时的 b.p.
11.中和操作	a、pH 试纸的使用：先润湿，分成多块，置于干净的表面皿中备用
	b、检测 pH 值操作：玻璃棒蘸取，点在 pH 试纸上
	c、是否冷却：冷水冷却烧杯
	d、是否需要比色卡：不要比色卡，酸遇 pH 试纸显红色
12.搅拌操作	a、是否能用温度计搅拌：应使用玻璃棒搅拌
	b、搅拌声音是否过大：不宜过大
13.过滤操作	a、滤纸的大小：接近圆形，大小比布氏漏斗口
	b、是否先润湿滤纸：先用水润湿滤纸，紧贴于布氏漏斗底部
	c、先减压，再抽样
	d、布氏漏斗切口的方向：正对抽滤瓶的支管方向
	e、先解除压力，再关闭水泵
14.洗涤操作	a、是否有压力：洗涤时应解除内外压力，常压洗涤
	b、洗涤剂量的多少：刚好浸泡所有的固体
	c、洗涤结束的标志：布氏漏斗切口处有液体滴下
	d、过程搅拌的幅度：轻轻搅拌，不能搅破滤纸
15.重结晶操作	a、水的量的控制：在沸腾情况下，刚好完全溶解样品
	b、滤纸是否放入：不要将滤纸放入
	c、结晶过程：不要迅速冷水冷却，不要搅动

	d、是否用母液洗涤：不能
	e、是否回收母液中的产品：不能回收
16.脱色过程	a、活性炭的量：1~5%，实际值。
	b、加入的时间：完全溶解后，稍冷在固体没有析出之前。
	C、加入后再煮沸 5~10 分钟。
	D、活性炭的除去：趁热过滤。
17.称量操作	a、左物右码
	b、调节方式：左边低，加大砝码。右边低，减少砝码。
	c、是否加入等量的纸
	d、读数，最小刻度
18.滴管操作	a、操作滴管：右手中指和无名指控制滴管玻璃部分 大拇指和食指控制乳胶头
	b、先排气，在插入液体
19.熔点测定	a、装样的高度：2
	b、样品是否研细：应先研细
	c、样品管的位置：三个中心，样品的中心位于温度计水银球的中心；温度计和样品管位于熔点管内径的中心；温度计水银球位于 b 形管竖直部分有热载体部分中心。
	d、加热的位置：b 形管靠左的外侧拐角处
	e、加热速度：先快后慢，接近熔点 10℃减慢加热，1.2℃/min。
	f、测量次数：两次第一次粗测，第二次细测
	g、熔点数据记录：塌陷温度、始熔温度、全熔温度
	h、熔点的记录：m.p. 始熔~全熔
20. 其它	实验桌面应该整洁，仪器排放有序，不用的仪器放入实验柜，实验应该身着实验服，不随便讲话。

