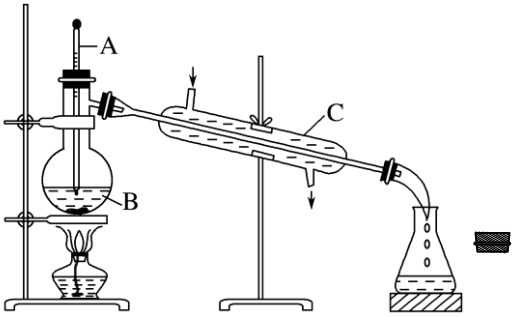
冷凝管种类及考查形式

〖专题引入〗指出下面蒸馏实验装置图中的错误之处：



（1）给烧瓶加热未垫石棉网；

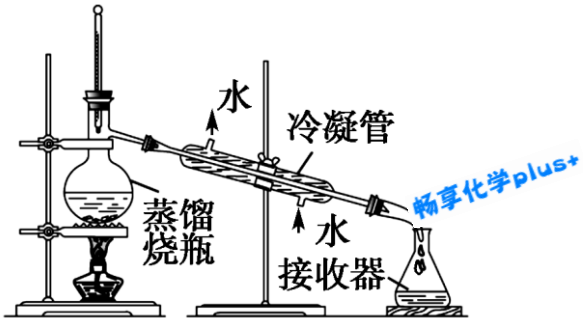
（2）温度计的水银球不应插入溶液中；

（3）冷却水的进出方向颠倒；

（4）牛角管与锥形瓶的接口处不能密封。

〖规范操作〗蒸馏考查

1、常压蒸馏：



（1）适用范围：分离互溶的沸点相差较大的液体混合物。

（2）主要仪器：蒸馏烧瓶、冷凝管、酒精灯、锥形瓶、牛角管、温度计、铁架台、石棉网等

（3）注意事项：a．蒸馏瓶垫上石棉网加热；

b．蒸馏烧瓶中要加沸石或碎瓷片；

c．温度计的水银球位于蒸馏烧瓶的支管口处，以测量蒸气的温度；

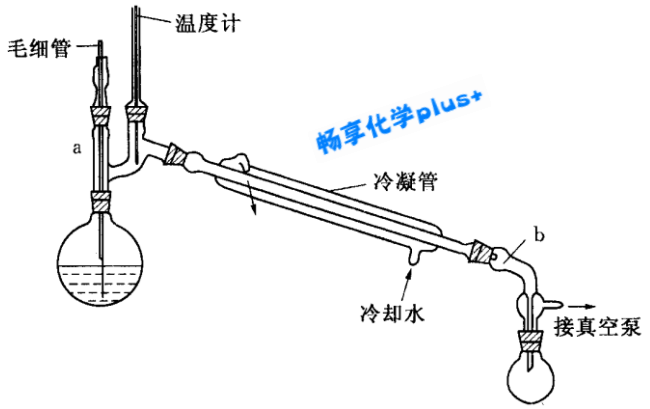
d．冷却水与蒸汽流动方向相反；

e．冷凝管一般选用直形冷凝管。

（4）气密性检查：连接好装置，在冷凝管的出口处接一橡胶管，并将橡胶管插入水中，将烧瓶微热，水中有气泡产生，冷却到室温，橡胶管中有一段稳定的水柱，则气密性良好。

2、减压蒸馏：

减压蒸馏的简单装置如下图所示，整个系统由克氏（Claisen）蒸馏烧瓶、冷凝管、收集器、抽气（真空泵）装置、接口等部分组成。



（1）在开始蒸馏之前，必须对减压蒸馏装置进行气密性检查。

（2）然后先将 D ，再 B ，当蒸馏成分在希望的沸点被蒸馏完毕时，或者蒸馏过程需要中断时，应当先 A ，再 C （填 A 或 B 或 C 或 D）。

A．移开加热浴将体系冷却

B．开始加热

C．缓缓解除系统真空，让空气进入装置内待恢复常压后关闭真空泵

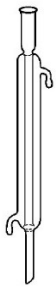
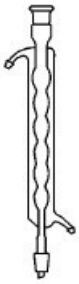
D．将体系抽成减压状态

（3）意义：

①降低蒸馏温度，避免易分解物质热分解；

②加快蒸馏速度，从而防止×××被氧化。

〖归纳整理〗冷凝管的种类

造型				
名称	直形冷凝管	球形冷凝管	蛇形冷凝管	空气冷凝管
用途	蒸馏、冷凝回流	冷凝回流	冷凝回流	蒸馏
适用范围、特点	一般用于沸点低于140℃的液体有机化合物的蒸馏操作	冷凝面积较直形冷凝管大，冷凝效率稍高	内芯管长度大，冷却面积大，冷却的效果更好，主要用于冷凝收集沸点偏低的蒸馏产物。	沸点大于 140℃的有机化合物的蒸馏（以免直形冷凝管通水冷却导致玻璃温差大而炸裂）。

