

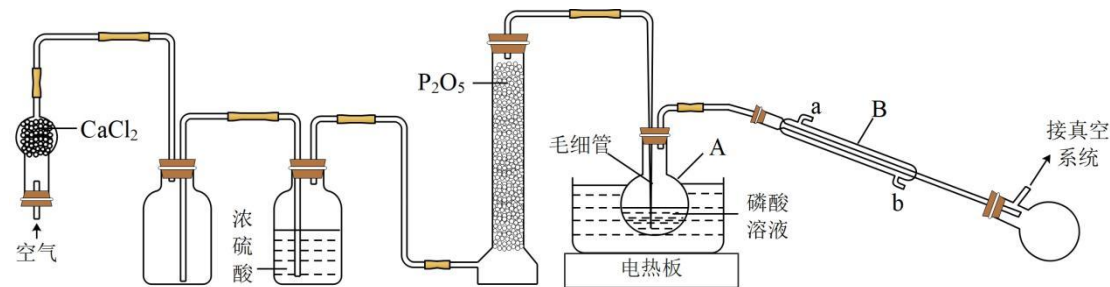
【核心考点 031】减压蒸馏

与「减压蒸馏」有关的题目已标蓝，可只做这一部分。

下载地址：shuigehuaxue.com。

第一部分 高考真题

1. (2022·湖北) 高技术领域常使用高纯试剂。纯磷酸(熔点为 42°C ，易吸潮)可通过市售 85%磷酸溶液减压蒸馏除水、结晶除杂得到，纯化过程需要严格控制温度和水分，温度低于 21°C 易形成 $2\text{H}_3\text{PO}_4\cdot\text{H}_2\text{O}$ (熔点为 30°C)，高于 100°C 则发生分子间脱水生成焦磷酸等。某兴趣小组为制备磷酸晶体设计的实验装置如下(夹持装置略)：



回答下列问题：

(1) A 的名称是_____。B 的进水口为_____ (填“a”或“b”)。

(2) P_2O_5 的作用是_____。

(3) 空气流入毛细管的主要作用是防止_____，还具有搅拌和加速水逸出的作用。

(4) 升高温度能提高除水速度，实验选用水浴加热的目的是_____。

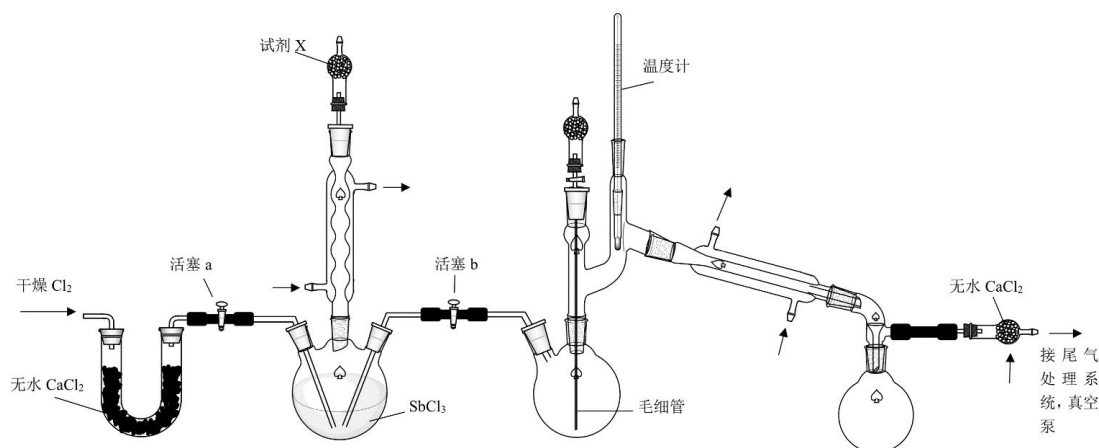
(5) 磷酸易形成过饱和溶液，难以结晶，可向过饱和溶液中加入_____促进其结晶。

(6) 过滤磷酸晶体时，除了需要干燥的环境外，还需要控制温度为_____ (填标号)。

A. $<20^{\circ}\text{C}$ B. $30\sim 35^{\circ}\text{C}$ C. $42\sim 100^{\circ}\text{C}$

(7) 磷酸中少量的水极难除去的原因是_____。

2. (2021·湖北) 超酸是一类比纯硫酸更强的酸，在石油重整中用作高效催化剂。某实验小组对超酸 HSbF_6 的制备及性质进行了探究。由三氯化锑(SbCl_3)制备 HSbF_6 的反应如下： $\text{SbCl}_3 + \text{Cl}_2 \xrightarrow{80^{\circ}\text{C}} \text{SbCl}_5$ 、 $\text{SbCl}_5 + 6\text{HF} = \text{HSbF}_6 + 5\text{HCl}$ 。制备 SbCl_5 的初始实验装置如图(毛细管连通大气，减压时可吸入极少量空气，防止液体暴沸；夹持、加热及搅拌装置略)：



相关性质如表：

物质	熔点	沸点	性质
SbCl ₃	73.4℃	220.3℃	极易水解
SbCl ₅	3.5℃	140℃ 分解 79℃/2.9kPa	极易水解

回答下列问题：

(1)实验装置中两个冷凝管___(填“能”或“不能”)交换使用。

(2)试剂 X 的作用为___、___。

(3)反应完成后，关闭活塞 a、打开活塞 b，减压转移___(填仪器名称)中生成的 SbCl₅ 至双口烧瓶中。用真空泵抽气减压蒸馏前，必须关闭的活塞是___(填“a”或“b”)；用减压蒸馏而不用常压蒸馏的主要原因是___。

(4)实验小组在由 SbCl₅ 制备 HSbF₆ 时，没有选择玻璃仪器，其原因为___。(写化学反应方程式)

(5)为更好地理解超酸的强酸性，实验小组查阅相关资料了解到：弱酸在强酸性溶剂中表现出碱的性质，如冰醋酸与纯硫酸之间的化学反应方程式为 CH₃COOH+H₂SO₄=[CH₃C(OH)₂]⁺[HSO₄]⁻。以此类推，H₂SO₄ 与 HSbF₆ 之间的化学反应方程式为___。

(6)实验小组在探究实验中发现蜡烛可以溶解于 HSbF₆ 中，同时放出氢气。已知烷烃分子中碳氢键的活性大小顺序为：

甲基(—CH₃)<亚甲基(—CH₂—)<次甲基(— $\overset{|}{\text{C}}\text{H}$ —)。写出 2—甲基丙烷与 HSbF₆ 反应的离子方程式___。

3. (2020·北京) H₂O₂ 是一种重要的化学品，其合成方法不断发展。

(1)早期制备方法：Ba(NO₃)₂ $\xrightarrow[\text{I}]{\text{加热}}$ BaO $\xrightarrow[\text{II}]{\text{O}_2}$ BaO₂ $\xrightarrow[\text{III}]{\text{盐酸}}$ $\xrightarrow[\text{IV}]{\text{除杂}}$ 滤液 $\xrightarrow[\text{V}]{\text{减压蒸馏}}$ H₂O₂

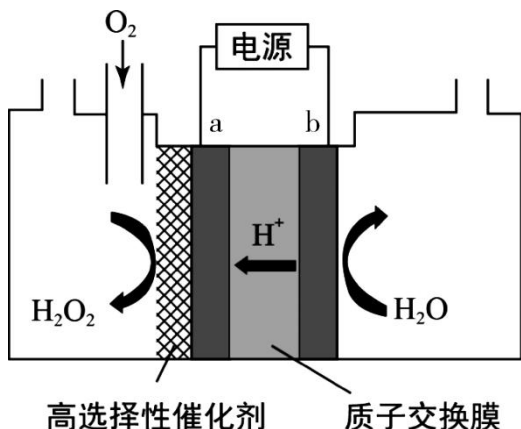
①I 为分解反应，产物除 BaO、O₂ 外，还有一种红棕色气体。该反应的化学方程式是___。

②II 为可逆反应，促进该反应正向进行的措施是___。

③III 中生成 H₂O₂，反应的化学方程式是___。

④减压能够降低蒸馏温度，从 H₂O₂ 的化学性质角度说明 V 中采用减压蒸馏的原因：___。

(2)电化学制备方法：已知反应 2H₂O₂=2H₂O+O₂↑能自发进行，反向不能自发进行，通过电解可以实现由 H₂O 和 O₂ 为原料制备 H₂O₂，如图为制备装置示意图。



①a 极的电极反应式是___。

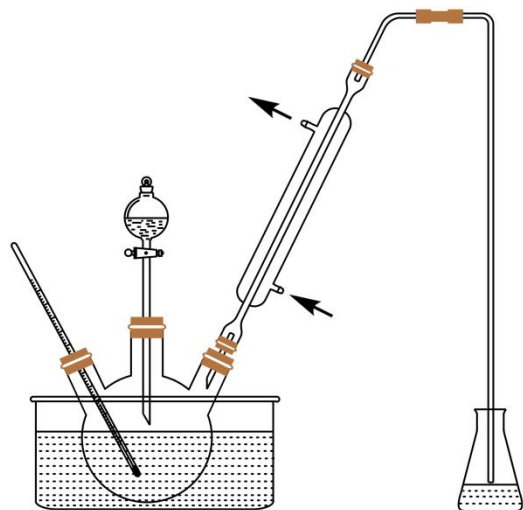
②下列说法正确的是_____。

- A. 该装置可以实现电能转化为化学能
- B. 电极 b 连接电源负极
- C. 该方法相较于早期制备方法具有原料廉价，对环境友好等优点

4. (2015·江苏) 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°C , 缓慢滴加经浓硫酸干燥过的液溴, 保温反应一段时间, 冷却。

步骤 2: 将反应混合物缓慢加入一定量的稀盐酸中, 搅拌、静置、分液。有机相用 $10\%\text{NaHCO}_3$ 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_____，锥形瓶中的溶液应为_____。
- (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_____。
- (3) 步骤 2 中用 $10\%\text{NaHCO}_3$ 溶液洗涤有机相, 是为了除去溶于有机相的_____(填化学式)。
- (4) 步骤 3 中加入无水 MgSO_4 固体的作用是_____。
- (5) 步骤 4 中采用减压蒸馏技术, 是为了防止_____。

附表相关物质的沸点 (101kPa)

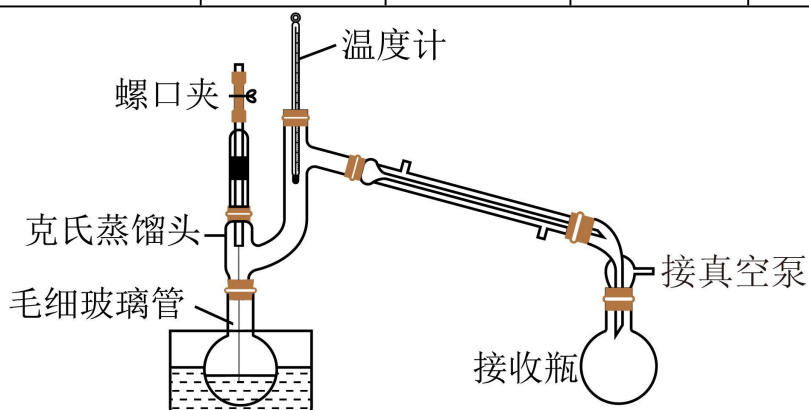
物质	沸点/ $^\circ\text{C}$	物质	沸点/ $^\circ\text{C}$
溴	58.8	1, 2-二氯乙烷	83.5
苯甲醛	179	间溴苯甲醛	229