附录：分离和提纯苯胺、苯甲酸流程图



设计性实验考核标准

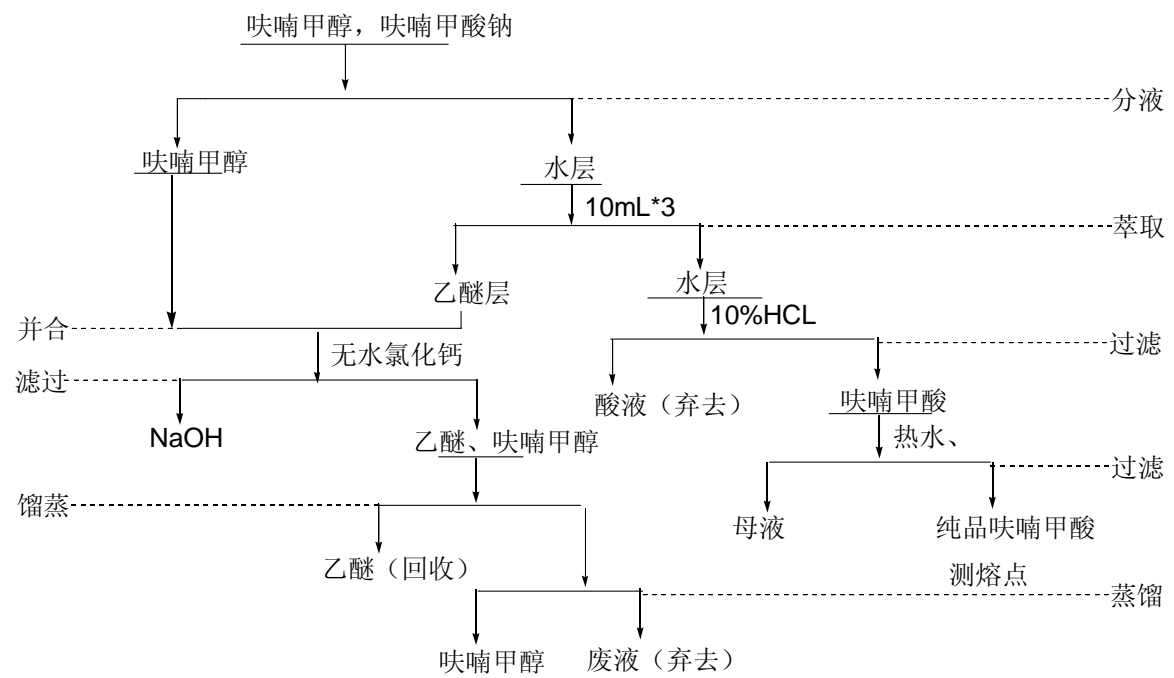
实验（一） 呋喃甲醇和呋喃甲酸的制备

考核知识点	正确
1.量筒体积的选择	量取 10mL 乙醚采用 25mL
	量取 5~7.5mL 乙醚采用 10mL
2.分液操作	苯胺和水层分层要先分液再萃取
3.多次萃取	20mL 或 15mL 乙醚分成 10mL*2, 7.5mL*2
4.萃取操作	a、右手的大拇指, 食指, 中指控制分液漏斗玻璃塞子左手控制活塞
	b、振动操作
	c、左手高于右手, 放气 (或平衡内外气压)
5.分液	是否打开上面的玻璃塞子: 打开
6.萃取	萃取水层, 合并有机层
7.干燥操作	a、干燥剂的选择: 块状 NaOH
	b、干燥剂的用量: 加到不再粘连器壁
	c、干燥完全的标志: 澄清
	d、干燥剂是否除去
	e、干燥是否封闭: 封闭
	f、振荡操作: 手腕振荡
8.加料方式	a、长颈漏斗
	b、从支管的另一侧加料
9.蒸馏乙醚	a、是否加沸石: 加入
	b、是否水浴加热: 水浴加热
	c、温度计的位置: 温度计水银球的上边缘和蒸馏烧瓶的下边缘相持平
	d、尾气是否通下水道: 通过橡皮管或乳胶管通入下水道
	e、馏出液是否冷却: 冰水冷却馏出液

	f、是否先通水再加热：先通冷凝水再加热，结束后先停止加热再停止通水
	g、拆装置的顺序：从左到右，从上到下
	h、乙醚是否回收：回收乙醚
10.苯胺的蒸馏	a、冷凝管选择：空气冷凝
	b、温度计的位置：同上
	c、是否重新加入沸石：重新加入沸石
	d、是否加入石棉网加热：在烧瓶与热源之间加入石棉网
	e、前馏分是否除去：100℃以下组分有水，应除去
	f、是否记录苯胺的沸点：记录温度稳定时的 b.p.
11.中和操作	a、pH 试纸的使用：先润湿，分成多块，置于干净的表面皿中备用
	b、检测 pH 值操作：玻璃棒蘸取，点在 pH 试纸上
	c、是否冷却：冷水冷却烧杯
	d、是否需要比色卡：不要比色卡，酸遇 pH 试纸显红色
12.搅拌操作	a、是否能用温度计搅拌：应使用玻璃棒搅拌
	b、搅拌声音是否过大：不宜过大
13.过滤操作	a、滤纸的大小：接近圆形，大小比布氏漏斗口
	b、是否先润湿滤纸：先用水润湿滤纸，紧贴于布氏漏斗底部
	c、先减压，再抽样
	d、布氏漏斗切口的方向：正对抽滤瓶的支管方向
	e、先解除压力，再关闭水泵
14.洗涤操作	a、是否有压力：洗涤时应解除内外压力，常压洗涤
	b、洗涤剂量的多少：刚好浸泡所有的固体
	c、洗涤结束的标志：布氏漏斗切口处有液体滴下
	d、过程搅拌的幅度：轻轻搅拌，不能搅破滤纸
15.重结晶操作	a、水的量的控制：在沸腾情况下，刚好完全溶解样品
	b、滤纸是否放入：不要将滤纸放入
	c、结晶过程：不要迅速冷水冷却，不要搅动

