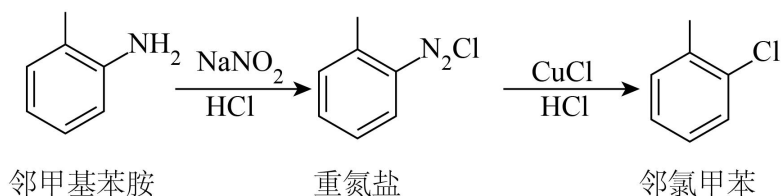


「核心考点 032」水蒸气蒸馏

相关考点已标蓝，其它部分可不做。

1. (2024 济南三模, 18) 邻氯甲苯 ($M = 126.5\text{g}\cdot\text{mol}^{-1}$) 能与多数有机溶剂混溶, 沸点 158.5°C 。实验室采用 Sandmeyer 反应制取的路线如下:



已知: ① CuCl 为白色固体, 难溶于水易溶于浓盐酸; ②酸性条件下 HNO_2 能氧化 I^- ; ③重氮化反应放热且需在强酸性条件下进行, 否则易发生偶联反应; ④乙醚有较强挥发性, 有毒。

步骤 1: CuCl 的制备

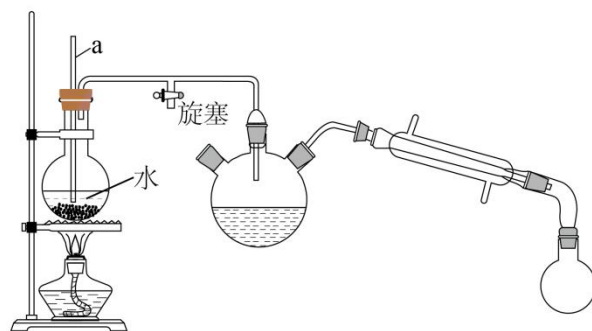
向 CuSO_4 和 NaCl 中加入 NaHSO_3 和 NaOH 混合液, 搅拌至溶液变无色并析出大量白色粉末, 冰水浴冷却、过滤、水洗。所得白色固体倒入冷的浓盐酸中溶解, 冰水浴中冷却备用。

步骤 2: 重氮盐溶液的制备

圆底烧瓶中加入浓盐酸、水及 2.1g 邻甲基苯胺 ($M = 107\text{g}\cdot\text{mol}^{-1}$), 加热溶解。控温 5°C 以下滴加 NaNO_2 水溶液至反应完全。

步骤 3: 邻氯甲苯的制备与纯化

将重氮盐溶液缓慢滴入冷的氯化亚铜盐酸溶液中, 有红色固体析出。加完后室温下搅拌半小时。然后用水浴慢慢加热到 $50^\circ\text{C} \sim 60^\circ\text{C}$ 直至不再有氮气逸出。水蒸气蒸馏蒸出粗邻氯甲苯。分出油层, 水层用乙醚萃取 2 次, 合并有机层。一系列操作后得邻氯甲苯 1.5g 。



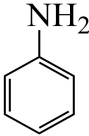
回答下列问题:

(1) 步骤 1 制备 CuCl 的离子方程式为_____。

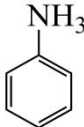
(2) 验证步骤 2 反应完全的操作为_____。若 NaNO_2 溶液过量太多, 可能带来的弊端是_____。控温 5°C 最好选用_____。

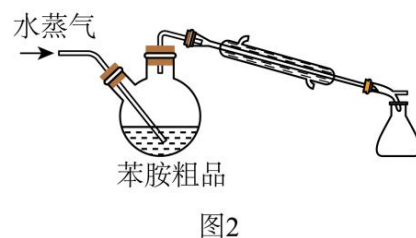
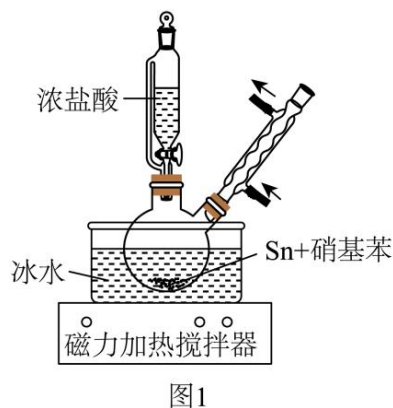
(3) 步骤 3 水蒸气蒸馏时, a 管作用为_____。判断水蒸气蒸馏结束的实验现象是_____。萃取及分离出乙醚时均需在通风橱中操作, 原因是_____。

(4) 本实验的产率为_____ % (保留两位有效数字)。

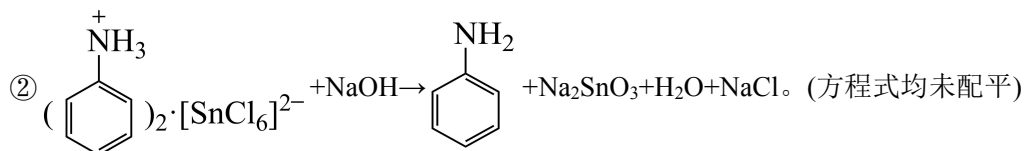
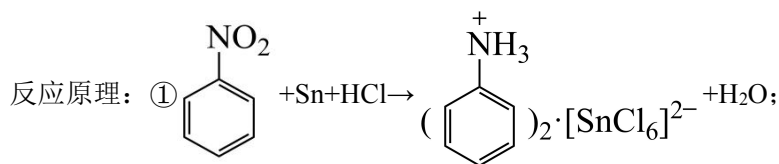
2. (2026·湖南郴州·三模) 苯胺()是工业

生产的重要中间体, 常温下为无色油状液体, 密度为 $1.022\text{g}\cdot\text{cm}^{-3}$, 微溶于水, 在 NaCl 溶液中溶解度更小, 易溶于乙醇, 易溶于盐酸生成

。实验室中采用“Sn-盐酸法”制备苯



胺的装置如图 1、2 所示(夹持装置略)。



实验过程如下:

①在二颈烧瓶中加入 9.0 g 锡粒和 4 mL 硝基苯(密度为 $1.205\text{g}\cdot\text{mL}^{-1}$), 按照图 1 装置安装好实验仪器, 使烧瓶浸入到冰水浴中, 在恒压滴液漏斗中加入 20 mL 浓盐酸。

②打开磁力加热搅拌器“搅拌”开关, 分多次缓缓加入浓盐酸; 打开磁力加热搅拌器“加热”开关, 将冰水改为沸水, 并保持沸水浴反应 30 min; 停止加热, 待反应液冷却至室温, 缓缓加入浓 NaOH 溶液, 至混合液为碱性。

③将反应装置改为水蒸气蒸馏装置, 进行水蒸气蒸馏直到蒸出澄清液为止, 将馏出液转入分液漏斗中, 分出粗苯胺; 向水层中加入少量试剂 a, 加入乙醚, 萃取其中残留的苯胺, 与粗苯胺合并。

④将上述合并收集的粗苯胺蒸馏, 收集 $180\sim 185^\circ\text{C}$ 的馏分, 称重, 收集到 1.1 g 产品。

回答下列问题:

(1)量取并转移 20 mL 浓盐酸需要用到的是_____ (填标号)。

A. 烧杯(500 mL) B. 长颈漏斗 C. 量筒(25 mL) D. 护目镜

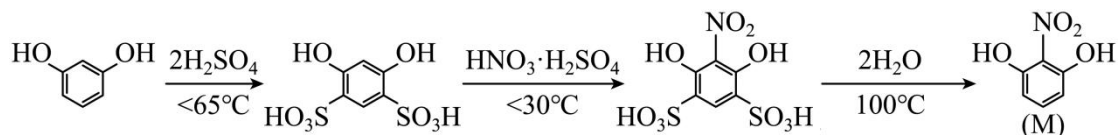
(2)实验过程中, 滴加浓盐酸时, 二颈烧瓶必须置入冰水浴中, 这样操作的目的是_____; 反应液冷却至室温后加入浓 NaOH 溶液除了参与②步反应, 另一作用是_____。

(3)水蒸气蒸馏装置中的直形冷凝管不能用球形冷凝管代替, 原因是_____; 通入水蒸气的作用是_____。

(4)萃取苯胺时, 向水层中加入的少量试剂 a 是_____ (填化学式)。

(5)本实验苯胺的产率为_____%(保留 1 位小数); 实验过程②中若一次性加入浓盐酸, 则苯胺的产率_____ (填“升高”“降低”或“不变”)。

3. (2026·黑龙江·二模) 有机物 M 是重要的医药中间体。经查阅文献可知：实验室常以间苯二酚为原料，经磺化、硝化、去磺酸基三步合成：



I. 制备步骤：

第一步：磺化。称取 2.8 g 间苯二酚，碾成粉末放入烧杯中，慢慢加入 13 mL 浓硫酸并不断搅拌，室温放置 15 分钟后，在冰水浴中冷却至 0~10℃。

第二步：硝化。将充分冷却后的“混酸”加入上述烧杯中，控制温度继续搅拌 15 min。

第三步：水蒸气蒸馏。将硝化反应混合物加入 7 mL 冰水稀释，转移到圆底烧瓶中进行水蒸气蒸馏，用锥形瓶收集馏出物。

已知：

①间苯二酚易溶于水，M 为橙红色晶体，难溶于水。

②酚羟基为强邻、对位定位基，磺酸基为强间位定位基。

③苯环上的磺酸基易水解。

请回答下列问题：

(1)M 的化学名称是_____。

(2)为保证磺化反应完全，间苯二酚需在_____ (填仪器名称)中研细。

(3)从结构角度分析 M 难溶于水的原因_____。

(4)水蒸气蒸馏时，应选择_____ (填“直形冷凝管”或“球形冷凝管”)，蒸馏过程中冷凝管和锥形瓶中有橙红色固体产生，至_____ (填现象)时，停止加热。

II. 某小组在制备过程中馏出物较少且颜色为亮黄色(其主要成分为杂质 X)。经薄层色谱分析(如图 1)，该产物与目标产物有较大极性差异；杂质 X 的核磁共振氢谱分析(只保留苯环上的氢原子吸收峰，如图 2)。

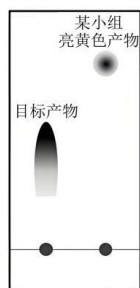


图 1 薄层色谱

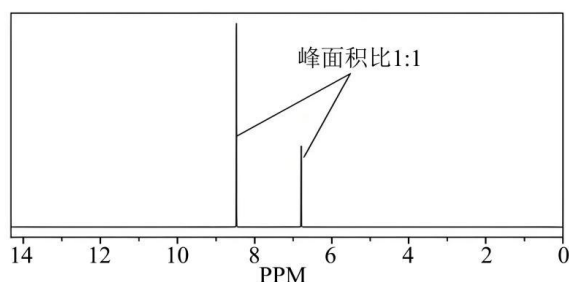
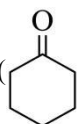


图 2 杂质 X 的核磁共振氢谱

(5)甲同学推测杂质 X 为 Oc1cc(O)c(S(=O)(=O)O)c1，乙同学推测杂质 X 为_____；结合制备步骤说明甲同学推测的不合理的原因_____。

经质谱分析，进一步说明乙同学推测合理。

(6)杂质 X 是由于第一步磺化反应不完全导致，从反应条件角度推测磺化反应不完全的原因是_____。

4. (25-26 高三上·辽宁·开学考试) 环己酮()是

一种重要的化工原料和有机溶剂, 实验室以环己醇为原料制备环己酮, 制备流程包括氧化、蒸馏和提纯。

实验步骤:

I、环己酮的制备

向三颈烧瓶中依次加入冰水、浓硫酸、5.2mL(约

0.05mol)环己醇, 滴加 $K_2Cr_2O_7$ 溶液。维持反应温度为 $55\sim 65^\circ C$ 。待反应结束后。加入少量 $H_2C_2O_4$, 除去过量的 $K_2Cr_2O_7$ 。

II、环己酮的纯化

①将三颈烧瓶内的反应混合液转移到如图装置(夹持装置略)的仪器 B 中; 再向三颈烧瓶中加入 25mL 蒸馏水洗涤其内壁, 将洗涤液一并转移至仪器 B 中; 用酒精灯加热仪器 A, 用仪器 C 收集适量馏分。

②蒸馏完成后, 向仪器 C 的馏分中加入一定量的 Na_2CO_3 至反应液呈中性, 然后分批加入 4.5g $NaCl$, 振荡使之成为饱和溶液, 分出有机层。水层用乙醚萃取, 合并有机层和萃取液, 干燥, 蒸去乙醚。

③再次蒸馏, 收集 $150\sim 156^\circ C$ 的馏分, 得到 4.3mL 环己酮产品。

相关数据如下表:

物质	熔点/ $^\circ C$	沸点/ $^\circ C$	密度/ $(g\cdot cm^{-3})$	溶解性
环己醇	23	161.1	0.9624	能溶于水
环己酮	-45	155.6	0.9478	微溶于水
共沸物	环己醇与水的共沸物沸点为 $97.8^\circ C$ (含水 80%), 环己酮与水的共沸物沸点为 $95^\circ C$ (含水 61.60%)			

回答下列问题:

(1)仪器 D 的名称为_____。仪器 D 的冷水从 b 口进入、a 口排出, 这种冷凝水接入方法比从 a 口进入、b 口排出的冷凝效果好, 其原因是_____。

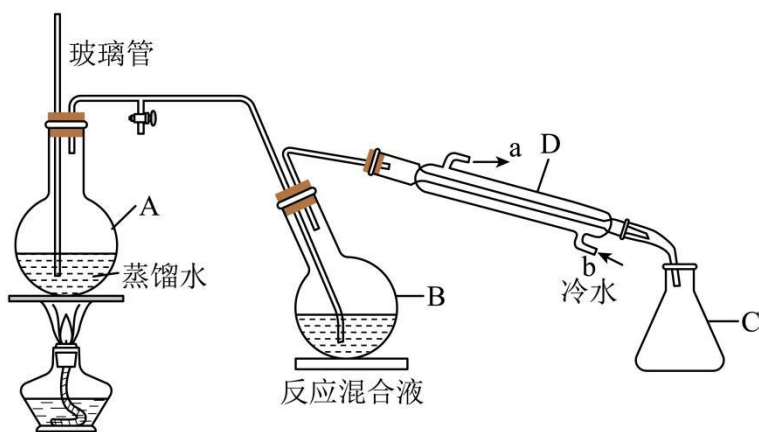
(2)步骤 I 加 $H_2C_2O_4$ 发生反应的离子方程式为_____。

(3)通入水蒸气蒸馏的目的为_____。

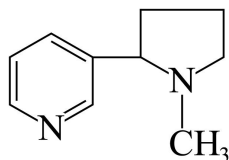
(4)步骤 II 中用 25mL 蒸馏水洗涤三颈烧瓶的目的是_____; 用酒精灯加热进行水蒸气蒸馏, 馏分收集完成的标志是_____ (从实验现象角度分析)。