第二部分 高考模拟题

1. (2026·陕西铜川·一模) 乙酰乙酸乙酯是一种重要的有机合成中间体, 实验室常用乙酸乙酯和乙醇钠反应制备。由于其在常压蒸馏时容易分解产生“去水乙酸”, 故在完成合成、酸化、分液和干燥后, 通过下图所示装置进行提纯操作。

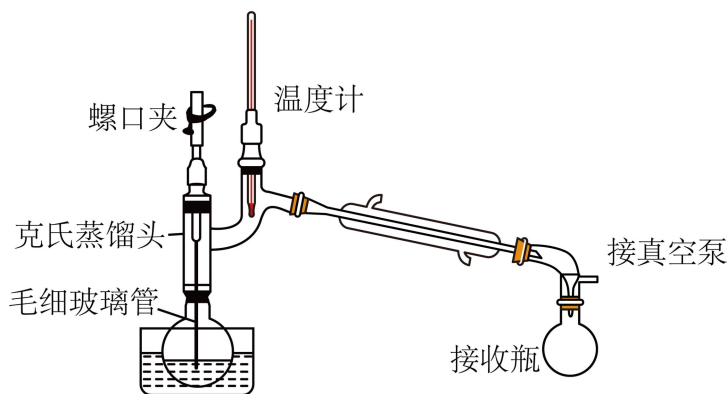
已知乙酰乙酸乙酯沸点与压力的关系如下表, 下列说法错误的是

压力/mmHg	760	80	60	40	30
沸点/°C	181	100	97	92	98



- A. 合成乙酰乙酸乙酯必须使用无水的溶剂和仪器
- B. 压力为 30mmHg 时, 应将热浴温度控制在 88°C
- C. 克氏蒸馏头能防止液体冲入冷凝管
- D. 减压蒸馏结束后, 应先移去热源, 再关闭真空泵

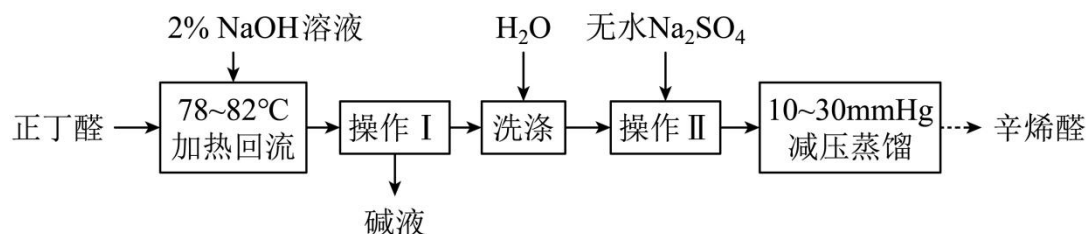
2. (2026·黑龙江·二模) 实验室制备辛烯醛, 最后常采用减压蒸馏的方法获得纯净的辛烯醛, 已知: 辛烯醛沸点为 177°C (在沸点 177°C 时略有分解), 实验装置如图。下列说法正确的是

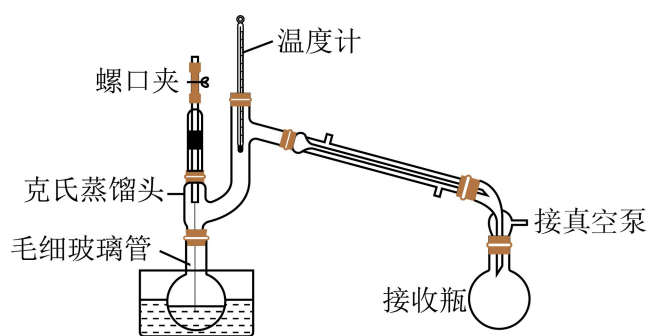


- A. 可以用酒精灯加热替代热水浴
- B. 毛细玻璃管仅起搅拌作用
- C. 收集温度计示数为 177°C 的馏分
- D. 克氏蒸馏头上弯管的作用主要是防止突然暴沸使液体进入冷凝管和接收瓶

3. (25-26 高三上·山西·月考) 实验室利用反应 $2\text{CH}_3\text{CH}_2\text{CH}_2\text{CHO} \xrightarrow[\text{稀NaOH}]{\text{加热}} \text{H}_2\text{O} + \text{CH}_3\text{CH}_2\text{CH}_2\text{CH}=\overset{\text{CH}_2\text{CH}_3}{\text{C}}\text{CHO}$ 制

备辛烯醛的流程如下图。



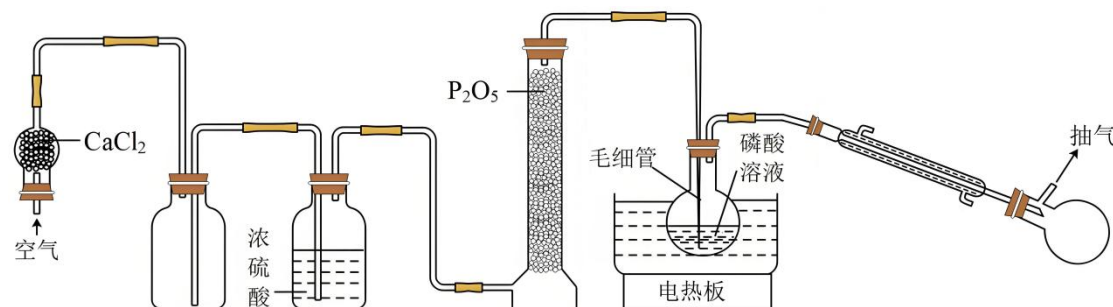


已知：正丁醛的沸点为 75.7°C 。辛烯醛沸点为 177°C (在沸点 177°C 时略有分解)，密度为 $0.848\text{g}\cdot\text{cm}^{-3}$ ，不溶于水。利用如上图装置进行减压蒸馏。

下列说法错误的是

- A. 加热回流中温度计插入液面以下
- B. 操作 I 用到的玻璃仪器有分液漏斗、烧杯
- C. 克氏蒸馏头能防止液体冲入冷凝管
- D. 减压蒸馏结束后，应先关闭真空泵，再移去热源

4. (2026·四川宜宾·一模) 市售 85% 磷酸溶液经减压蒸馏除水、结晶得到纯磷酸晶体，该纯化过程需严格控制温度和水分，实验装置如图(夹持装置省略)。

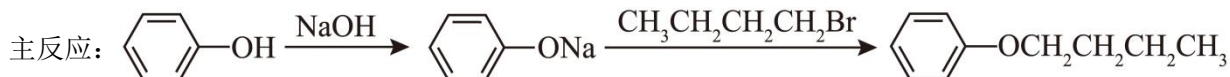


已知：纯磷酸熔点为 42°C ，易吸水潮解。

下列说法错误的是

- A. CaCl_2 、浓硫酸和 P_2O_5 均用于干燥空气
- B. 通过毛细管提供的微小气泡可防止暴沸
- C. 通入空气的目的是吹出磷酸溶液中的水
- D. 电热板加热温度宜控制在 35°C 左右

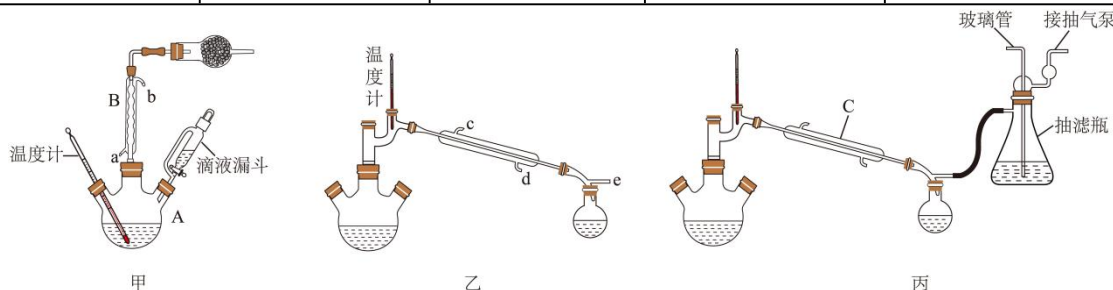
5. (2026·辽宁抚顺·模拟预测) 苯丁醚是一种麻醉药物。实验室采用下列反应原理和方法制备少量苯丁醚。



常压下实验室制备苯丁醚的相关信息如表所示，装置如图所示(加热和夹持装置省略)。

原料及产物	熔点/ $^{\circ}\text{C}$	沸点/ $^{\circ}\text{C}$	密度/ $(\text{g}\cdot\text{cm}^{-3})$	溶解性
苯酚	43	182	1	微溶于冷水，可混溶于乙醇、醚等有机溶剂

正溴丁烷	-112	102	1.2758	不溶于水，能溶于醇、醚等有机溶剂
苯丁醚	-19	210	0.9	不溶于水，能溶于醇、醚等有机溶剂
正丁醇	-89	117	—	能溶于水、醇、醚等溶剂
乙醇	-114.1	78.3	—	—



实验过程：

①苯丁醚的合成。在图甲仪器 A 中加入 4.4 g NaOH、30 mL 无水乙醇、9.4 g 苯酚。采用油浴加热；待仪器 A 中混合物沸腾，回流开始时，从滴液漏斗中缓缓滴入适量正溴丁烷；滴加液体完毕后，控制油温为 90~95℃，回流 1 h，仪器 A 中出现较多的白色沉淀 NaBr。

②将图甲回流装置改为图乙所示装置进行蒸馏，温度高于 79℃ 时停止加热。

③冷却后，在蒸馏残留物中加蒸馏水，振荡，将混合液转移至分液漏斗中，进行萃取分液。再用无水 CaCl₂ 对有机层进行干燥，过滤除去干燥剂，采用减压蒸馏装置进行蒸馏，收集到 12.8 mL 纯产品。

回答下列问题：

(1)图甲中仪器 B 的名称是_____；图乙中冷水从_____ (填“c”或“d”，下同)进，_____ 出。

(2)相比于酒精灯直接加热，油浴加热的优点是_____。

(3)该制备反应除“主反应”外，还有 CH₃CH₂CH₂CH₂Br 参与的 2 个“副反应”：

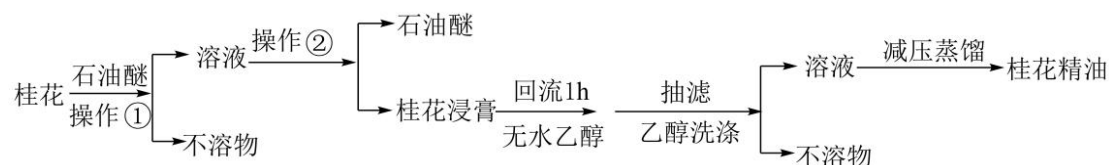


(4)实验过程②进行蒸馏操作的目的是_____。

(5)实验过程③的减压蒸馏装置如图丙所示。抽滤瓶内盛有浓硫酸，玻璃管的作用是_____；若用仪器 B 代替仪器 C，则制备产率_____ (填“增大”“减小”或“不变”)；该减压蒸馏收集的馏分温度范围为_____ (填“110~160”或“200~220”)℃。