	d、是否用母液洗涤：不能
	e、是否回收母液中的产品：不能回收
16.脱色过程	a、活性炭的量：1~5%，实际值。
	b、加入的时间：完全溶解后，稍冷在固体没有析出之前。
	C、加入后再煮沸 5~10 分钟。
	D、活性炭的除去：趁热过滤。
17.称量操作	a、左物右码
	b、调节方式：左边低，加大砝码。右边低，减少砝码。
	c、是否加入等量的纸
	d、读数，最小刻度
18.滴管操作	a、操作滴管：右手中指和无名指控制滴管玻璃部分 大拇指和食指控制乳胶头
	b、先排气，在插入液体
19.熔点测定	a、装样的高度：2
	b、样品是否研细：应先研细
	c、样品管的位置：三个中心，样品的中心位于温度计水银球的中心；温度计和样品管位于熔点管内径的中心；温度计水银球位于 b 形管竖直部分有热载体部分中心。
	d、加热的位置：b 形管靠左的外侧拐角处
	e、加热速度：先快后慢，接近熔点 10℃减慢加热，1.2℃/min。
	f、测量次数：两次第一次粗测，第二次细测
	g、熔点数据记录：塌陷温度、始熔温度、全熔温度
	h、熔点的记录：m.p. 始熔~全熔
20. 其它	实验桌面应该整洁，仪器排放有序，不用的仪器放入实验柜，实验应该身着实验服，不随便讲话。