如果分离沸点差别不太大的液体混合物的分离操作中，可用刺形分馏柱，这里不拓展。

〖理解应用〗

1、蒸馏操作时，一段时间后发现未通冷凝水，应采取的正确方法是**停止加热，冷却后通冷凝水**。

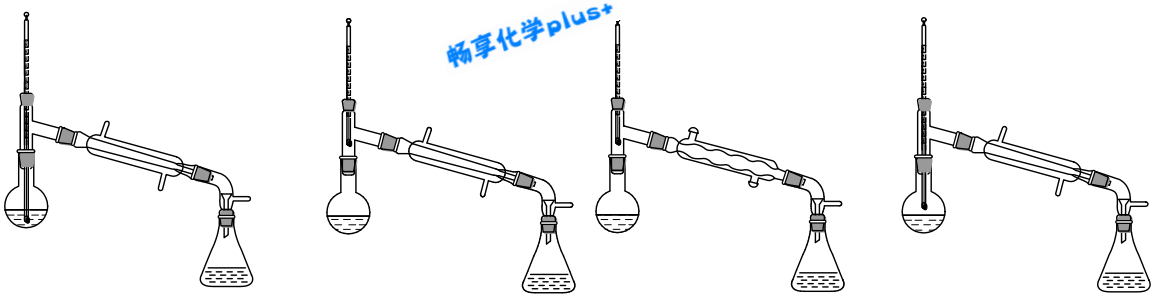
2、蒸馏后，是先撤酒精灯还是先停冷凝水？**先撤酒精灯**

3、减压蒸馏适用于蒸馏出（ AC ）

A．沸点较高（如沸点高于 150℃）的物质　　B．沸点较低（如沸点低于 150℃）的物质

C．热不稳定、易热分解的物质　　D．热稳定、不易热分解的物质

4、在蒸馏操作中：



a．　　b.　　c．　　d.

（1）仪器选择及安装都正确的是 b (填标号)。

（2）错误的说明理由：

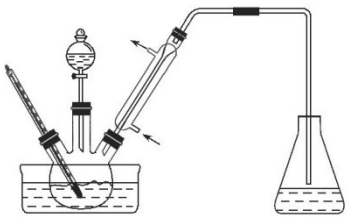
①**a、d 的温度计位置错误**；

②**c 冷凝管应该用直形冷凝管（若用球形冷凝管，冷凝的液体不能全部流下）**；

5、实验室以苯甲醛为原料制备间溴苯甲醛(实验装置见下图,相关物质的沸点见附表)。其实验步骤为：

步骤 1：将三颈瓶中的一定配比的无水 $AlCl_3$、1，2-二氯乙烷和苯甲醛充分混合后，升温至 60℃，缓慢滴加经 H_2SO_4 干燥过的液溴，保温反应一段时间，冷却。

步骤 2：将反应混合物缓加入一定量的稀盐酸中，搅拌、静置、分液。有机相用 10% $NaHCO_3$ 溶液洗涤。



步骤 3：经洗涤的有机相加入适量无水 $MgSO_4$ 固体，放置一段时间后过滤。

步骤 4：减压蒸馏有机相，收集相应馏分。

（1）实验装置中冷凝管的主要作用是**冷凝回流**，锥形瓶中的溶液应为 **NaOH**。

（2）步骤 1 所加入的物质中，有一种物质是催化剂，其化学式为 **$AlCl_3$**。

（3）步骤 2 中用 10% $NaHCO_3$ 溶液洗涤有机相，是为了除去溶于有机相的 **Br_2、HCl** (填化学式)。

（4）步骤 3 中加入无水 $MgSO_4$ 固体的作用是**除去有机相的水**。

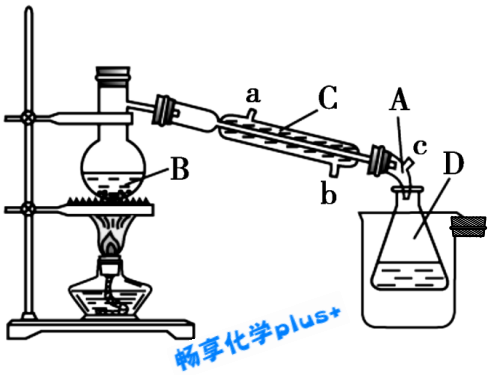
（5）步骤 4 中采用减压蒸馏技术，是为了防止**间溴苯甲醛被氧化（加快蒸馏速度）**。