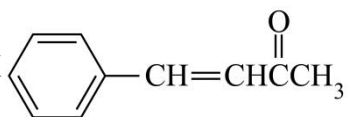
(6)该制备实验中，苯丁醚的产率为_____ %。

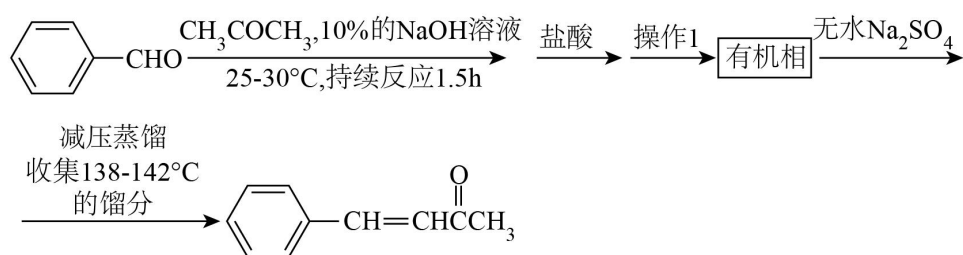
6. (2025 青岛一模, 8) 实验室提取桂花精油的流程如下。下列说法错误的是



A. “操作①”所需的玻璃仪器有烧杯、漏斗、玻璃棒

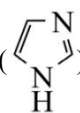
- B. “操作②”为过滤，所得的石油醚可循环利用
- C. “乙醇洗涤”可提高桂花精油的收率
- D. “减压蒸馏”可防止桂花精油在较高温度下变质

7. (2025 潍坊一模, 8) 化合物 M () 是一种食品添加剂, 熔点 38°C, 沸点 261°C, 易溶于有机溶剂, 难溶于水, 长时间加热易分解。其实验室合成过程如下:



下列说法错误的是

- A. 取有机相液体加入少量溴水, 若溴水褪色, 证明有 M 生成
- B. 无水 Na_2SO_4 的作用是干燥有机相
- C. 在进行操作 1 后, 向水相中加入适量甲苯, 再次进行操作 1, 可提高产率
- D. 减压蒸馏可以防止产品分解

8. (25-26 高三下·河南郑州·月考) 咪唑() 是一种化工产品。某实验小组用 OHC-CHO 、 HCHO 、 $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ 按物质的量之比为 1:1:1 反应制备咪唑, 装置和步骤如下:

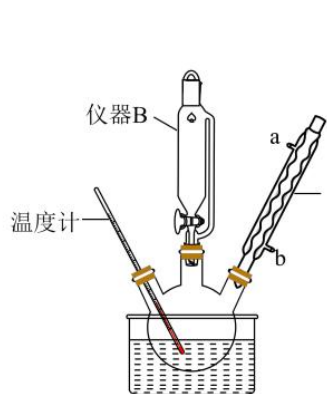


图1

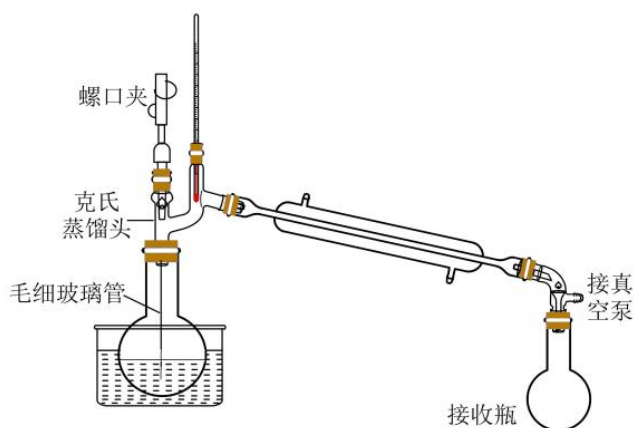


图2

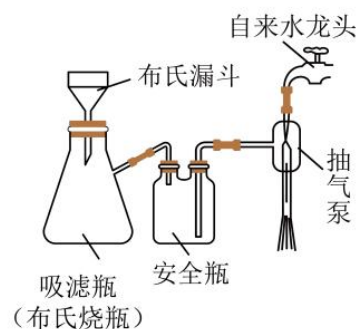


图3

①投料: 在 250 mL 三颈烧瓶中加入适量硫酸铵和 50 mL 蒸馏水, 搅拌溶解; 在滴液漏斗中加入乙二醛与甲醛的混合液(含 5.8 g OHC-CHO 和 6.0 g HCHO), 滴加时三颈烧瓶中溶液的温度低于 40°C, 滴毕升温至 85~88°C, 保温 4h, 反应液逐渐变浑浊。

②排氨: 冷却至 50~60°C, 分批加入氢氧化钙固体至 $\text{pH} > 10$; 升温至 85~90°C, 保温 1h 排尽氨气。

③浓缩: 趁热过滤, 用热水洗涤滤饼 2~3 次; 合并滤液与洗液, 常压浓缩至有大量晶体析出, 再减压浓缩至黏稠状。

④提纯：减压蒸馏，油泵减压(0.133~0.267kPa)，收集馏分，得淡黄色粗咪唑。

⑤精制：用苯加热溶解，趁热过滤，冷却后析出白色针状晶体；抽滤、真空干燥，得到咪唑 3.06 g。

已知：乙二醛的沸点为 51℃，咪唑的沸点为 267℃，且咪唑在水中的溶解度随温度升高而显著增加。

回答下列问题：

(1)在图 1 装置中，仪器 A 的作用是_____。

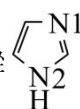
(2)步骤②中，“分批加入氢氧化钙固体”的目的是_____。

(3)步骤③中，“趁热过滤”的目的是_____，“用热水洗涤滤饼”的目的是_____。

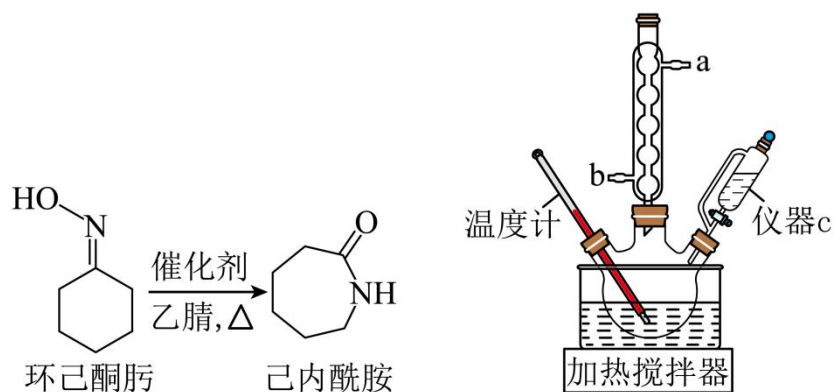
(4)利用图 2 装置完成步骤④，减压蒸馏中毛细玻璃管的作用是_____。

(5)步骤⑤中采用抽滤，与常压过滤相比，抽滤的优点是_____。

(6)本实验中，咪唑的产率为_____ %。

(7)咪唑  的碱性主要是由 1 号 N 体现的，判断依据是_____。

9. (2025 济南二模, 18) 己内酰胺是生产锦纶和尼龙工程塑料的原料单体，用如下原理及装置制备(夹持装置略)。



已知实验所需物质性质如表格所示：

试剂名称	色态	熔点	溶解性
对甲苯磺酰氯	白色片状结晶	71℃	溶于乙腈和苯
环己酮肟	白色晶体	89℃	溶于水 and 一般有机溶剂
己内酰胺	白色片状固体	70℃	溶于水 and 一般有机溶剂，有腐蚀性

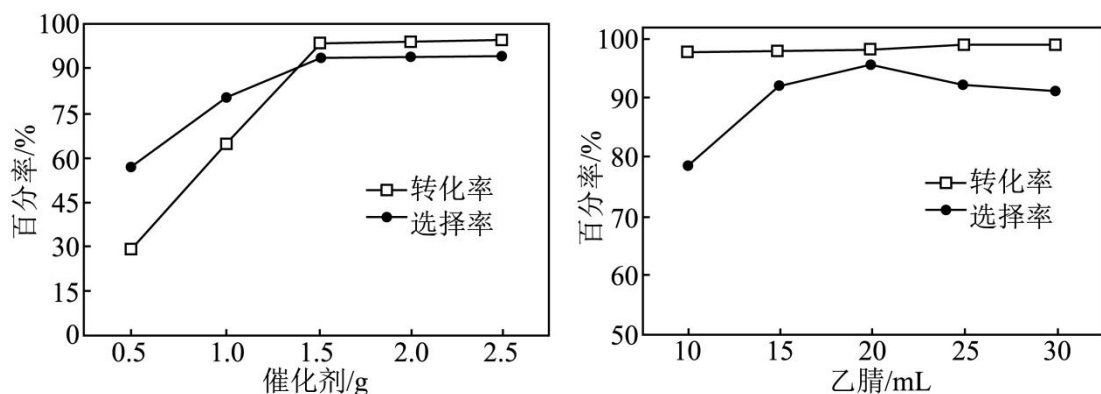
制备操作：向装有温度计的三口烧瓶中加入 $m \text{ g H}_3\text{C}-\text{C}_6\text{H}_4-\text{SO}_2\text{Cl}$ (对甲苯磺酰氯简称为 TsCl)，磁力搅拌下滴加

$V \text{ mL}$ 溶有 2.0g 环己酮肟的乙腈溶液，控温 60℃ 反应 2.5 小时。减压蒸馏除去乙腈，加入 20mL 水将黏稠物溶解，再缓慢加入饱和 NaHCO_3 溶液，充分振摇，氯仿萃取，萃取液加入干燥剂振摇后放置澄清，常压蒸出氯仿，减压蒸馏得己

内酰胺 1.84g。

回答下列问题

(1) 仪器 c 的名称为_____；对照实验显示催化剂和溶剂用量均能影响原料转化率和选择性如图所示，本实验中需要的对甲苯磺酰氯质量 $m =$ _____ g，乙腈体积 $V =$ _____ mL。



(2) 环己酮肟、溶剂乙腈使用前都需要干燥除水，否则会导致催化剂 TsCl 失活，发生的反应方程式_____。氯仿萃取合并液可以选用_____作干燥剂(选填“硫酸镁”“碱石灰”或“五氧化二磷”)。