附录：呋喃甲醇和呋喃甲酸的制备流程图



综合性实验考核标准

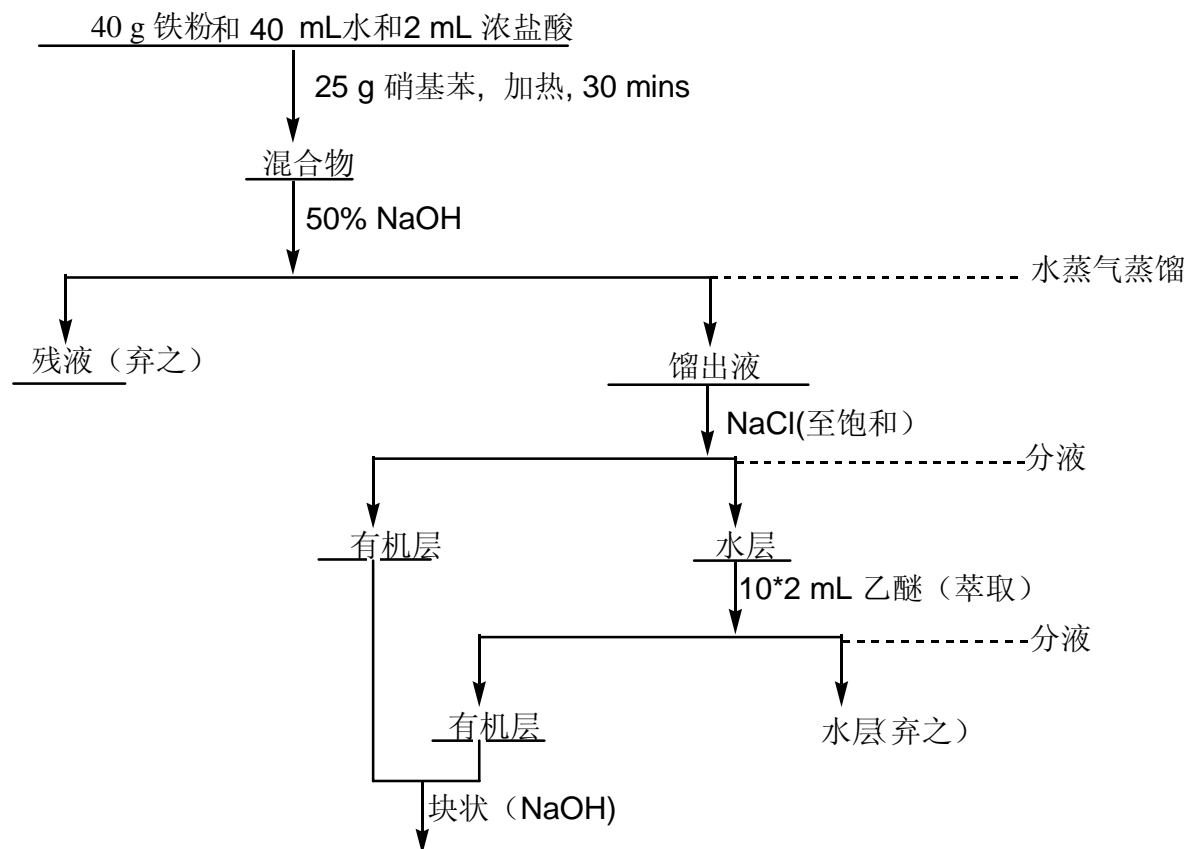
实验一 乙酰苯胺的制备

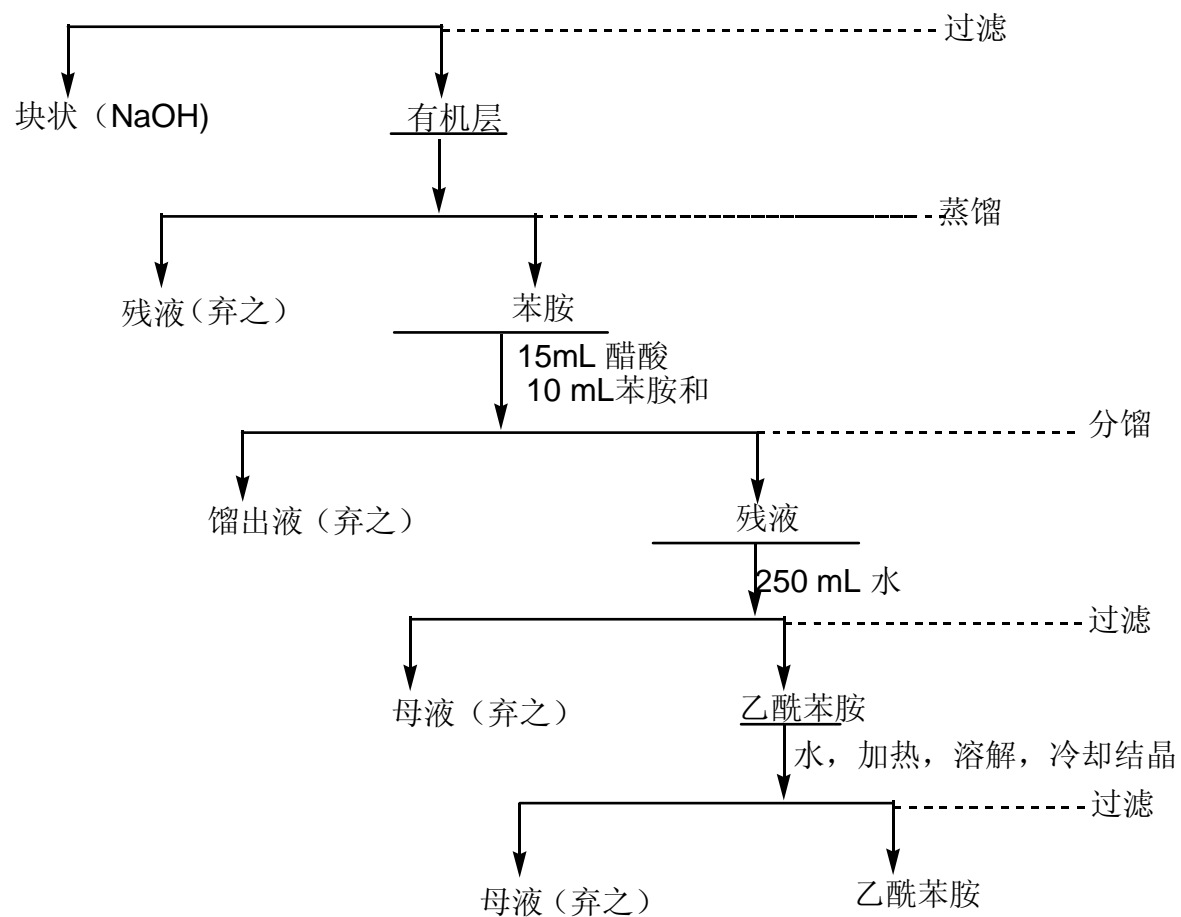
考核知识点	正确操作
1. 称量的方法	a、左物右码
	b、手腕的振动
	c、读数的方法
2. 加料的方法	a、固体加料，纸槽法
	b、液体加料，长颈漏斗
3. 冷凝管的选择	a、球形：<140℃回流
	b、空气：>140℃回流，
	c、直型：<140℃
4. 水蒸气蒸馏操作	a、蒸馏装置：塞子的配套，平面性
	b、操作过程
	c、被提纯物质条件（三个）
5. 盐析操作	a、盐析目的：使苯胺析出
	b、饱和的判断：不再溶解
6. 干燥操作	a、三角烧瓶的干燥
	b、三角烧瓶塞子的配备
	c、干燥剂的选择
	d、干燥剂量的判断
	e、干燥完全的标志
	f、干燥剂的除去（过滤）
7. 蒸馏的操作	a、冷凝管的选择
	b、温度计的位置
	c、蒸馏的进度
	d、前馏分的除去
	e、液体体积的量取
8. 苯胺产率的计算	产量的计算产率的计算
9. 折光率的测定	a、操作
	b、读数
10.多次萃取	20mL 或 15mL 乙醚分成 10mL*2, 7.5mL*2