(5)在馏分中加 $NaCl$ 固体至饱和, 静置, 分液, 加 $NaCl$ 的目的是_____。

(6)设实验中, 环己酮的产率约为_____%(计算结果精确到小数点后 1 位)。



5. (24-25 高三上·湖南·月考) 尼古丁(沸点 247°C , 60°C 以下与水互溶), 俗名烟碱, 是一种含氮生物碱, 其结构简式为



, 也是烟草的重要成分。科研小组设计实验从香烟中提取烟碱, 实验原理和步骤如下。

实验原理: 烟碱能与盐酸反应生成烟碱盐酸盐而溶于水而形成提取液, 在此提取液中加入 NaOH 可重新生成烟碱。烟碱在 100°C 左右具有一定的蒸气压, 因此可用水蒸气蒸馏法分离提取。

实验步骤:

(一) 烟碱的提取

取研细的烟叶 0.5g 放入圆底烧瓶中, 加 15mL 10% 盐酸, 按图 1 所示, 加热回流半小时。将回流后的混合物冷却后过滤, 向滤液中加入 NaOH 溶液中和至明显呈碱性。

(二) 烟碱的水蒸气蒸馏

在两颈圆底烧瓶中加入适量的水和 $2\sim 3$ 粒沸石, 将中和后的混合物倒入蒸馏试管中, 组装好微量水蒸气蒸馏装置, 如图 2。打开止水夹, 接通冷凝水, 打开热源(未画出)开始加热。当有大量水蒸气产生时, 关闭 T 形管上的止水夹。收集约 10mL 提取液后, 停止水蒸气蒸馏。

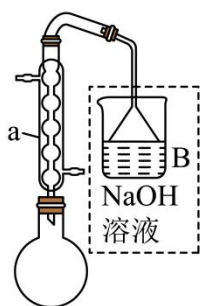


图 1

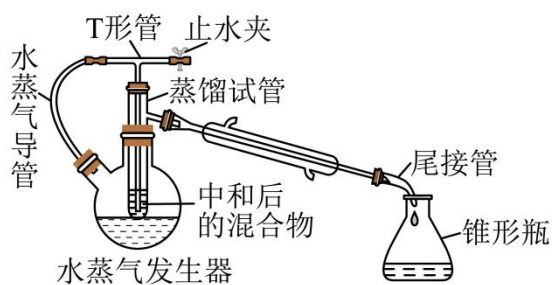


图 2

(三) 烟碱性质的检验

(1) 烟碱中氮原子的杂化方式为_____。

(2) 仪器 a 的名称为_____, 装置 B 的作用是_____。

(3) 回流时, 烧瓶内气雾上升高度不宜超过冷凝管高度的 $\frac{1}{3}$ 。若气雾上升过高, 可采取的措施是_____。

(4) 提取烟碱时, 加入 NaOH 溶液中和至明显呈碱性的原因是_____。

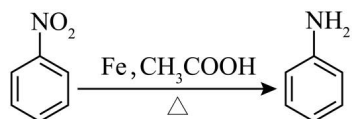
(5) T 形管最长的一端插入中和后的混合物中, 靠近蒸馏试管的底部, 作用是_____。

(6) 收集 10mL 提取液后, 停止水蒸气蒸馏的操作顺序是_____(填序号)。

①停止通冷凝水 ②停止加热 ③打开止水夹

(7) 设计实验证明实验步骤(二)所得提取液中的烟碱具有碱性: _____(可选用的试剂有甲基橙、红色石蕊试纸、蓝色石蕊试纸)。

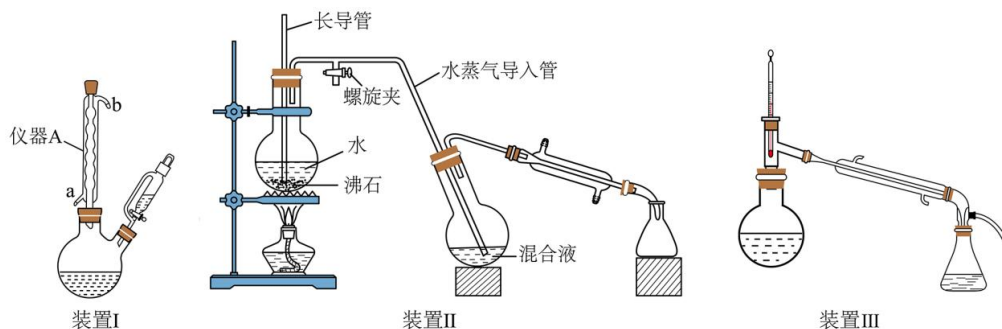
6. (2026·云南昭通·模拟预测) 苯胺广泛应用于染料、纺织、药物等领域, 其实验室制备原理如图:



相关物质信息如下: 反应装置 I、水蒸气蒸馏装置 II 和蒸馏装置 III(部分加热、夹持等装置略)如图 10:

物质	熔点/°C	沸点/°C	性质
硝基苯	5.9	210.9	黄色油状液体, 不溶于水, 易溶于乙醚;
苯胺	-6.3	184.0	无色油状液体, 微溶于水, 易溶于乙醚; 与水形成共沸物, 共沸点为 98.4°C; 可与盐酸反应生成可溶性盐
乙酸	16.6	117.9	与水互溶
乙醚	-16.3	34.5	微溶于水, 易挥发

反应装置 I、水蒸气蒸馏装置 II 和蒸馏装置 III(部分加热、夹持等装置略)如图:



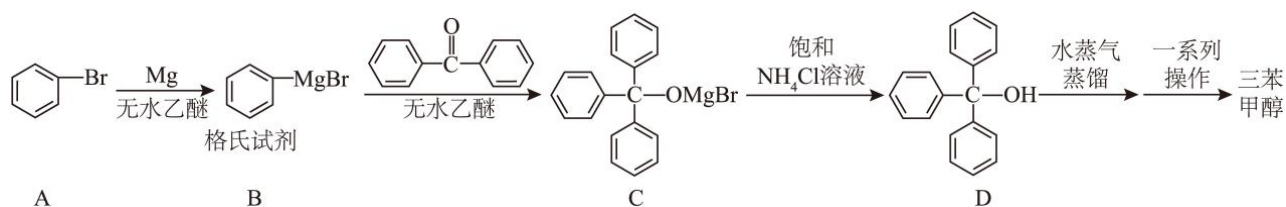
实验步骤为:

- ①向装置 I 双颈烧瓶中加入 13.5g 铁粉、25.0mL 水及 1.50mL 乙酸, 加热煮沸 10 min ;
- ②稍冷后, 通过恒压滴液漏斗缓慢滴入 5.10mL 硝基苯(0.05mol), 再加热回流 30min, 待反应完全后, 冷却至室温;
- ③将装置 I 改成水蒸气蒸馏装置(装置 II), 蒸馏收集苯胺-水馏出液;
- ④将苯胺-水馏出液用 NaCl 固体饱和后, 转入分液漏斗静置分层, 分出有机层; 水层用乙醚萃取, 分出醚层; 合并有机层和醚层, 加入无水硫酸镁固体, 得到苯胺醚溶液;
- ⑤将苯胺醚溶液加入圆底烧瓶(装置 III), 先蒸馏回收乙醚, 再蒸馏收集 180~185°C 馏分, 得到 3.72 g 苯胺($M = 93\text{g}\cdot\text{mol}^{-1}$)。