(3) 关于该实验，下列说法错误的是_____ (填标号)。

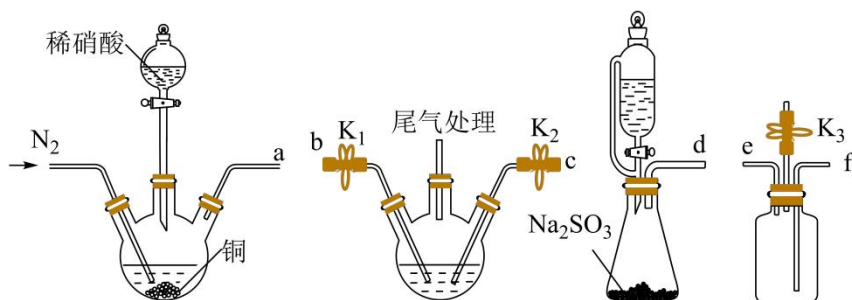
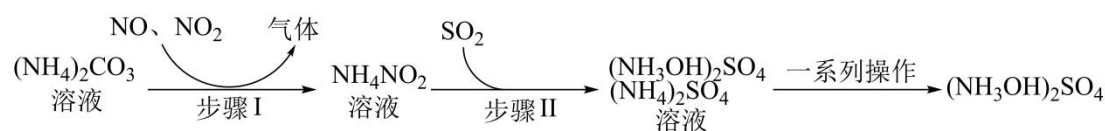
- A. 氯仿萃取振荡时，分液漏斗下口应倾斜向下
- B. 实施减压蒸馏时，应该先加热后减压
- C. 可通过测定产品熔点定性判断其纯度高低
- D. 需要在通风橱内进行，并且佩戴防护手套

(4) 将硫酸“固定”在分子树脂上可得磺酸树脂类催化剂。该类催化剂的优点是_____。

(5) 上述条件下测得环己酮肟转化率为 98.4%，环己酮肟转化为己内酰胺选择性为_____%(保留三位有效数字)。

10. (2024 淄博一模, 18) 实验室制备硫酸羟胺 $[(\text{NH}_3\text{OH})_2\text{SO}_4]$ 的流程及装置如图(加热及夹持装置略)。已知

$(\text{NH}_3\text{OH})_2\text{SO}_4$ ($M = 164\text{g} \cdot \text{mol}^{-1}$) 具有还原性，易溶于水，羟胺 (NH_2OH) 为白色晶体，易溶于水、甲醇，受热易分解。



回答下列问题:

(1) 实验装置连接顺序为: $a \rightarrow$ _____ (填序号)。步骤 I 的化学方程式为_____。

(2) 从结构上分析, 接受质子的能力: NH_2OH _____ NH_3 (填“>”或“<”), 则等浓度的 $(\text{NH}_3\text{OH})_2\text{SO}_4$ 和 $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ 的混合溶液中离子浓度由大到小的顺序为_____.

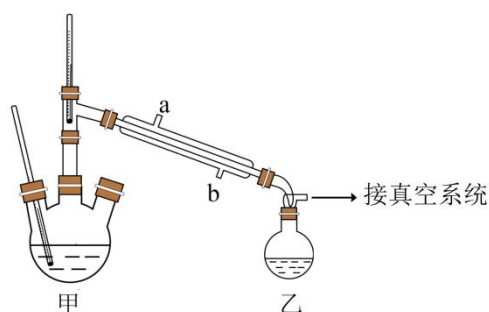
(3) 分离 $(\text{NH}_3\text{OH})_2\text{SO}_4$ 和 $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$, 向混合溶液中加入氨水, 生成 NH_2OH , 再加入甲醇, 析出_____晶体 (填化学式), 过滤, 将滤液进行_____蒸馏 (填“常压”或“减压”), 加入硫酸得到产品。

(4) 测定样品纯度 (杂质不参加反应): 称取 0.5000g $(\text{NH}_3\text{OH})_2\text{SO}_4$ 样品, 配制 100ml 溶液。取 20.00mL 于锥形瓶中, 先加稀硫酸酸化, 再加入过量 $\text{NH}_4\text{Fe}(\text{SO}_4)_2$ 溶液充分反应。加入足量磷酸溶液 (与 Fe^{3+} 形成无色配合物), 用 $\text{cmol}\cdot\text{L}^{-1}$ KMnO_4 标准溶液滴定达终点时消耗 $V\text{mL}$ 。则滴定终点的现象为_____; NH_2OH 被 Fe^{3+} 氧化成 N_2O , 样品的纯度为_____, 下列情况会导致测定样品纯度偏低的是_____。

- A. 未用待测液润洗滴定管
- B. 未干燥锥形瓶
- C. 观察读数时, 滴定前仰视, 滴定后俯视
- D. 滴定前滴定管尖嘴部分有气泡, 滴定后气泡消失

11. (2024 临沂一模, 17) 盐酸羟胺($\text{NH}_2\text{OH}\cdot\text{HCl}$ 是一种重要的分析试剂, 化学性质与铵盐相似。实验室以丁酮肟

($\text{CH}_3\text{CH}_2\text{C}(\text{N}=\text{OH})\text{CH}_3$)、盐酸为原料制备盐酸羟胺的装置如图所示(加热、夹持装置省略)。



已知: ①盐酸羟胺易溶于水, 溶解度随温度升高显著增大。

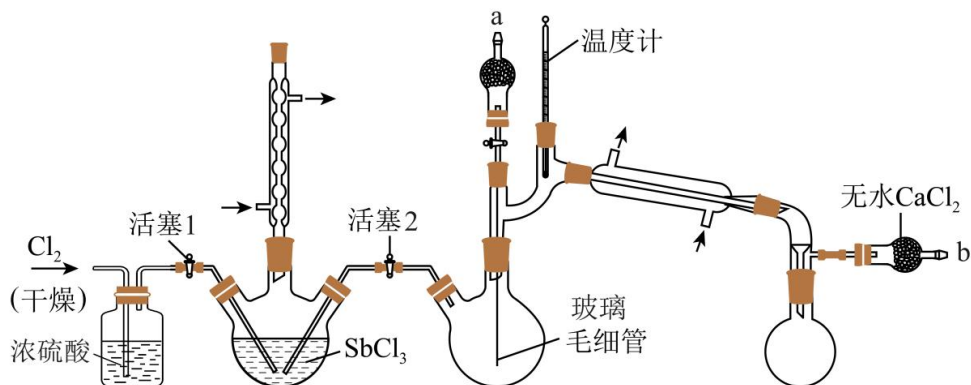
②盐酸羟胺的熔点为 152°C , 丁酮肟的沸点为 153°C , 丁酮的沸点为 79.6°C 。回答下列问题:

- (1) 直形冷凝管的进水口为_____ (填“a”或“b”)。
- (2) 甲装置中生成盐酸羟胺和丁酮的化学反应方程式为_____; 该反应为可逆反应, 反应过程中, 将丁酮不断蒸出的主要原因是_____; 乙装置接真空系统, 采用减压蒸馏, 其目的是_____。
- (3) 从反应后的溶液中获取盐酸羟胺的方法为_____, 洗涤干燥。
- (4) 测定产品纯度。

称取 mg 盐酸羟胺产品, 配制成 100mL 溶液, 量取 25.00mL 于锥形瓶中, 加入适量稀硫酸酸化, 再加入过量硫酸铁溶液, 发生反应: $2[\text{NH}_3\text{OH}]^+ + 4\text{Fe}^{3+} = 4\text{Fe}^{2+} + \text{N}_2\text{O}\uparrow + 6\text{H}^+ + \text{H}_2\text{O}$, 充分反应后, 用 $\text{cmol}\cdot\text{L}^{-1}$ $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ 标准溶液滴定 Fe^{2+} (滴定过程中 $\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-}$ 转化为 Cr^{3+} , Cl^- 不反应), 滴定达终点时消耗 $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ 溶液 $V\text{mL}$ 。则样品中 $\text{NH}_2\text{OH}\cdot\text{HCl}$ 的质量分数为_____; 滴定达终点时, 发现滴定管尖嘴内有气泡生成, 则测定结果_____ (填“偏高”、“偏低”或“无影响”)。

12. (2024 聊城二模, 18) 五氯化锑(SbCl_5)主要用作氟化工的催化剂, 纺织工业织物的阻燃剂、染料工业的中间体。

实验室根据反应 $\text{SbCl}_3 + \text{Cl}_2 \xrightarrow{80^\circ\text{C}} \text{SbCl}_5$, 利用如下装置制备 SbCl_5 (加热及夹持装置略)。



已知 SbCl_3 、 SbCl_5 的部分性质如下:

物质	熔点/ $^\circ\text{C}$	沸点/ $^\circ\text{C}$	性质
SbCl_3	73.4	223(101.3kPa)	均极易水解
SbCl_5	2.8	176(101.3kPa), 140 $^\circ\text{C}$	
		68(1.86kPa), 79(2.9kPa)	

实验室制备 SbCl_5 的步骤如下:

(i) 连接好仪器, 检验装置气密性, 加入药品;

(ii), 控制三颈烧瓶反应温度在 80°C , 通入 Cl_2 至反应结束, 通入 N_2 排净装置中 Cl_2 ;

(iii) 在 b 处连接减压装置,, 打开减压装置, 三颈烧瓶中液体流入双颈烧瓶,, 减压蒸馏, 收集目标物质。

(1) 步骤(ii)反应温度控制在 80°C 的主要目的是_____。

(2) 步骤(iii)打开减压装置前的操作是_____, 用减压蒸馏而不用常压蒸馏的主要原因是_____。

(3) 减压蒸馏时若控制压强为 1.86kPa, 温度计的读数应为_____ $^\circ\text{C}$, 减压蒸馏时玻璃毛细管的作用是_____。

(4) 该实验装置存在一处明显的设计缺陷, 该缺陷是_____。

(5) 氟锑酸(HSbF_6)是一种超强酸, 可由 SbCl_5 与 HF 反应制得, 反应的化学方程式是_____, 制备时, 应选用_____

材质的仪器(填标号)。

A. 玻璃 B. 陶瓷 C. 铁或铝 D. 聚四氟乙烯

13. (2024 德州三模, 18) 二苯酮是紫外线吸收剂、有机颜料等的中间体, 某小组设计实验并合成二苯酮反应原理及实验装置如下:

现象为_____。

A. NaCl 溶液

B. NaBr 溶液

C. NaCN 溶液

D. Na_2CrO_4 溶液

难溶物	AgCl	AgBr	AgCN	Ag_2CrO_4
颜色	白色	浅黄色	白色	砖红色
K_{sp}	1.77×10^{-10}	5.4×10^{-14}	2.7×10^{-16}	1.12×10^{-12}

②若步骤四蒸馏出的产品不纯，需用_____（填标号）进行重结晶进一步提纯得到 n 克二苯酮；

A. NaOH 溶液

B. 乙醇

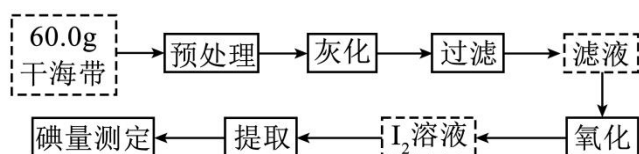
C. 盐酸

D. 水

E. 石油醚

通过计算可知，步骤三、四操作过程中产品的损耗率为_____（列出计算式，产品损耗率 = $\frac{\text{产品损失量}}{\text{产品理论量}} \times 100\%$ ）。