附表：相关物质的沸点(101 kPa)

物质	沸点/℃	物质	沸点/℃
溴	58.8	1,2-二氯乙烷	83.5
苯甲醛	179	间溴苯甲醛	229

6、溴乙烷是一种重要的化工合成原料。实验室合成溴乙烷的反应和实验装置如下：

反应：$CH_3CH_2OH + HBr \xrightarrow[\triangle]{\text{浓硫酸}} CH_3CH_2Br + H_2O$ 装置。



实验中可能用到的数据如下表：

物质	相对分子质量	沸点/℃	密度/g·cm^{-3}	水溶性
CH_3CH_2OH	46	78.4	0.79	互溶
CH_3CH_2Br	109	38.4	1.42	难溶
$CH_3CH_2OCH_2CH_3$	74	34.8	0.71	微溶
$CH_2{=}CH_2$	28	- 104	0.38	不溶
H_2SO_4(浓硫酸)	98	338.0	1.38	易溶

①合成反应：在仪器 B 中加入适量 NaBr、浓硫酸和 50 mL 乙醇，装好仪器，缓缓加热，收集馏出物。

②分离提纯：将馏出物加水后振荡，再加入适量酸除去乙醚，分液，最后得到 52 mL 溴乙烷。

回答下列问题：

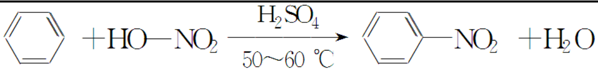
（1）仪器 B 的名称是**蒸馏烧瓶**。

（2）仪器 C 为直形冷凝管，冷却水进口是 **b** (填“a”或“b”)。

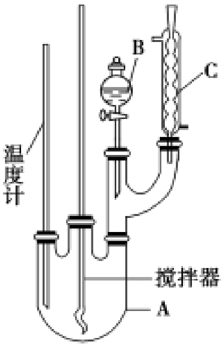
（3）仪器 D 置于盛有**冰水混合物**的烧杯中，目的是**冷却溴乙烷**。

（4）装置 A 的名称为牛角管，其结构中的 c 支管的作用是**平衡装置 D、装置 B 中的气压、便于装置 D 接收馏出液**。

（5）溴乙烷粗产品分离、提纯阶段，加水的目的是**除去溶解在溴乙烷中的乙醇**。

7、制备硝基苯的反应原理和实验装置如下： 

ΔH < 0



反应中存在的主要副反应有：在温度稍高的情况下会生成间二硝基苯。有关数据如下表：

物质	熔点/℃	沸点/℃	密度/(g·cm^{-3})	溶解性
苯	5.5	80	0.88	微溶于水
硝基苯	5.7	210.9	1.205	难溶于水
间二硝基苯	89	301	1.57	微溶于水
浓硝酸		83	1.4	易溶于水
浓硫酸		338	1.84	易溶于水

实验步骤如下：①取 100 mL 烧杯，用 20 mL 浓硫酸与 18 mL 浓硝酸配制混和酸，将混合酸小心加入 B 中；②把 18 mL(15.84 g)苯加入 A 中；③向室温下的苯中逐滴加入混酸，边滴边搅拌，混和均匀。在 50～60 ℃下发生反应，直至反应结束；④将反应液冷却至室温后倒入分液漏斗中，依次用少量水、5%NaOH 溶液、水洗涤并分液；⑤分出的产物加入无水 $CaCl_2$ 颗粒，静置片刻，然后倒入蒸馏烧瓶，弃去 $CaCl_2$，进行蒸馏纯化，收集 205～210 ℃馏分，得到纯硝基苯 18 g。回答下列问题：

（1）图中装置 C 的作用是冷凝回流。

（2）配制混合酸时，能否将浓硝酸加入到浓硫酸中，说明理由：不能，易进溅（联想浓硫酸稀释）。

（3）为了使反应在 55℃～60℃下进行，常用的方法是水浴加热。反应结束并冷却至室温后 A 中液体就是粗硝基苯，粗硝基苯呈黄色的原因是溶有浓硝酸分解产生的 NO_2（或硝酸）等杂质。

（4）在洗涤操作中，第二次水洗的作用是洗去残留的 NaOH 及生成钠盐。

（5）在蒸馏纯化过程中，因硝基苯的沸点高于 140℃，应选用空气冷凝管，不选用水直形冷凝管的原因是以免直形冷凝管通水冷却导致玻璃温差大而炸裂。

（6）本实验所得到的硝基苯产率是 72%。