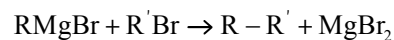
回答下列问题:

- (1)装置 I 中仪器 A 的名称为_____。
- (2)已知: 硝基苯不与盐酸反应且难溶于水。步骤②中判断反应进行完全的操作为: 取少量反应液, 加入过量盐酸, 振荡, 若_____(填实验现象), 则反应完全, 写出苯胺与盐酸反应的化学方程式: _____。
- (3)步骤③装置 II 中, 长导管的作用是____。为防止发生倒吸, 蒸馏结束时, 应先_____(填“打开螺旋夹”或“熄灭酒精灯”)。
- (4)相比直接蒸馏, 水蒸气蒸馏的优点是_____。
- (5)步骤④中将苯胺-水馏出液用 NaCl 固体饱和的作用是_____。
- (6)本实验中苯胺的产率为_____。

7. (25-26 高三上·四川成都·期中) 三苯甲醇 $[(C_6H_5)_3COH]$ 是一种重要的有机合成中间体, 实验室制备流程如下:



已知: ①格氏试剂($RMgBr$, R -表示烃基)性质活泼, 可与水、 CO_2 、卤代烃、醛、酮等物质反应。如:



② $ROMgBr$ 可发生水解, 产物之一 $Mg(OH)Br$ 难溶于水。

③几种物质的物理性质如下表: (*表示溴苯与水形成的共沸物沸点)

物质	相对分子质量	沸点($^{\circ}C$)	溶解性
乙醚	74	34.6	微溶于水
溴苯	157	156.2(92.8*)	难溶于水的液体, 溶于乙醚
二苯酮	182	305.4	难溶于水的晶体, 溶于乙醚
三苯甲醇	260	380.0	难溶于水的晶体, 溶于乙醇、乙醚

实验装置如下(加热、夹持装置及尾气吸收装置均省略)。

回答下列问题:

(1)图 1 中仪器 a 的名称为_____。

(2)干燥管内的试剂作用_____。

(3)制备格氏试剂时, 加入一小粒碘可加快反

应速率, 推测 I_2 对该反应活化能的影响是

_____ (填“升高”、“降低”或“不变”)。

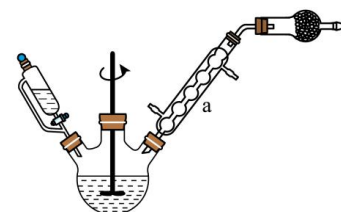


图1 三苯甲醇的制备

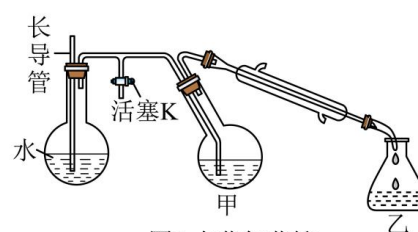


图2 水蒸气蒸馏

(4)制备三苯甲醇过程中, 用饱和 NH_4Cl 溶液与中间产物 C 反应而不用蒸馏水的目的是_____。

(5)水蒸气蒸馏能除去溴苯的原因是_____。

(6)下列说法不正确的是_____。

A. 水蒸气蒸馏结束时, 粗产品应在图 2 的乙装置中

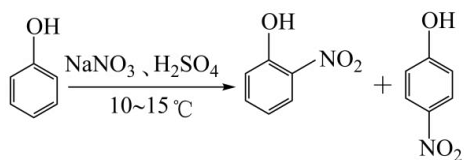
B. 水蒸气蒸馏时若出现堵塞, 应先打开活塞 K, 再撤去热源

C. 得到的粗产品中可能还有少量氯化铵, 可选择蒸馏水洗涤

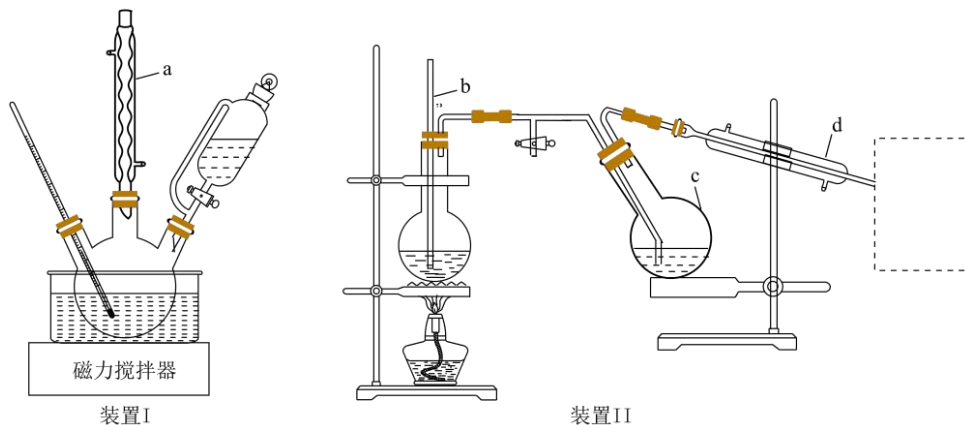
D. 重结晶是将粗产品溶于乙醇后, 慢慢滴加水, 得到颗粒较细的晶体

(7)计算产率: 反应中投加 1.5 g 镁屑、7 mL 溴苯(约 0.065 mol), 10.92 g 二苯酮, 经纯化、干燥后得到 10.0 g 产品, 则三苯甲醇的产率是_____ (保留三位有效数字)。

8. (2025·四川德阳·一模) 邻硝基苯酚主要用作染料、药物、炸药的中间体, 其实验室制备原理如下:



实验装置如下图(部分仪器略去):



相关信息如下表(Mr 表示相对分子质量):

物质	Mr	颜色	熔点/ $^\circ\text{C}$	沸点/ $^\circ\text{C}$	溶解性	其他
苯酚	94	无色	40.9	181.8	稍溶于水, 65°C 以上能与水混溶。	
邻硝基苯酚	139	浅黄色	44.5	216	溶于热水, 微溶于冷水。	能与水蒸气一同挥发
对硝基苯酚	139	浅黄色	113.4	279	溶于热水, 微溶于冷水。	不与水蒸气一同挥发

实验步骤:

- ①向装置 I 中的三颈烧瓶中加入 10.2 g NaNO_3 、 26.0 mL 水、 8.0 mL 浓 H_2SO_4 。完全溶解后, 将烧瓶置于冰水浴;
- ②将 9.4 g 苯酚完全溶于 10 mL 水后, 转入分液漏斗中, 维持 $10\sim 15^\circ\text{C}$, 将其缓慢加入三颈烧瓶中, 反应 1 h 后得到黑色油状物质, 并转移至烧杯中; 冷却至黑色油状物固化, 倾出酸层, 然后用蒸馏水洗涤 3 次, 得到硝基苯酚粗品;
- ③利用装置 II 进行水蒸气蒸馏, 馏出液经一系列操作得邻硝基苯酚样品 8.5 g 。

回答下列问题:

(1)装置 I 中仪器 a 的名称是_____, 三颈烧瓶的最适宜规格为_____(填标号)。

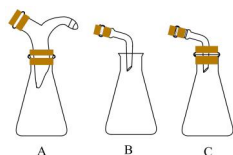
A. 500 mL B. 250 mL C. 100 mL D. 50 mL

(2)玻璃管 b 的作用为_____。

(3)步骤③中用蒸馏水洗去粗品中残留的无机酸和无机盐, 检验是否洗涤干净的操作是_____。

(4)当观察到 d 中_____的现象时, 即可停止水蒸气蒸馏。

(5)图中虚线框内合适的装置可以为_____(填标号)。



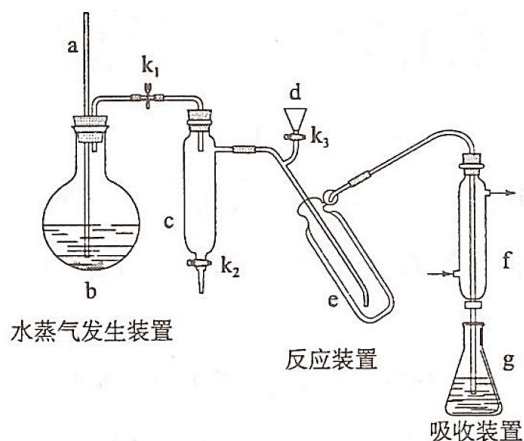
(6)取③中样品 0.85 g, 加入含 0.015 mol Br₂ 的饱和溴水(邻硝基苯酚与 Br₂ 以 1: 2 反应, 不考虑其他反应), 充分反应后, 剩余的 Br₂ 与足量 KI 溶液作用生成 I₂, 用 0.1 mol/L Na₂S₂O₃ 标准溶液滴定, 终点时消耗 Na₂S₂O₃ 标准溶液 60.00 mL(苯酚在②中完全反应, 以上数据均已扣除干扰因素), 已知: I₂ + 2Na₂S₂O₃ = 2NaI + Na₂S₄O₆。

则邻硝基苯酚的选择性=_____%(物质 X 的选择性 = $\frac{\text{转化为X的反应物的物质的量}}{\text{消耗的反应物的总物质的量}} \times 100\%$)

(7)实验测得邻硝基苯酚的选择性偏低, 可能的原因是_____ (填标号)。

- A. 滴定终点时俯视读数
- B. 滴定时, Na₂S₂O₃ 标准溶液滴在锥形瓶外
- C. 滴定前, Na₂S₂O₃ 标准溶液部分变质

9. (2017 新课标 I 卷) 凯氏定氮法是测定蛋白质中氮含量的经典方法, 其原理是用浓硫酸在催化剂存在下将样品中有有机氮转化成铵盐, 利用如图所示装置处理铵盐, 然后通过滴定测量。已知: NH₃+H₃BO₃=NH₃·H₃BO₃; NH₃·H₃BO₃+HCl=NH₄Cl+ H₃BO₃。

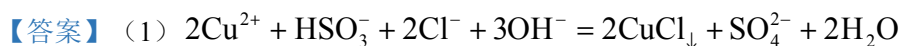


回答下列问题:

- (1) a 的作用是_____。
- (2) b 中放入少量碎瓷片的目的是_____。f 的名称是_____。
- (3) 清洗仪器: g 中加蒸馏水; 打开 k₁, 关闭 k₂、k₃, 加热 b, 蒸气充满管路; 停止加热, 关闭 k₁, g 中蒸馏水倒吸进入 c, 原因是_____; 打开 k₂ 放掉水, 重复操作 2~3 次。
- (4) 仪器清洗后, g 中加入硼酸 (H₃BO₃) 和指示剂。铵盐试样由 d 注入 e, 随后注入氢氧化钠溶液, 用蒸馏水冲洗 d, 关闭 k₃, d 中保留少量水。打开 k₁, 加热 b, 使水蒸气进入 e。
 - ①d 中保留少量水的目的是_____。
 - ②e 中主要反应的离子方程式为_____, e 采用中空双层玻璃瓶的作用是_____。
- (5) 取某甘氨酸 (C₂H₅NO₂) 样品 m 克进行测定, 滴定 g 中吸收液时消耗浓度为 c mol·L⁻¹ 的盐酸 V mL, 则样品中氮的质量分数为_____, 样品的纯度≤_____%。

答案与解析

1. (2024 济南三模, 18)



(2) ①. 取一滴充分反应后的反应液滴在淀粉-碘化钾试纸上, 试纸变蓝, 表示反应已完全或用 pH 计测圆底烧瓶中溶液的 pH, 当 pH 不变时说明反应已经完全 ②. 过多亚硝酸钠溶液会降低反应溶液的酸性, 导致重氮盐发生偶联反应(或后续反应中亚硝酸会氧化 CuCl, 使催化效率降低) ③. (冷) 水浴

(3) ①. 平衡气压 ②. 馏出液无明显油珠或流出液澄清透明不再含油滴 ③. 乙醚沸点较低易挥发且易燃易爆、有毒性

(4) 60

【解析】

【分析】邻甲基苯胺在亚硝酸钠和盐酸的作用下转化为重氮盐, 重氮盐在氯化亚铜和盐酸的作用下转化为邻氯甲苯, 结合实验原理、装置图和问题分析解答。

【小问 1 详解】

向 CuSO_4 和 NaCl 中加入 NaHSO_3 和 NaOH 混合液, 搅拌得到氯化亚铜, 则步骤 1 制备 CuCl 的离子方程式为 $2\text{Cu}^{2+} + \text{HSO}_3^- + 2\text{Cl}^- + 3\text{OH}^- = 2\text{CuCl}_2\downarrow + \text{SO}_4^{2-} + 2\text{H}_2\text{O}$ 。

【小问 2 详解】

反应完成后亚硝酸钠过量, 亚硝酸钠具有氧化性, 且反应后溶液 pH 不再发生变化, 则验证步骤 2 反应完全的操作为取一滴充分反应后的反应液滴在淀粉-碘化钾试纸上, 试纸变蓝, 表示反应已完全或用 pH 计测圆底烧瓶中溶液的 pH, 当 pH 不变时说明反应已经完全。由于亚硝酸钠溶液显碱性, 若 NaNO_2 溶液过量太多, 可能带来的弊端是过多亚硝酸钠溶液会降低反应溶液的酸性, 导致重氮盐发生偶联反应(或后续反应中亚硝酸会氧化 CuCl, 使催化效率降低)。控温 5°C 最好选用 (冷) 水浴。

【小问 3 详解】

步骤 3 水蒸气蒸馏时, a 管与大气相通, 其作用为平衡气压。有机物一般是油状的, 因此判断水蒸气蒸馏结束的实验现象是馏出液无明显油珠或流出液澄清透明不再含油滴。由于乙醚沸点较低易挥发且易燃易爆、有毒性, 所以萃取及分离出乙醚时均需在通风橱中操作。

【小问 4 详解】

2.1g 邻甲基苯胺的物质的量是 $\frac{2.1}{107}$ mol, 理论上生成邻氯甲苯的质量是 $\frac{2.1}{107}$ mol \times 126.5g/mol, 所以产率是 $\frac{1.5}{\frac{2.1}{107} \times 126.5} \times 100\% \approx 60\%$ 。

2. (2026·湖南郴州·三模)