14. (24-25 高三·全国·一轮复习卷) 某研究性学习小组为了探究海带中碘元素的含量，简化的实验步骤如图所示（条件省略）：



回答下列问题：

(1)“灰化”主要用到的仪器有酒精灯、三脚架、泥三角、_____等。

(2)从绿色化学角度考虑，“氧化”时宜选择下列试剂中的_____（填标号），写出对应反应的离子方程式：_____。

A. 稀硫酸、 MnO_2 B. 氯气 C. 稀硫酸、 H_2O_2 D. 稀硝酸

(3)“提取”操作时，将 I_2 溶液转移至分液漏斗中，再加入 X，X 可选择_____（填标号）。

A. 氯仿

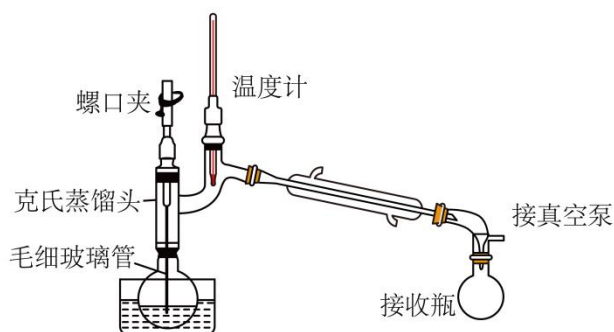
B. 乙醇

C. 苯

D. 裂化汽油

(4)萃取时，常采用多次萃取的方法提取碘，其目的是_____。

(5)选用如图装置进行减压蒸馏，提取碘单质。



毛细玻璃管的作用是_____；克氏蒸馏头相对普通蒸馏头，其优点是_____（答一条）。

答案与解析

与减压蒸馏有关的题目已标蓝，可只做这一部分。

第一部分 高考真题

1. (2022·湖北)

【答案】(1) 圆底烧瓶 b

(2)干燥气体

(3)防止暴沸、防止溶液从毛细管上升

(4)使溶液受热均匀

(5)磷酸晶体

(6)B

(7)磷酸可与水分子间形成氢键

【分析】空气通过氯化钙除水，经过安全瓶后通过浓硫酸除水，然后通过五氧化二磷，干燥的空气流入毛细管对烧瓶中的溶液进行搅拌，同时还具有加速水逸出和防止溶液沿毛细管上升的作用，将 85%磷酸溶液进行减压蒸馏除水、结晶除杂得到纯磷酸。

【详解】(1) 由仪器构造可知，仪器 A 为圆底烧瓶，仪器 B 为直形冷凝管，冷凝水应从 b 口进、a 口出，形成逆流冷却，使冷却效果更好。

(2) 纯磷酸制备过程中要严格控制温度和水分，因此五氧化二磷的作用为干燥气体。

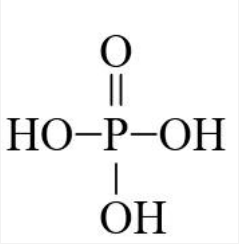
(3) 空气流入毛细管可以对烧瓶中的溶液防止暴沸，同时还具有加速水逸出和防止溶液沿毛细管上升的作用。

(4) 升高温度能提高除水速度，而纯磷酸制备过程中要严格控制温度，水浴加热可以避免直接加热造成的过度剧烈与温度的不可控性，使溶液受热均匀。

(5) 过饱和溶液暂时处于亚稳态，当加入一些固体的晶体或晃动时可使此状态失去平衡，过多的溶质就会结晶，因此可向磷酸的过饱和溶液中加入磷酸晶体促进其结晶。

(6) 纯磷酸纯化过程中，温度低于 21℃ 易形成 $2\text{H}_3\text{PO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ (熔点为 30℃)，高于 100℃ 则发生分子间脱水生成焦磷酸，纯磷酸的熔点为 42℃，因此过滤磷酸晶体时，除了需要干燥的环境外，还需要控制温度为 30~35℃，这个区间内答案选 B。

(7)

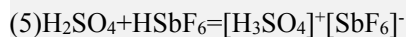
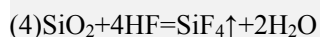
磷酸的结构式为：，分子中含羟基，可与水分子间形成氢键，因此磷酸中少量的水极难除去。

2. (2021·湖北)

【答案】(1)不能

(2) 吸收氯气，防止污染空气 防止空气中的水蒸气进入三口烧瓶使 SbCl_3 、 SbCl_5 水解

(3) 三口烧瓶 b 防止 SbCl_5 分解



【详解】(1) 与直形冷展管相比，球形冷凝管的冷却面积大，冷却效果好，且由于球形冷凝管的内芯管为球泡状，容易在球部积留蒸馏液，故不适宜用于倾斜式蒸馏装置，多用于垂直蒸馏装置，故实验装置中两个冷凝管不能交换使用；

(2) 根据表中提供信息， SbCl_3 、 SbCl_5 极易水解，知试剂 X 的作用是防止空气中水蒸气进入三口烧瓶，同时吸收氯气，防止污染空气；

(3) 由实验装置知，反应完成后，关闭活塞 a、打开活塞 b，减压转移三口烧瓶中生成的 SbCl_5 至双口烧瓶中；减压蒸馏前，必须关闭活塞 b，以保证装置密封，便于后续抽真空；根据表中提供信息知， SbCl_5 容易分解，用减压蒸馏而不用常压蒸馏，可以防止 SbCl_5 分解；

(4) 在由 SbCl_5 制备 HSbF_6 时，需用到 HF，而 HF 可与玻璃中的 SiO_2 反应，故不能选择玻璃仪器，反应的化学方程式为： $\text{SiO}_2 + 4\text{HF} = \text{SiF}_4\uparrow + 2\text{H}_2\text{O}$ ；

(5) H_2SO_4 与超强酸 HSbF_6 反应时， H_2SO_4 表现出碱的性质，则化学方程式为 $\text{H}_2\text{SO}_4 + \text{HSbF}_6 = [\text{H}_3\text{SO}_4]^+ [\text{SbF}_6]^-$ ；

(6) 2-甲基丙烷的结构简式为 $\text{CH}_3\text{CH}(\text{CH}_3)\text{CH}_3$ ，根据题目信息知， $\text{CH}_3\text{CH}(\text{CH}_3)\text{CH}_3$ 中上的 —CH— 氢参与反应，反应的离子方程式为 $\text{CH}_3\text{CH}(\text{CH}_3)\text{CH}_3 + \text{HSbF}_6 = \text{SbF}_6^- + (\text{CH}_3)_3\text{C}^+ + \text{H}_2\uparrow$ 。

3. (2020·北京)

【答案】 $2\text{Ba}(\text{NO}_3)_2 \xrightarrow{\text{加热}} 2\text{BaO} + \text{O}_2\uparrow + 4\text{NO}_2\uparrow$ 增大压强或增大氧气的浓度或降低温度 $\text{BaO}_2 + 2\text{HCl} =$

$\text{BaCl}_2 + \text{H}_2\text{O}_2$ H_2O_2 受热易分解 $\text{O}_2 + 2\text{H}^+ + 2\text{e}^- = \text{H}_2\text{O}_2$ AC

【分析】(1) 根据流程图示，硝酸钡受热分解，生成氧化钡、氧气和二氧化氮，氧化钡与氧气反应生成过氧化钡，过氧化钡与盐酸反应生成氯化钡和双氧水，向反应后的溶液中加入试剂除去钡离子，过滤后对滤液进行减压蒸馏，得到双氧水，据此分析解答；

(2) 根据图示，左端电极上氧气转化为双氧水，氧元素的化合价由 0 价变为 -1 价，得电子发生还原反应，则 a 电极为阴极，电极反应为 $\text{O}_2 + 2\text{H}^+ + 2\text{e}^- = \text{H}_2\text{O}_2$ ，b 电极为阳极，失电子发生氧化反应，电极反应为 $2\text{H}_2\text{O} - 4\text{e}^- = 4\text{H}^+ + \text{O}_2\uparrow$ ，据此分析解答。

【详解】(1) ① I 为分解反应，产物除 BaO 、 O_2 外，还有一种红棕色气体，该气体为 NO_2 。根据氧化还原反应电子得失守恒配平该反应的化学方程式为： $2\text{Ba}(\text{NO}_3)_2 \xrightarrow{\text{加热}} 2\text{BaO} + \text{O}_2\uparrow + 4\text{NO}_2\uparrow$ ；

② II 为 BaO 与氧气反应生成 BaO_2 ，是可逆反应，反应方程式为： $2\text{BaO}(\text{s}) + \text{O}_2(\text{g}) \rightleftharpoons 2\text{BaO}_2(\text{s})$ ，正反应为气体体积减小的放热反应，促进该反应正向进行的措施是增大压强或增大氧气的浓度或降低温度；

③ III 中过氧化钡与盐酸反应生成氯化钡和双氧水，反应的化学方程式是 $\text{BaO}_2 + 2\text{HCl} = \text{BaCl}_2 + \text{H}_2\text{O}_2$ ；

④ H_2O_2 受热易分解，采用减压能够降低蒸馏温度，防止双氧水分解导致产率降低；

(2)①根据分析, a 极的电极反应式是 $O_2+2H^++2e^-=H_2O_2$;

②A. $2H_2O_2=2H_2O+O_2\uparrow$ 能自发进行, 反向不能自发进行, 根据图示, 该装置有电源, 属于电解池, 电解池是将电能转化为化学能的装置, 故 A 正确;

B. 根据分析, 电极 b 为阳极, 电解池阳极与电源正极连接, 故 B 错误;

C. 根据分析, 该装置的总反应为 $2H_2O+O_2\stackrel{\text{电解}}{=}2H_2O_2$, 根据反应可知, 制取双氧水的原料为氧气和水, 来源广泛, 原料廉价, 对环境友好等优点, 故 C 正确;

答案选 AC。

【点睛】易错点为(1)中的④, H_2O_2 受热易分解, 减压能够降低蒸馏温度, 减小双氧水的分解, 提高双氧水的产率。

4. (2015·江苏)

【答案】 冷凝回流 NaOH $AlCl_3$ Br_2 、HCl 除去有机相的水 间溴苯甲醛被氧化

【分析】苯甲醛与溴在氯化铝催化作用下在 $60^\circ C$ 时反应生成间溴苯甲醛, 通式生成 HBr, 经冷凝回流可到间溴苯甲醛, 生成的 HBr 用氢氧化钠溶液吸收, 防止污染空气, 有机相中含有 Br_2 , 加入 HCl, 可用碳酸氢钠除去, 有机相加入无水 $MgSO_4$ 固体, 可起到吸收水的作用, 减压蒸馏, 可降低沸点, 避免温度过高, 导致间溴苯甲醛被氧化, 以此解答该题。

【详解】(1)因溴易挥发, 为使溴充分反应, 应进行冷凝回流, 以增大产率, 反应发生取代反应, 生成间溴苯甲醛的同时生成 HBr, 用氢氧化钠溶液吸收, 防止污染空气,

故答案为: 冷凝回流; NaOH;