11. 过滤操作	a、滤纸的大小：接近圆形，大小比布氏漏斗口
	b、是否先润湿滤纸：先用水润湿滤纸，紧贴于布氏漏斗底部
	c、先减压，再抽样
	d、布氏漏斗切口的方向：正对抽滤瓶的支管方向
	e、先解除压力，再关闭水泵
12. 洗涤操作	a、是否有压力：洗涤时应解除内外压力，常压洗涤
	b、洗涤剂量的多少：刚好浸泡所有的固体
	c、洗涤结束的标志：布氏漏斗切口处有液体滴下
	d、过程搅拌的幅度：轻轻搅拌，不能搅破滤纸
13. 重结晶操作	a、水的量的控制：在沸腾情况下，刚好完全溶解样品
	b、滤纸是否放入：不要将滤纸放入
	c、结晶过程：不要迅速冷水冷却，不要搅动
	d、是否用母液洗涤：不能
	e、是否回收母液中的产品：不能回收
14. 熔点测定	a、装样的高度：2
	b、样品是否研细：应先研细
	c、样品管的位置：三个中心，样品的中心位于温度计水银球的中心；温度计和样品管位于熔点管内径的中心；温度计水银球位于b形管竖直部分有热载体部分中心。
	d、加热的位置：b形管靠左的外侧拐角处
	e、加热速度：先快后慢，接近熔点 10℃ 减慢加热，1.2℃/min。

	f、测量次数：两次第一次粗测，第二次细测
	g、熔点数据记录：塌陷温度、始熔温度、全熔温度
	h、熔点的记录：m.p. 始熔~全熔
15. IR 测试	a、样品的准备
	b、样品的干燥
	c、压片
	d、测试
	e、IR 图谱解析
16. ¹ HNMR测试	溶液的配制
	¹ HNMR图谱解析
17. 综合性实验报告	实验报告
16.脱色过程	a、活性炭的量：1~5%，实际值。
	b、加入的时间：完全溶解后，稍冷在固体没有析出之前。
	C、加入后再煮沸 5~10 分钟。
	D、活性炭的除去：趁热过滤。