【答案】 (1) CD

- (2) 防止液体温度升高导致 HCl 挥发 中和反应液中剩余的盐酸
- (3) 若使用球形冷凝管，则冷凝管的球形结构中会聚集液体 带来热量，起到加热、吹出产物的作用
- (4) NaCl
- (5) 30.2 降低

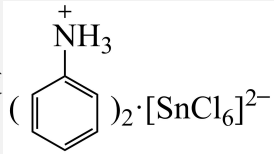
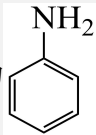
【分析】本实验采用“Sn-盐酸法”用硝基苯制备苯胺，步骤③将馏出液分液得到粗苯胺，向水层加入氯化钠至饱和，减少苯胺在水中的溶解，再用乙醚萃取苯胺，合并粗苯胺和乙醚萃取液，提高苯胺的产率；步骤④将干燥后的混合液小心倾入干燥的蒸馏烧瓶中，蒸去乙醚，并收集 180~185℃ 的馏分，得到产品；

- 【详解】(1) A. 500 mL 烧杯无法量取 20 mL 液体，A 错误；
- B. 量取并转移 20 mL 浓盐酸用不到长颈漏斗，B 错误；
- C. 量取并转移 20 mL 浓盐酸可用 25mL 的量筒，C 正确；
- D. 浓盐酸有腐蚀性、挥发性，操作时必须佩戴护目镜，D 正确。

故选 CD；

(2)

滴加浓盐酸时，二颈烧瓶必须置入冰水浴中，防止液体温度升高导致 HCl 挥发。根据反应原理可知，反应液冷却至室

温后加入浓氢氧化钠溶液的作用是使  $(\text{C}_6\text{H}_5)_2[\text{SnCl}_6]^{2-}$ 转化为 ，同时中和反应液中剩余的盐酸。

(3) 若使用球形冷凝管，则冷凝管的球形结构中会聚集液体，故不能用球形冷凝管代替直形冷凝管。通入水蒸气带来热量，起到加热、吹出产物的作用。

(4) 由题干信息可知，加入 NaCl 可降低苯胺的溶解度，使萃取收率更高，故 a 为 NaCl。

(5) 第一步，判断和硝基苯中哪种物质过量。Sn 为 $\frac{9.0\text{g}}{119\text{g/mol}} = 0.076\text{mol}$ ，硝基苯为 $\frac{4\text{mL} \times 1.205\text{g/mL}}{123\text{g/mol}} = 0.039\text{mol}$ ，由得失电子守恒可知：2 硝基苯~3Sn，则 Sn 过量。第二步，根据硝基苯的物质的量，计算苯胺的产率：

$$\frac{1.1\text{g}}{\frac{4\text{mL} \times 1.205\text{g/mL}}{123\text{g/mol}} \times 93\text{g/mol}} \times 100\% = 30.2\%$$

实验过程②中若一次性加入浓盐酸，则烧瓶内反应温度迅速升高，导致部分 HCl 挥发，则苯胺的产率降低。

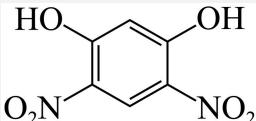
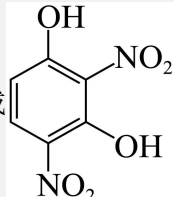
3. (2026·黑龙江·二模)

【答案】(1) 2-硝基-1, 3-苯二酚

(2) 研钵

(3) M 能形成分子内氢键

(4) 直形冷凝管 馏出液澄清透明或馏出液无浑浊(或冷凝管内壁上无橙红色固体)

(5)  或  杂质 X 是水蒸气馏出物，磺酸基易在水蒸气蒸馏时水解

(6)磺化反应在室温下进行，反应温度较低

【分析】本实验以间苯二酚为原料，通过占位定位策略合成目标产物 2-硝基间苯二酚（有机物 M），原理如下：酚羟基为强邻对位定位基，间苯二酚苯环上存在多个可发生亲电取代的活性位点，直接硝化会生成多种副产物，无法得到单一目标产物。因此先通过磺化反应，利用磺酸基占据两个羟基的邻位活性空位；再基于定位效应，让硝基选择性进入两个羟基之间的目标位点；最后利用磺酸基易水解的特性，加热水解去除磺酸基得到 M，再通过水蒸气蒸馏分离提纯得到产物。

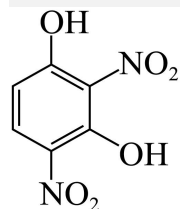
【详解】（1）M 的结构为苯环上 1、3 位连羟基，2 位连硝基，系统命名为 2-硝基-1,3-苯二酚。

（2）研磨研细固体的实验仪器为研钵，符合操作要求。

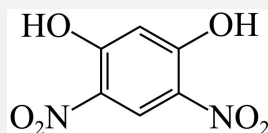
（3）M 中相邻的硝基和酚羟基易形成分子内氢键，降低了 M 与水分子形成氢键的能力，因此溶解性降低，难溶于水。

（4）蒸馏操作收集馏分需要用直形冷凝管（球形冷凝管多用于回流）；M 为橙红色难溶固体，当 M 全部蒸出后，馏出液澄清透明或馏出液无浑浊，此时停止加热。

（5）若第一步磺化不完全，仅引入 1 个磺酸基，硝化时会引入 2 个硝基，去磺酸基后得到二硝基取代产物，其苯环剩余 2 种等效氢，数目比 1:1，符合核磁共振氢谱，由于酚羟基是邻、对位定位基，因此 X 为 2,4-二硝基-1,3-苯二酚：



或去除磺酸基后，于酚羟基的对位引入硝基，得到 X 为：



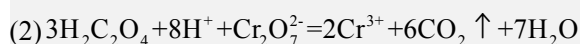
。甲推测的产物保留两

个磺酸基，磺酸基是强亲水极性基团，易在水蒸气蒸馏时水解，无法随水蒸气蒸出，且极性远大于 M，与薄层色谱中 X 极性更小（走在上方）的结果矛盾，因此不合理。

（6）从反应条件分析，若磺化时温度过低，反应速率慢，会导致磺化不充分，仅引入一个磺酸基，生成杂质 X。

4. （25-26 高三上·辽宁·开学考试）

【答案】（1）直形冷凝管(或冷凝管) 冷水能缓慢充满冷凝管，且增大冷水和热蒸气之间的接触面积和增加接触时间，冷却效果更好



(3)形成共沸物，降低沸点，降低蒸馏所需温度

(4) 减少产品损失，提高产率 仪器 D 后的尾接管中无油状液体流出

(5)增大水层的密度，便于分层

(6)83.2

【分析】本实验的反应原理为： $3\text{C}_6\text{H}_{12}\text{O} + 4\text{K}_2\text{CrO}_7 + 16\text{H}_2\text{SO}_4 = 3\text{C}_6\text{H}_{10}\text{O} + 4\text{Cr}_2(\text{SO}_4)_3 + 4\text{K}_2\text{SO}_4 + 16\text{H}_2\text{O}$ ，对产物环己酮进行分离提纯。

【详解】（1）实验时冷水从 b 口进入、a 口排出可以使冷水能缓慢充满冷凝管，且增大冷水和热蒸气之间的接触面积和增加接触时间，冷却效果更好，而冷水从 a 口进入，b 口排出，冷水会因重力作用沿着管壁快速流出，达不到冷凝效果，所以下口进、上口出的冷却效果更好；