(2)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, 三种物质中无水 $AlCl_3$ 为催化剂, 1, 2-二氯乙烷为溶剂, 苯甲醛为反应物,

故答案为: $AlCl_3$;

(3)经洗涤的有机相含有水, 加入适量无水 $MgSO_4$ 固体, 可起到除去有机相的水的作用,

故答案为: 除去有机相的水;

(4)减压蒸馏, 可降低沸点, 避免温度过高, 导致间溴苯甲醛被氧化,

故答案为: 间溴苯甲醛被氧化。

第二部分 高考模拟题

1. (2026·陕西铜川·一模)

【答案】B

【分析】本实验是通过乙酸乙酯和乙醇钠反应制备乙酰乙酸乙酯, 由于产物在常压蒸馏时容易分解产生“去水乙酸”, 因此采用减压蒸馏进行提纯。减压蒸馏的核心原理是降低体系压力, 从而降低液体的沸点, 避免高温导致产物分解。实验装置中, 克氏蒸馏头可防止液体暴沸后冲入冷凝管, 毛细管玻璃管用于引入小气泡作为汽化中心, 接收瓶连接真空泵以维持体系负压。

【详解】A. 合成乙酰乙酸乙酯时使用的乙醇钠极易与水反应, 且乙酸乙酯在碱性条件下遇水会发生水解反应, 因此整个合成过程必须使用无水的溶剂和仪器, 以保证反应顺利进行并提高产率, A 正确;

B. 根据表格数据, 当压力为 30mmHg 时, 乙酰乙酸乙酯的沸点为 98℃。在减压蒸馏操作中, 为了确保液体能够平稳沸腾并被蒸出, 热浴温度应控制在比沸点高 10~20℃, 即应控制在 108~118℃ 左右, 而不是 88℃。若热浴温度过低, 蒸馏速率会过慢甚至无法进行, B 错误;

C. 克氏蒸馏头有两个支管, 其中一个用于连接温度计, 另一个作为缓冲空间。当蒸馏瓶内液体因暴沸而剧烈翻腾时, 克氏蒸馏头可以有效阻挡液体飞沫直接冲入冷凝管, 从而防止冷凝管和接收瓶被污染, C 正确;

D. 减压蒸馏结束后, 应先移去热源, 待体系冷却后, 缓慢通入空气使体系恢复常压, 最后关闭真空泵。如果先关闭真空泵, 可能导致真空泵油倒吸; 如果未冷却就通入空气, 可能导致接收瓶中的液体倒吸回蒸馏装置中, D 正确;

故答案选 B。

2. (2026·黑龙江·二模)

【答案】D

【详解】A. 水浴加热的优点是便于控制温度, 使液体受热更均匀, 而酒精灯直接加热, 不便于控制温度, 所以不能用酒精灯加热替代热水浴, A 错误;

B. 蒸馏时, 毛细玻璃管可以起到搅拌作用, 也可以让少量空气进入, 在液体中形成汽化中心, 起到平衡气压、防暴沸作用, B 错误;

C. 压强减小, 物质的沸点降低, 由题意可知, 辛烯醛在 177℃ 时略有分解, 所以减压蒸馏时, 辛烯醛的沸点会降低, 则收集温度计示数为低于 177℃ 的馏分, C 错误;

D. 克氏蒸馏头上弯管作用是防止减压蒸馏过程中液体因剧烈沸腾而溅入冷凝管, D 正确;

故选 D。

3. (25-26 高三上·山西·月考)

【答案】D

【详解】A. 加热回流时需控制反应液温度为 78-82℃, 温度计应插入液面以下测量反应液温度, A 正确;

B. 操作 I 后得到“碱液”, 结合辛烯醛沸点可知其为不溶于水的液体, 可知操作 I 为分液, 需用分液漏斗、烧杯, B 正确;

C. 克氏蒸馏头具有支管结构, 可使蒸气平稳上升, 防止液体因暴沸直接冲入冷凝管, C 正确;

D. 减压蒸馏结束后, 应先移去热源, 待体系冷却后再打开安全瓶活塞通大气, 最后关闭真空泵, 若先关真空泵会导致液体倒吸, D 错误。

4. (2026·四川宜宾·一模)

【答案】D

【分析】本实验利用减压蒸馏(结合抽气装置降低体系压强)除水, 同时通过干燥空气、控温等操作制备纯磷酸晶体。过程中需规避磷酸易吸水潮解的特性, 同时蒸馏时需将温度控制在磷酸熔点以上, 以防其凝固(纯磷酸熔点 42℃)。干燥装置(CaCl₂、浓硫酸、P₂O₅)用于净化通入的空气, 防止水分进入体系; 毛细管提供微小气泡防止暴沸; 电热板控温需低于磷酸熔点, 避免晶体熔化, 据此分析。

【详解】A. CaCl₂(中性干燥剂)、浓硫酸(酸性干燥剂)、P₂O₅(酸性干燥剂)均可吸收空气中的水分; 磷酸易吸

水潮解，干燥空气可防止外界水分进入体系，保证纯化效果，A 不符合题意；

B. 液体加热时，毛细管引入的微小气泡能作为汽化中心，避免液体过热后突然剧烈沸腾（暴沸）；此操作符合减压蒸馏中防止暴沸的常规方法，B 不符合题意；

C. 干燥的空气通入磷酸溶液体系，可携带蒸馏出的水分离开，结合抽气装置降低压强，加速水的挥发；该操作有助于实现除水、结晶的纯化目标，C 不符合题意；

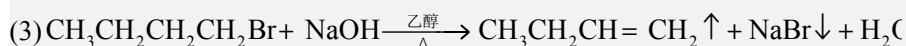
D. 纯磷酸的熔点为 42°C ，若加热温度低于熔点（如 35°C ），磷酸溶液难以有效蒸馏除水；需控制温度略高于磷酸熔点但避免过热，同时结合减压条件降低水的沸点，D 符合题意；

故选 D。

5. (2026·辽宁抚顺·模拟预测)

【答案】(1) 球形冷凝管 d c

(2) 加热温度变化平缓，受热均匀，易于控制温度等(答案合理即可)



(4) 除去混合物中的乙醇

(5) 平衡蒸馏装置内外压强 减小 110~160

(6) 76.8

【分析】在图甲仪器 A 中加入 4.4 g NaOH 、30 mL 无水乙醇、9.4 g 苯酚，油浴加热时，乙醇作溶剂，缓慢滴加正溴丁烷于烧瓶中发生题干的主反应，但是正溴丁烷在该条件下会发生水解和消去两个副反应，导致生成了正丁醇和正丁烯等副产物。球形冷凝管的作用是冷凝回流，提高反应物的转化率。充分反应后将三颈烧瓶中的液体转移到图乙的三颈烧瓶中，利用沸点的不同，将温度控制不高于 79°C ，将溶剂蒸出。蒸馏结束后用蒸馏水将 NaOH 、 NaBr 等无机物通过萃取分液除去，再干燥除水，最后减压蒸馏除去过量的反应物和副产物得到最终的纯苯丁醚。

【详解】(1) 由仪器 B 的构造特点可知其名称是球形冷凝管；冷凝管中冷水从下口进，上口出。

(2) 相比于酒精灯直接加热，油浴加热温度变化平缓，受热均匀，易于控制温度。

(3) 碱性和乙醇存在的条件下，卤代烃可发生取代反应和消去反应，故 $\text{CH}_3\text{CH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{Br}$ 参与的 2 个“副反应”除取代反应生成醇外，还发生生成烯烃的消去反应 $\text{CH}_3\text{CH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{Br} + \text{NaOH} \xrightarrow[\Delta]{\text{乙醇}} \text{CH}_3\text{CH}_2\text{CH}=\text{CH}_2 \uparrow + \text{NaBr} \downarrow + \text{H}_2\text{O}$ 。

(4) 该制备过程中加入了乙醇，该物质为溶剂，不参与反应，故实验过程②进行蒸馏操作的目的是除去反应生成的混合物中的乙醇。

(5) 减压蒸馏装置的玻璃管连通大气，其作用是平衡蒸馏装置内外压强；仪器 C 为直形冷凝管，仪器 B 为球形冷凝管，若用后者代替前者，因球形冷凝管的球形处聚集馏分，使收集到的产品偏少，则制备产率减小。常压下，苯丁醚的沸点为 210°C ，减压蒸馏时其沸点降低，故收集的馏分温度范围为 $110\sim 160^{\circ}\text{C}$ ，不可能是 $200\sim 220^{\circ}\text{C}$ 。

(6) 苯酚为 $\frac{9.4\text{g}}{94\text{g}\cdot\text{mol}^{-1}} = 0.1\text{mol}$ ，由元素守恒可知，苯丁醚的理论产量为 0.1 mol；而实际收集到 12.8 mL 产品，其物质的量为 $\frac{12.8\text{mL} \times 0.9\text{g}\cdot\text{cm}^{-3}}{150\text{g}\cdot\text{mol}^{-1}} = 0.0768\text{mol}$ ，故该制备实验中，苯丁醚的产率为 $\frac{0.0768\text{mol}}{0.1\text{mol}} \times 100\% = 76.8\%$ 。

6. (2025 青岛一模, 8)

【答案】B

【解析】

【分析】向桂花中加入石油醚, 充分振荡, 过滤, 分离除去不溶物, 得到溶液, 然后根据物质沸点的不同, 将溶液进行蒸馏, 分离出沸点低的石油醚和桂花浸膏, 再向桂花浸膏中加入无水乙醇回流 1 小时, 进行抽滤, 并用乙醇洗涤固体残渣, 充分回收桂花精油, 将分离得到溶液进行减压蒸馏, 分离得到桂花精油。

【详解】A. “操作①”是分离难溶性固体与可溶性液体混合物的操作, 该操作名称为过滤, 所需的玻璃仪器有烧杯、漏斗、玻璃棒, A 正确;

B. “操作②”为分离互溶的、沸点不同的混合物, 名称为蒸馏, 所得的沸点较低的石油醚可循环利用, B 错误;

C. 残留在固体上的桂花精油能够溶于乙醇, “乙醇洗涤”抽滤时的固体残渣, 可提高桂花精油的收率, C 正确;

D. 桂花精油不稳定, 高温易变质。利用物质沸点随压强的减小而降低的性质进行“减压蒸馏”就可防止桂花精油在较高温度下变质, D 正确;

故合理选项是 B。

7. (2025 潍坊一模, 8)

【答案】A

【解析】

【分析】苯甲醛与丙酮在 10%NaOH 溶液中持续加热 25~30℃, 发生反应生成化合物 M; 加入盐酸中和过量的碱, 调节溶液的 pH 至合适的范围, 以便后续操作能顺利进行; 再进行分液, 获得有机相; 加入无水 Na₂SO₄ 干燥有机相, 再进行减压分馏, 从而获得有机物 M。

【详解】A. 苯甲醛与丙酮在 10%NaOH 溶液中发生反应, 苯甲醛可能有剩余, 苯甲醛具有还原性, 能使溴水褪色, 则有机相液体使溴水褪色, 不能证明有 M 生成, A 错误;