附流程图





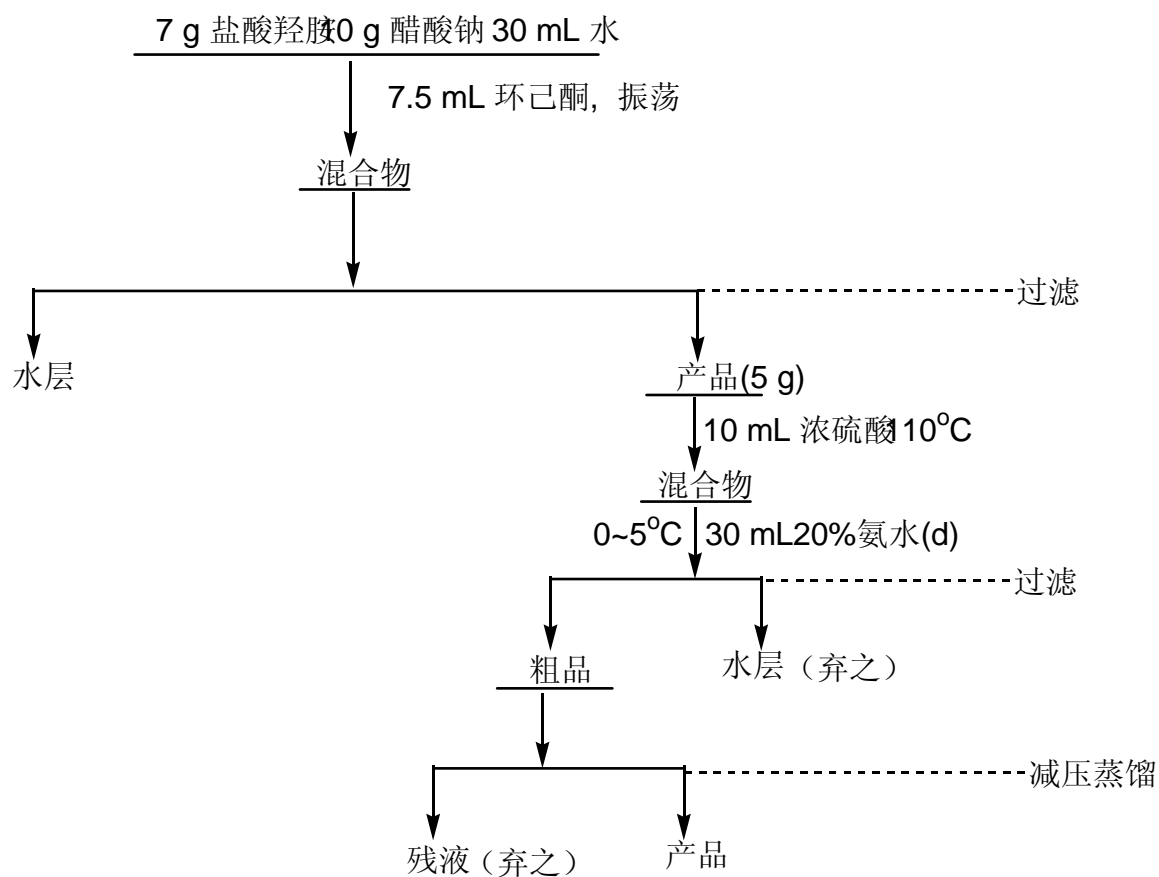
实验二 己内酰胺的制备

考核知识点	正确操作
1. 称量的方法	a、左物右码
	b、手腕的振动
	c、读数的方法
2. 加料的方法	a、固体加料，纸槽法
	b、液体加料，长颈漏斗
3. 冷凝管的选择	a、球形：<140℃回流
	b、空气：>140℃回流，
	c、直型：<140℃
4.分液操作	先分液再萃取
5.量筒体积的选择	量取 10mL 乙醚采用 25mL
	量取 5~7.5mL 乙醚采用 10mL
6. 干燥操作	a、三角烧瓶的干燥
	b、三角烧瓶塞子的配备
	c、干燥剂的选择
	d、干燥剂量的判断
	e、干燥完全的标志
	f、干燥剂的除去（过滤）
7. 蒸馏的操作	a、冷凝管的选择
	b、温度计的位置
	c、蒸馏的进度
	d、前馏分的除去
	e、液体体积的量取
8. 振荡操作	手腕振动，身体不动
9.过滤操作	a、滤纸的大小：接近圆形，大小比布氏漏斗口
	b、是否先润湿滤纸：先用水润湿滤纸，紧贴于布氏漏斗底部
	c、先减压，再抽样
	d、布氏漏斗切口的方向：正对抽滤瓶的支管方向
	e、先解除压力，再关闭水泵

10. 洗涤操作	a、是否有压力：洗涤时应解除内外压力，常压洗涤
	b、洗涤剂量的多少：刚好浸泡所有的固体
	c、洗涤结束的标志：布氏漏斗切口处有液体滴下
	d、过程搅拌的幅度：轻轻搅拌，不能搅破滤纸
11.中和操作	a、pH 试纸的使用：先润湿，分成多块，置于干净的表面皿中备用
	b、检测 pH 值操作：玻璃棒蘸取，点在 pH 试纸上
	c、是否冷却：冷水冷却烧杯
	d、是否需要比色卡：不要比色卡，酸遇 pH 试纸显红色
12. 熔点测定	a、装样的高度：2
	b、样品是否研细：应先研细
	c、样品管的位置：三个中心，样品的中心位于温度计水银球的中心；温度计和样品管位于熔点管内径的中心；温度计水银球位于 b 形管竖直部分有热载体部分中心。
	d、加热的位置：b 形管靠左的外侧拐角处
	e、加热速度：先快后慢，接近熔点 10℃ 减慢加热，1.2℃/min。
	f、测量次数：两次第一次粗测，第二次细测
	g、熔点数据记录：塌陷温度、始熔温度、全熔温度
	h、熔点的记录：m.p. 始熔~全熔
13. IR 测试	a、样品的准备
	b、样品的干燥
	c、压片
	d、测试