(2) $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4$ (草酸) 具有还原性, $\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-}$ (重铬酸根离子) 具有强氧化性, 在酸性条件下 (反应中有 H^+ 参与), $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4$ 被氧化为 CO_2 , $\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-}$ 被还原为 Cr^{3+} 。根据氧化还原反应的得失电子守恒、电荷守恒和原子守恒配平离子方程式, 得到 $3\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 + 8\text{H}^+ + \text{Cr}_2\text{O}_7^{2-} = 2\text{Cr}^{3+} + 6\text{CO}_2 \uparrow + 7\text{H}_2\text{O}$;

(3) 由题目信息可知, 通入水蒸气蒸馏时, 环己酮与水形成共沸物, 共沸物的沸点比环己酮单独的沸点低, 这样能在较低温度下将环己酮蒸馏出来, 避免环己酮因高温发生过多副反应, 同时也节约能源等;

(4) 用蒸馏水洗涤三颈烧瓶可使附着在内壁上的生成物进入溶液中, 减少产品损失, 提高产率; 用酒精灯加热进行水蒸气蒸馏时, 仪器 D 后的尾接管中无油状液体流出说明馏分收集完成;

(5) NaCl 溶解在水中会增大水层的密度, 环己酮的密度比水小, 水层密度增大后, 环己酮与水层的密度差更明显, 更有利于分层, 方便后续分离出环己酮有机层

(6) 由题意可知, 5.2mL 环己醇完全反应制得 4.3mL 环己酮。则环己酮的产率为 $\frac{4.3\text{mL} \times 0.9478\text{g} \cdot \text{cm}^{-3}}{0.05\text{mol} \times 98\text{g} \cdot \text{mol}^{-1}} \times 100\% \approx 83.2\%$

5. (24-25 高三上·湖南·月考)

【答案】(1) sp^2 、 sp^3

(2) (球形)冷凝管 防倒吸、吸收 HCl

(3) 降低温度或加快冷凝水流速(其他与降温有关的合理答案也可)

(4) 使烟碱盐酸盐完全与 NaOH 反应生成烟碱, 有利于烟碱蒸出(或答到“烟碱沸点低, 烟碱盐酸盐沸点高, 便于水蒸气蒸馏提纯”也可)

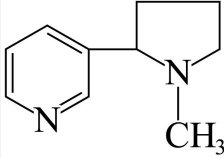
(5) 使水蒸气和烟碱充分接触(或起搅拌作用, 其他合理答案也可)

(6) ③②①

(7) 用玻璃棒蘸取提取液于红色石蕊试纸中心, 若试纸变蓝, 则证明烟碱具有碱性(其他合理答案也可)

【分析】取研细的烟叶放入圆底烧瓶中, 加盐酸, 按图 1 所示, 加热回流半小时。从圆底烧瓶挥发出来的 HCl 用装置 B 吸收, 将回流后的混合物冷却后过滤, 向滤液中加入 NaOH 溶液中和至明显呈碱性, 使烟碱盐酸盐全部转化为烟碱。

【详解】(1)

烟碱中  , 六元环中的氮原子为 sp^2 杂化, 五元环中的氮原子为 sp^3 杂化, 故答案为: sp^2 、 sp^3 ;

(2) 仪器 a 的名称为球形冷凝管; 装置 B 中倒扣的漏斗, 可用来吸收挥发出来的 HCl 气体并防倒吸, 故答案为: (球形)冷凝管; 防倒吸、吸收 HCl ;

(3) 回流时, 若烧瓶内气雾上升过高, 说明烧瓶内温度过高, 需要采取降温措施, 可以降低温度或者加快冷凝水流速, 故答案为: 降低温度或加快冷凝水流速;

(4) 提取烟碱时, 加入 NaOH 溶液中和至明显呈碱性, 使烟碱盐酸盐完全转化为烟碱, 有利于烟碱蒸出, 故答案为: 使烟碱盐酸盐完全与 NaOH 反应生成烟碱, 有利于烟碱蒸出;

(5) T 形管最长的一端插入中和后的混合物中, 靠近蒸馏试管的底部, 可以使水蒸气和中和后的混合物充分接触, 并

可起到搅拌的作用，故答案为：使水蒸气和烟碱充分接触(或起搅拌作用，其他合理答案也可)；

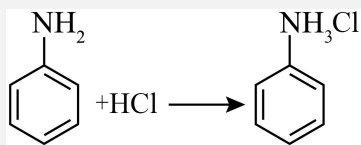
(6) 收集10mL 提取液后，停止水蒸气蒸馏，应先打开止水夹，然后停止加热，最后停止通冷凝水，故答案为：③②①；

(7) 根据题目所提供的试剂，可使用红色石蕊试纸检验烟碱具有碱性，故答案为：用玻璃棒蘸取提取液于红色石蕊试纸中心，若试纸变蓝，则证明烟碱具有碱性。

6. (2026·云南昭通·模拟预测)

【答案】(1)球形冷凝管

(2) 液体不分层



(3) 平衡气压 打开螺旋夹

(4)降低蒸馏温度，减少能耗

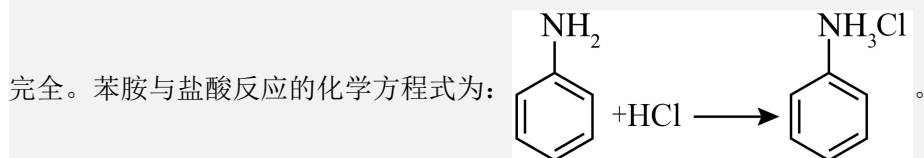
(5)减小苯胺在水中的溶解度，增大水层密度，促进液体分层

(6)80%

【分析】加入反应物进行反应，反应完成后，改用水蒸气蒸馏装置，将苯胺一水蒸馏出，苯胺在水中有一定的溶解度，加入固体，可使溶解在水中的大部分苯胺就以油状物晶体析出，分液分离出有机层，水层用乙醚萃取，分出醚层；合并有机层和醚层，加入无水硫酸镁固体干燥，得到苯胺醚溶液，再次蒸馏得到苯胺，据此解答。

【详解】(1) 装置 I 中仪器 A 为球形冷凝管。

(2) 根据表中信息知，苯胺可与盐酸反应生成可溶性盐，硝基苯不溶于水，分层。当液体不分层时，可判断反应进行



(3) 长导管的作用是平衡气压，为防止发生倒吸，蒸馏结束时，应先打开螺旋夹。

(4) 水蒸气蒸馏使苯胺在低于100℃的温度下，随着水蒸气一起蒸馏出来，故其优点是降低蒸馏温度，减少能耗。

(5) 实验中将苯胺一水馏出液用固体饱和的目的是减小苯胺在水中的溶解度，同时增加水层的密度，有利于苯胺与水的分层，便于后续分液操作。

(6) 根据反应原理可知，0.05 mol 硝基苯理论上制备0.05mol 苯胺，理论质量： $0.05\text{mol} \times 93\text{g} \cdot \text{mol}^{-1} = 4.65\text{g}$ ，实际质量： 3.72g ，产率： $3.72\text{g} \div 4.65\text{g} \times 100\% = 80\%$ 。

7. (25-26 高三上·四川成都·期中)