B. 将有机相与水相分离后, 有机相中仍混有少量水分, 加入无水 Na₂SO₄, 可干燥有机相, B 正确;

C. 在进行操作 1(分液)后, 水相中仍溶有少量 M, 向水相中加入适量甲苯, 可萃取 M, 再次进行分液后, 将有机相合并进行蒸馏, 可提高 M 的产率, C 正确;

D. M 长时间加热易分解, 为降低沸点, 防止 M 的分解, 可采用减压蒸馏提取 M, D 正确;

故选 A。

8. (25-26 高三下·河南郑州·月考)

【答案】(1)冷凝回流, 提高原料利用率

(2)避免反应剧烈, 且能充分将 NH₃ 排出

(3) 避免咪唑析出, 减少咪唑损失 增大咪唑的溶解度, 充分洗去滤饼表面附着的咪唑, 提高产率

(4)作为气化核心, 防止液体暴沸

(5)过滤速度快、固体更干燥

(6)45

(7) 2号N中孤电子对参与形成 Π_6^6 ，1号N上孤电子对能与质子形成配位键

【分析】由题意可知，该实验的实验目的是以乙二醛、甲醛与硫酸铵为原料，经过投料、排氨、浓缩、减压蒸馏、精制等实验步骤制备得到咪唑。

【详解】(1) 由实验装置图可知，仪器A是球形冷凝管，作用是冷凝回流挥发出来的乙二醛、甲醛，提高原料的利用率；

(2) 由题意可知，加入氢氧化钙的目的是将硫酸铵转化为氨气排出，分批加入氢氧化钙固体可以有效控制反应速率，防止一次性加入过多导致反应过于剧烈，导致氨气的瞬间生成量过大而难以排出；

(3) 由题给信息可知，咪唑在水中的溶解度随温度升高而显著增加，趁热过滤可防止温度降低时咪唑因溶解度下降而结晶析出，从而减少产品损失；用热水洗涤滤饼可以提高咪唑的高溶解度，将附着在滤饼表面的咪唑溶解并洗入滤液中，从而提高咪唑的产率；

(4) 减压蒸馏中毛细玻璃管可以作为气化核心，起到防止液体暴沸的作用；

(5) 与常压过滤相比，抽滤利用真空泵产生负压，加快过滤速度，同时负压有助于抽走固体表面的水分，得到的滤饼更干燥，便于后续干燥操作；

(6) 由题意可知，乙二醛、甲醛与硫酸铵按物质的量之比为1:1:1反应制备咪唑，实验所用乙二醛、甲醛的物质的量分别为： $\frac{5.8\text{g}}{58\text{g/mol}}=0.1\text{ mol}$ 、 $\frac{6.0\text{g}}{30\text{g/mol}}=0.2\text{mol}$ ，则反应时乙二醛不足量，理论上完全反应生成0.1 mol咪唑，则由实验

制得3.06 g咪唑可知，咪唑的产率为： $\frac{3.06\text{g}}{0.1\text{mol} \times 68\text{g/mol}} \times 100\% = 45\%$ ；

(7) 由结构简式可知，咪唑分子中氮原子和碳原子的杂化方式均为 sp^2 杂化，分子中3个碳原子和1号氮原子各提供1个未参与杂化的p电子、2号氮原子提供1对未参与杂化的p电子共同形成 Π_6^6 大 π 键，则2号氮原子与氢原子相连，孤电子对参与形成大 π 键，电子云密度降低，难以结合质子，而1号氮原子有一对孤对电子，能与氢离子形成配位键，结合质子能力更强，所以咪唑的碱性主要是由1号氮原子体现。

9. (2025 济南二模，18)

【答案】(1) ①. 恒压滴液漏斗(恒压分液漏斗) ②. 1.5 ③. 20

(2) ①. $\text{TsCl} + \text{H}_2\text{O} = \text{TsOH} + \text{HCl}$ ②. 硫酸镁 (3) AB

(4) 分离操作方便、催化剂便于回收重复利用、增大催化剂与反应物间的接触面积

(5) 93.5

【解析】

【分析】本实验利用环己酮肟的乙腈溶液在催化剂(TsCl)作用下反应生成己内酰胺，反应完成后减压蒸馏除去乙醇，再经过除杂、萃取、蒸馏得到产品；

【小问1详解】

仪器c的名称为恒压滴液漏斗(恒压分液漏斗)；根据图示可知，催化剂选择1.5g转化率和选择性均达到较高水平，继续提高催化剂用量，转化率和选择性提升不大，故催化剂对甲苯磺酰氯选择 $m=1.5\text{g}$ ，同理乙腈选择20mL即可；

【小问2详解】

催化剂甲苯磺酰氯(TsCl)中含有氯原子，易水解，若不除水，催化剂TsCl与水发生的反应方程式为

$\text{TsCl} + \text{H}_2\text{O} = \text{TsOH} + \text{HCl}$ ；己内酰胺中含有酰胺基，在酸性、碱性环境下均能水解，故选择中性干燥剂硫酸镁；

【小问 3 详解】

- A. 氯仿萃取振荡时，分液漏斗下口应倾斜向上进行放气，A 错误；
B. 实施减压蒸馏时，应该先减压降低沸点后加热，B 错误；
C. 由表可知，产品的熔点和原料的熔点不同，可通过测定产品熔点定性判断其纯度高低，C 正确；
D. 该实验所用有机试剂大多有毒，需要在通风橱内进行，且己内酰胺有腐蚀性，需要带防护手套，D 正确；

故选 AB；

【小问 4 详解】

将硫酸“固定”在分子树脂上可得磺酸树脂类催化剂，其易于分离和回收，减少了催化剂的损失和环境污染，其具有良好的重复使用性，降低了生产成本；其次，催化剂稳定性高，能够在较宽的温度和 pH 范围内保持活性；此外，磺酸树脂催化剂具有较大的比表面积，能增大催化剂与反应物间的接触面积，加快反应速率。这些特性使其在有机合成和工业催化中具有广泛的应用前景。

【小问 5 详解】

环己酮肟与己内酰胺的摩尔质量均为 113g/mol，则 2.0g 环己酮肟理论上得到 2.0g 己内酰胺，转化率为 98.4%，若选择性为 100%，则理论上得到 $2.0\text{g} \times 98.4\% = 1.968\text{g}$ 己内酰胺，实际得到己内酰胺 1.84g，则选择性为

$$\frac{1.84\text{g}}{1.968\text{g}} \times 100\% = 93.5\% \text{ (保留三位有效数字)}。$$

10. (2024 淄博一模，18)

【答案】 (1) ①. $ef \rightarrow bc$ (或 cb) $\leftarrow d$ ②. $(\text{NH}_4)_2\text{CO}_3 + \text{NO} + \text{NO}_2 = 2\text{NH}_4\text{NO}_2 + \text{CO}_2$

(2) ①. $<$ ②. $c(\text{SO}_4^{2-}) > c(\text{NH}_4^+) > c(\text{NH}_3\text{OH}^+) > c(\text{H}^+) > c(\text{OH}^-)$

(3) ①. $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ ②. 减压

(4) ①. 滴入最后半滴 KMnO_4 标准溶液后，溶液变为粉红色，且半分钟内不变色 ②. 205cV% ③. AC

【解析】

【分析】铜与稀硝酸反应制 NO，为避免 NO 被氧气完全氧化成 NO_2 ，先用氮气排净整个装置的空气，之后制取的 NO 从 e 口进入，打开 k_3 ，仅使部分 NO 被氧气转化氧化成 NO_2 ，得到 NO 和 NO_2 的混合气体，从 f 口出，连 b 进入三颈烧瓶；用 70%左右的硫酸与亚硫酸钠固体制取二氧化硫，从 c 口进入三颈烧瓶，反应后继续通氮气，将没有反应完的 NO、 NO_2 、 SO_2 排出，进行尾气吸收。

【小问 1 详解】

铜与稀硝酸反应制 NO，制取的 NO 从 e 口进入，部分 NO 被氧气转化氧化成 NO_2 ，得到 NO 和 NO_2 的混合气体，从 f 口出，连 b 进入三颈烧瓶；用 70%左右的硫酸与亚硫酸钠固体制取二氧化硫，从 c 口进入三颈烧瓶，所以实验装置连接顺序为： $a \rightarrow ef \rightarrow bc$ (或 cb) $\leftarrow d$ ；步骤 I 是 NO、 NO_2 与碳酸钠溶液反应得到 NH_4NO_2 ，根据元素守恒可知气体为 CO_2 ，

其化学方程式为 $(\text{NH}_4)_2\text{CO}_3 + \text{NO} + \text{NO}_2 = 2\text{NH}_4\text{NO}_2 + \text{CO}_2$;

【小问 2 详解】

由于 O 的电负性很强, NH_2OH 中的羟基为吸电子基, 使得 NH_2OH 中 N 的电子云密度小于 NH_3 中 N 的电子云密度, 质子带正电, 电子云密度越大, 接受质子的能力越强, 所以接受质子的能力 $\text{NH}_2\text{OH} < \text{NH}_3$; 接受质子能力越强, 对应的碱溶液碱性越强, 则其盐溶液的水解程度越弱, 所以等浓度的 $(\text{NH}_3\text{OH})_2\text{SO}_4$ 和 $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ 的混合溶液中离子浓度由大到小的顺序为 $c(\text{SO}_4^{2-}) > c(\text{NH}_4^+) > c(\text{NH}_3\text{OH}^+) > c(\text{H}^+) > c(\text{OH}^-)$;

【小问 3 详解】

分离 $(\text{NH}_3\text{OH})_2\text{SO}_4$ 和 $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$, 向混合溶液中加入氨水, $(\text{NH}_3\text{OH})_2\text{SO}_4$ 与氨水发生反应生成 NH_2OH 和 $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ 的混合溶液, 羟胺 (NH_2OH) 易溶于甲醇, 所以加入甲醇会得到 $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ 晶体, 又因为羟胺 (NH_2OH) 受热易分解, 所以过滤后将滤液进行减压蒸馏, 防止其分解;

【小问 4 详解】

因为加入足量磷酸溶液与 Fe^{3+} 形成的是无色配合物, 而高锰酸钾溶液呈紫红色, 所以滴定终点的现象为: 滴入最后半滴 KMnO_4 标准溶液后, 溶液变为粉红色, 且半分钟内不变色;

$(\text{NH}_3\text{OH})_2\text{SO}_4$ 中氮元素化合价为 -1 价, 氧化产物一氧化二氮中氮元素化合价为 +1 价, 与铁离子反应时, 铁离子被还原为 +2 价, 根据氧化还原反应电子得失守恒可得出: $(\text{NH}_3\text{OH})_2\text{SO}_4 \sim 4\text{Fe}^{3+} \sim 4\text{Fe}^{2+}$, 用高锰酸钾滴定时高锰酸钾与亚铁离子的关系为 $5\text{Fe}^{2+} \sim \text{KMnO}_4$, 所以 $5(\text{NH}_3\text{OH})_2\text{SO}_4 \sim 4\text{KMnO}_4$, 样品的纯度为

$$\left(\frac{5}{4}cV \times 10^{-3} \times \frac{100}{20.00} \times 164\right) \div 0.5000 \times 100\% = 205cV\% ;$$