	e、IR 图谱解析
14. ^1H NMR测试	溶液的配制
	^1H NMR图谱解析
15. 综合性实验报告	实验报告
16. 滴管操作	a、操作滴管：右手中指和无名指控制滴管玻璃部分大拇指和食指控制乳胶头
	b、先排气，在插入液体
17. 硫酸	安全问题
18. 减压蒸馏操作	演示

附流程图



实验三、己二酸的制备

考核知识点	正确操作
1. 称量的方法	a、左物右码
	b、手腕的振动
	c、读数的方法
2. 加料的方法	a、固体加料，纸槽法
	b、液体加料，长颈漏斗
3. 冷凝管的选择	a、球形：<140℃回流
	b、空气：>140℃回流，
	c、直型：<140℃
4. 水蒸气蒸馏操作	a、蒸馏装置：塞子的配套，平面性
	b、操作过程
	c、被提纯物质条件（三个）
11.中和操作	a、pH 试纸的使用：先润湿，分成多块，置于干净的表面皿中备用
	b、检测 pH 值操作：玻璃棒蘸取，点在 pH 试纸上
	c、是否冷却：冷水冷却烧杯
	d、是否需要比色卡：不要比色卡，酸遇 pH 试纸显红色
6. 干燥操作	a、三角烧瓶的干燥
	b、三角烧瓶塞子的配备
	c、干燥剂的选择
	d、干燥剂量的判断
	e、干燥完全的标志
	f、干燥剂的除去（过滤）
7. 蒸馏的操作	a、冷凝管的选择
	b、温度计的位置
	c、蒸馏的进度
	d、前馏分的除去
	e、液体体积的量取
8. 苯胺产率的计算	产量的计算产率的计算

9. 折光率的测定	a、操作
	b、读数
10.多次萃取	20mL 或 15mL 乙醚分成 10mL*2, 7.5mL*2
11.过滤操作	a、滤纸的大小：接近圆形，大小比布氏漏斗口
	b、是否先润湿滤纸：先用水润湿滤纸，紧贴于布氏漏斗底部
	c、先减压，再抽样
	d、布氏漏斗切口的方向：正对抽滤瓶的支管方向
	e、先解除压力，再关闭水泵
12. 洗涤操作	a、是否有压力：洗涤时应解除内外压力，常压洗涤
	b、洗涤剂量的多少：刚好浸泡所有的固体
	c、洗涤结束的标志：布氏漏斗切口处有液体滴下
	d、过程搅拌的幅度：轻轻搅拌，不能搅破滤纸
13. 重结晶操作	a、水的量的控制：在沸腾情况下，刚好完全溶解样品
	b、滤纸是否放入：不要将滤纸放入
	c、结晶过程：不要迅速冷水冷却，不要搅动
	d、是否用母液洗涤：不能
	e、是否回收母液中的产品：不能回收
14. 熔点测定	a、装样的高度：2
	b、样品是否研细：应先研细
	c、样品管的位置：三个中心，样品的中心位于温度计水银球的中心；温度计和样品管位于熔点管内径的中心；温度计水银球位于b形管竖直部分有热载体部分中心。

	d、加热的位置：b 形管靠左的外侧拐角处
	e、加热速度：先快后慢，接近熔点 10℃ 减慢加热，1.2℃/min。
	f、测量次数：两次第一次粗测，第二次细测
	g、熔点数据记录：塌陷温度、始熔温度、全熔温度
	h、熔点的记录：m.p. 始熔~全熔
15. IR 测试	a、样品的准备
	b、样品的干燥
	c、压片
	d、测试
	e、IR 图谱解析
16. ¹ HNMR测试	溶液的配制
	¹ HNMR图谱解析
17. 综合性实验报告	实验报告
16.脱色过程	a、活性炭的量：1~5%，实际值。
	b、加入的时间：完全溶解后，稍冷在固体没有析出之前。
	C、加入后再煮沸 5~10 分钟。
	D、活性炭的除去：趁热过滤。

附流程图：