【答案】(1)球形冷凝管

(2)防止空气中的水蒸气、CO₂ 进入三颈烧瓶中与格氏试剂反应

(3)降低

(4)避免产生难溶于水的 Mg(OH)Br

(5)溴苯与水 92.8℃ 能形成共沸物逸出

(6)A

(7)64.1%

【分析】首先利用镁屑、溴苯和乙醚制取格氏试剂，由于格氏试剂易潮解，所以需要在无水环境中进行反应，则碱石灰是为了防止空气中的水蒸气进入反应装置；之后加入二苯酮反应得到 $(C_6H_5)_3COMgBr$ ，然后加入饱和氯化铵溶液，促进 $(C_6H_5)_3COMgBr$ 水解产生三苯甲醇。

【详解】（1）根据仪器 a 的结构特点可知其为球形冷凝管；

（2）格氏试剂、 $ROMgBr$ 都会与水反应，所以制备过程要保持干燥，所以球形干燥管的作用是防止空气中的水蒸气、 CO_2 进入三颈烧瓶中与格氏试剂反应；

（3）加入一小粒碘可加快反应速率，说明碘为催化剂，可以降低该反应的活化能；

（4）饱和氯化铵溶液显酸性，能促进 $(C_6H_5)_3COMgBr$ 水解产生三苯甲醇，且不产生难溶于水的 $Mg(OH)Br$ 杂质，因此不用蒸馏水的目的是避免产生难溶于水的 $Mg(OH)Br$ 杂质；

（5）根据题目所给信息可知溴苯与水 $92.8^\circ C$ 能形成共沸物逸出，所以水蒸气蒸馏能除去溴苯；

（6）A. 三苯甲醇沸点是 $380^\circ C$ ，最高，水蒸气蒸馏结束时，粗产品应在图 2 的甲装置中，故 A 错误；

B. 水蒸气蒸馏时若出现堵塞，应先打开活塞 K，再撤去热源，故 B 正确；

C. 三苯甲醇是难溶于水的晶体，得到的粗产品中可能还有少量氯化铵，可选择蒸馏水洗涤，故 C 正确；

D. 重结晶是将粗产品溶于水后，得再进行过滤、洗涤、干燥，得到更纯的晶体，故 D 正确；

故答案为：A；

（7）所用 Mg 的物质的量为 $0.0625mol$ ，所用溴苯的物质的量为 $0.065mol$ ，二苯酮的物质的量为 $0.06mol$ ，所以理论上可以制取 $0.06mol$ 三苯甲醇，产率为 $\frac{10.0g}{260g/mol \times 0.06mol} \times 100\% \approx 64.1\%$ 。

8. （2017 新课标 I 卷）

【答案】 避免 b 中压强过大 防止暴沸 直形冷凝管 c 中温度下降，管路中形成负压 液封，防止氨气逸出 $NH_4^+ + OH^- \xrightarrow{\Delta} NH_3 \uparrow + H_2O$ 保温使氨完全蒸出 $\frac{1.4cV}{m}$ $\frac{7.5cV}{m}$

【详解】（1）a 中导管与大气相连，所以作用是平衡气压，以避免 b 中压强过大。

（2）b 中放入少量碎瓷片的目的是防止暴沸。f 的名称是直形冷凝管。

（3）由于 c、e 及其所连接的管道内水蒸气冷凝为水后，气压远小于外界大气压，在大气压的作用下，因此锥形瓶内的蒸馏水被倒吸入 c 中。

（4）①氨气是气体，因此 d 中保留少量水的目的是液封，防止氨气逸出。②e 中主要反应是铵盐与碱在加热条件下的反应，离子方程式为 $NH_4^+ + OH^- \xrightarrow{\Delta} NH_3 \uparrow + H_2O$ ；e 采用中空双层玻璃瓶的作用是保温减少热量损失，有利于铵根转化为氨气逸出。

（5）取某甘氨酸（ $C_2H_5NO_2$ ）样品 m 克进行测定，滴定 g 中吸收液时消耗浓度为 $c mol \cdot L^{-1}$ 的盐酸 V mL，根据反应 $NH_3 \cdot H_2O + HCl = NH_4Cl + H_2O$ ，可以求出样品中 $n(N) = n(HCl) = c mol \cdot L^{-1} \times V \times 10^{-3} L = 0.001cV mol$ ，则样品中氮的质量分数为 $\frac{0.001cV \times 14g}{mg} \times 100\% = \frac{1.4cV}{m} \%$ ，样品中甘氨酸的质量 $\leq 0.001cV \times 75g$ ，所以样品的纯度 $\leq \frac{7.5cV}{m} \%$ 。

9. (2025·四川德阳·一模)

【答案】(1) 球形冷凝管 C

(2)平衡气压

(3)取少量最后一次洗涤液于试管中，滴加 BaCl_2 溶液，若无白色沉淀产生，则已洗净，反之，则未洗净

(4)不再有淡黄色油状液体流出

(5)AB

(6)60%

(7)BC

【详解】(1) a 的名称是球形冷凝管；根据实验步骤，该反应液体约 44 mL，选用三颈烧瓶时应该时药品在三颈烧瓶最大容量的 $\frac{1}{3} \sim \frac{2}{3}$ ，故应该选用 100 mL 三颈烧瓶；故答案为：球形冷凝管；C；

(2) 玻璃管 b 的作用为平衡气压，防止压强过大引发事故，又能防止压强过小产生倒吸；

(3) 粗品中残留的无机酸和无机盐中有 SO_4^{2-} ，检验应该使用 BaCl_2 溶液，具体检验操作步骤为：取少量最后一次洗涤液于试管中，滴加 BaCl_2 溶液，若无白色沉淀产生，则已洗净，反之，则未洗净；

(4) 当观察到 d 中不再有淡黄色油状液体（邻硝基苯酚）流出时，说明产物已被完全蒸出，反应结束，可停止水蒸气蒸馏；

(5) 该装置应考虑防止倒吸，其中 A，B 在管口留有空隙，可以接安全管等装置防止倒吸，C 则不可以防倒吸，故答案为：AB；

(6) 由题目所给关系， $n(\text{Br}_2) = \frac{1}{2}n(\text{S}_2\text{O}_3^{2-}) = \frac{1}{2} \times 60 \times 10^{-3} \text{ mL} \times 0.1 \text{ mol/L} = 0.003 \text{ mol}$ ，与邻硝基苯酚反应的溴的物质的量为 $0.015 - 0.003 \times 2 = 0.009 \text{ mol}$ ，根据选择性定义，物质 X 的选择性 = $\frac{\text{转化为X的反应物的物质的量}}{\text{消耗的反应物的总物质的量}} \times 100\%$ ，则邻硝基苯酚的选择性 = $\frac{0.009}{0.015} \times 100\% = 60\%$ ；

(7) 邻硝基苯酚的选择性 = $\frac{n_{(\text{总Br}_2)} - n_{(\text{与S}_2\text{O}_3^{2-}\text{反应的Br}_2)}}{n_{(\text{总Br}_2)}}$

A. 滴定终点时俯视读数，会使滴定管读数偏小，从而计算出 $n_{(\text{与S}_2\text{O}_3^{2-}\text{反应的Br}_2)}$ 偏小，会使邻硝基苯酚的选择性偏高，A 不符合题意；

B. 滴定时， $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 标准溶液滴在锥形瓶外，会额外多消耗 $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 溶液，会使 $n_{(\text{与S}_2\text{O}_3^{2-}\text{反应的Br}_2)}$ 偏大，从而使邻硝基苯酚的选择性偏低，B 符合题意；

C. 滴定前， $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 标准溶液部分变质，也会额外多消耗 $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 溶液，后面分析同 B，C 符合题意；

故答案选 BC。