A. 未用待测液润洗滴定管, 相当于直接稀释待测液, 所测浓度偏低, 故 A 正确;

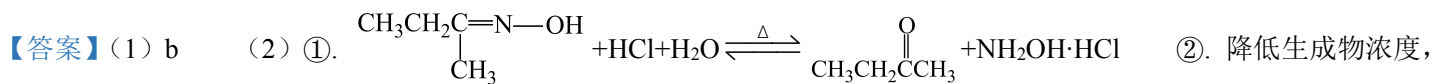
B. 未干燥锥形瓶, 不影响锥形瓶中待测液的物质的量, 对结果无影响, 故 B 错误;

C. 观察读数时, 滴定前仰视, 则标准液初次读数读大, 滴定后俯视, 则标准液末次读数读小, 相当于标准液的体积读小, 由样品的纯度为 $2.05cV \times 100\%$ 可知, 所测结果偏低, 故 C 正确;

D. 滴定前滴定管尖嘴部分有气泡, 滴定后气泡消失, 相当于标准液体积偏大, 由样品的纯度为 $2.05cV \times 100\%$ 可知, 所测结果偏高, 故 D 错误;

故选 AC。

11. (2024 临沂一模, 17)



促进平衡向正反应方向移动 ③. 在较低温度下分离出丁酮, 防止盐酸羟胺受热分解

(3) 冷却 (降温) 结晶, 过滤

(4) ①. $\frac{83.4cV}{m}\%$ ②. 偏低

【解析】

【分析】在三颈烧瓶中丁酮肟与盐酸反应生成丁酮和盐酸羟胺, 采用减压蒸馏分离出丁酮。

【小问 1 详解】

直形冷凝管中水流是下进上出，故直形冷凝管的进水口为 b。

【小问 2 详解】

甲装置中丁酮肟与盐酸发生可逆反应生成丁酮和盐酸羟胺，反应的化学方程式为



该反应为可逆反应，反应过程中，将丁酮不断蒸出的主要原因是：降低生成物浓度，促进平衡向正反应方向移动；盐酸羟胺的化学性质与铵盐相似，结合题目已知②，乙装置接真空系统，采用减压蒸馏，其目的是：降低压强、在较低温度下分离出丁酮，同时防止盐酸羟胺受热分解。

【小问 3 详解】

盐酸羟胺的化学性质与铵盐相似，盐酸羟胺的熔点为 152°C ，盐酸羟胺易溶于水，溶解度随温度升高显著增大，故从反应后的溶液中获取盐酸羟胺的方法为：冷却（降温）结晶，过滤，洗涤，干燥。

【小问 4 详解】

根据反应： $2[\text{NH}_3\text{OH}]^+ + 4\text{Fe}^{3+} = 4\text{Fe}^{2+} + \text{N}_2\text{O}\uparrow + 6\text{H}^+ + \text{H}_2\text{O}$ 、 $6\text{Fe}^{2+} + \text{Cr}_2\text{O}_7^{2-} + 14\text{H}^+ = 6\text{Fe}^{3+} + 2\text{Cr}^{3+} + 7\text{H}_2\text{O}$ 可得 $3\text{NH}_2\text{OH}\cdot\text{HCl} \sim \text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ ，

25.00mL 溶液中含 $\text{NH}_2\text{OH}\cdot\text{HCl}$ 物质的量为 $3\text{cmol/L} \times V \times 10^{-3}\text{L} = 3\text{cV} \times 10^{-3}\text{mol}$ ，样品中 $\text{NH}_2\text{OH}\cdot\text{HCl}$ 的质量分数为

$$\frac{3\text{cV} \times 10^{-3}\text{mol} \times \frac{100\text{mL}}{25.00\text{mL}} \times 69.5\text{g/mol}}{\text{mg}} \times 100\% = \frac{83.4\text{cV}}{\text{m}}\%$$

滴定达终点时，发现滴定管尖嘴内有气泡生成，消耗的 $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ 溶液的体积偏小，则测定结果偏低。

12. (2024 聊城二模，18)

【答案】(1) 提高 SbCl_3 与氯气的反应速率

(2) ①. 关闭活塞 1、打开活塞 2 ②. 防止 SbCl_5 分解

(3) ①. 68 ②. 毛细管的作用是减压蒸馏时连通大气，减压时可吸入极少量空气，防止液体暴沸

(4) 球形冷凝管上方缺少盛有碱石灰的干燥装置

(5) ①. $\text{SbCl}_5 + 6\text{HF} = \text{HSbF}_6 + 5\text{HCl}$ ②. D

【解析】

【分析】由实验装置图可知，干燥的 Cl_2 经过浓硫酸干燥进入三颈烧瓶中， 80°C 条件下与 SbCl_3 反应制备 SbCl_5 ，通过减压装置将 SbCl_5 转移至双口烧瓶中，用减压蒸馏的方法在圆底烧瓶中收集到 SbCl_5 ，末端的无水 CaCl_2 的作用是防止空气中水蒸气进入圆底烧瓶中导致 SbCl_5 水解。

【小问 1 详解】

80°C 时， SbCl_3 熔化为液体，可以增大 SbCl_3 与氯气的接触面积，提高 SbCl_3 与氯气的反应速率；

【小问 2 详解】

由实验装置知，反应完成后，关闭活塞 1、打开活塞 2，减压转移三颈烧瓶中生成的 SbCl_5 至双口烧瓶中；根据表中提供信息知， SbCl_5 容易分解，用减压蒸馏而不用常压蒸馏，可以防止 SbCl_5 分解；

【小问 3 详解】

根据表中数据知，压强为 1.86kPa 时， SbCl_5 沸点为 68°C ，所以温度计的读数应为 68°C ；毛细管的作用是减压蒸馏时连通大气，减压时可吸入极少量空气，防止液体暴沸；

【小问 4 详解】

球形冷凝管上方缺少盛有碱石灰的干燥装置，即用于吸收未反应的氯气，防止污染环境，同时防止空气中水蒸气进入三颈烧瓶中导致三氯化锑与 SbCl_5 水解；

【小问 5 详解】

根据原子守恒可得 $\text{SbCl}_5 + 6\text{HF} = \text{HSbF}_6 + 5\text{HCl}$ ；由 SbCl_5 制备 HSbF_6 时，因为有 HF 参与反应，反应过程不能选用玻璃材质、陶瓷材质的仪器；又因为 HSbF_6 是一种超强酸，故也不能选用铁质或铝质材料仪器，故答案为：D。

13. (2024 德州三模, 18)

【答案】(1) 防止空气中水蒸气进入，导致氯化铝水解失效

(2) 氯化铝可与产物酮络合失效而损失

(3) 提供气化中心，防止暴沸

(4) 降低二苯酮的沸点，防止氯化铝升华

(5) ①. D ②. 滴入最后半滴标准液后，生成砖红色沉淀，且半分钟内沉淀不溶解 ③. BE

$$\textcircled{4}. \frac{\frac{av \times 10^{-3} \times 3}{2} \times 182 - n}{\frac{0.03}{2} \times 182} \times 100\%$$

【解析】

【小问 1 详解】

因为无水氯化铝溶于水并强烈水解，所以球形干燥管的作用防止空气中水蒸气进入，导致氯化铝水解失效；

【小问 2 详解】

因为氯化铝可与产物酮络合失效而损失，所以一般要称取高于催化剂量的氯化铝；

【小问 3 详解】

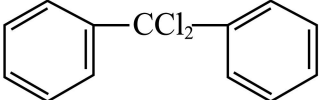
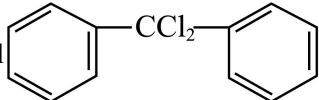
图乙中毛细管的作用提供气化中心，防止暴沸；

【小问 4 详解】

减压蒸馏可以降低二苯酮的沸点，防止氯化铝升华，所以需减压蒸出二苯酮；

【小问 5 详解】

①根据沉淀滴定原理-滴定剂与被滴定物生成的沉淀比滴定剂与指示剂生成的沉淀更难溶；且二者之间有明显的颜色差别，测定的是 Cl^- 不能使用 NaCl 溶液， NaBr 、 NaCN 对应的银盐溶解度比 AgCl 小，也不能使用，则应该使用的指示剂为 Na_2CrO_4 溶液，故选 Na_2CrO_4 ；达到滴定终点的现象为滴入最后半滴标准液后，生成砖红色沉淀，且半分钟内沉淀不溶解；②因为二苯酮不溶于水，易溶于醇和醚，故选乙醇与石油醚；根据原子守恒知， 0.03mol 无水苯理论上

生成 0.015mol , 0.015mol  完全水解生成 0.03mol HCl 和 $\frac{0.03}{2}\text{mol}$ 二

苯酮, 硝酸银与 HCl 等物质的量反应, 则实际上生成 $a v \times 10^{-3} \times \frac{30}{10}\text{mol} = 3a v \times 10^{-3}\text{mol HCl}$, 则产品损失量为

$$\left(\frac{3av \times 10^{-3}}{2} \times 182 - n\right)\text{g}, \text{理论上生成产品 } \frac{0.03}{2} \times 182\text{g}, \text{则产品的损耗率为 } \frac{\frac{av \times 10^{-3} \times 3}{2} \times 182 - n}{\frac{0.03}{2} \times 182} \times 100\%。$$

14. (24-25 高三·全国·一轮复习卷)

【答案】(1)坩埚

(2) C $\text{H}_2\text{O}_2 + 2\text{H}^+ + 2\text{I}^- = \text{I}_2 + 2\text{H}_2\text{O}$

(3)AC

(4)提高 I_2 的萃取率

(5) 平衡气压, 防暴沸 防止烧瓶中液体剧烈沸腾而进入冷凝管

【分析】干海带经过粉碎预处理, 再灰化, 溶解过滤得到滤液中含有 I^- , 通过氧化得到含有 I_2 的溶液, 通过提取再进行含量测定。

【详解】(1) 灰化过程干海带需要灼烧, 灼烧固体需要使用的仪器有坩埚。

(2) MnO_2 作氧化剂生成 Mn^{2+} 对水体产生污染, A 错误; 氯气有毒, B 错误; 双氧水被称为绿色试剂, 产物不污染环境, C 正确; 稀硝酸的还原产物为 NO , 有毒, D 错误; 故选 C。双氧水氧化 I^- 生成水和单质碘, 根据得失电子守恒、电荷守恒、元素守恒配平, “氧化”时的离子方程式为 $\text{H}_2\text{O}_2 + 2\text{H}^+ + 2\text{I}^- = \text{I}_2 + 2\text{H}_2\text{O}$ 。

(3) 萃取剂应不溶于水, 不与碘反应。氯仿、苯可以萃取碘, 乙醇与水互溶, 而裂化汽油中含烯烃等, 可与 I_2 发生加成反应, A、C 项符合题意。

(4) 多次萃取, 循环使用萃取剂, 能提高 I_2 的萃取率。

(5) 毛细玻璃管进入少量空气, 起平衡气压, 防暴沸的作用; 克氏蒸馏头弯管的主要作用是防止减压蒸馏过程中液体因沸腾而进入冷凝管。