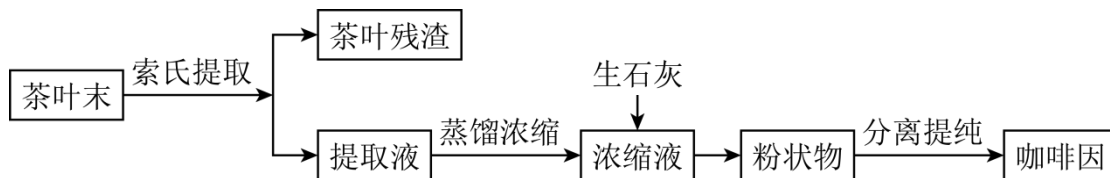


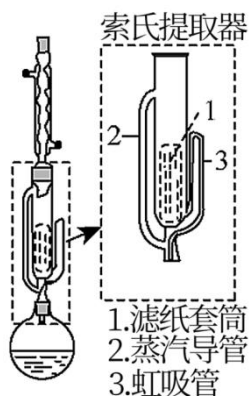
【核心考点 029】索氏提取器

可只做与本考点相关的小题（已标蓝），文末附答案与解析。

1.（2019·全国 II 卷）咖啡因是一种生物碱（易溶于水及乙醇，熔点 234.5°C ， 100°C 以上开始升华），有兴奋大脑神经和利尿等作用。茶叶中含咖啡因约 1%~5%、单宁酸（ K_a 约为 10^{-6} ，易溶于水及乙醇）约 3%~10%，还含有色素、纤维素等。实验室从茶叶中提取咖啡因的流程如下图所示。



索氏提取装置如图所示。实验时烧瓶中溶剂受热蒸发，蒸汽沿蒸汽导管 2 上升至球形冷凝管，冷凝后滴入滤纸套筒 1 中，与茶叶末接触，进行萃取。萃取液液面达到虹吸管 3 顶端时，经虹吸管 3 返回烧瓶，从而实现茶叶末的连续萃取。回答下列问题：



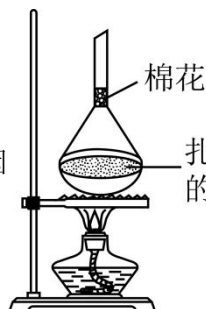
（1）实验时需将茶叶研细，放入滤纸套筒 1 中，研细的目的是_____，圆底烧瓶中加入 95%乙醇为溶剂，加热前还要加几粒_____。

（2）提取过程不可选用明火直接加热，原因是_____，与常规的萃取相比，采用索氏提取器的优点是_____。

（3）提取液需经“蒸馏浓缩”除去大部分溶剂，与水相比，乙醇作为萃取剂的优点是_____。“蒸馏浓缩”需选用的仪器除了圆底烧瓶、蒸馏头、温度计、接收管之外，还有_____（填标号）。

A. 直形冷凝管 B. 球形冷凝管 C. 接收瓶 D. 烧杯

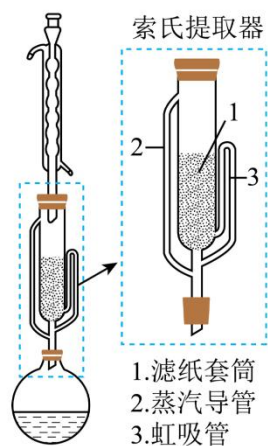
（4）浓缩液加生石灰的作用是中和_____和吸收_____。



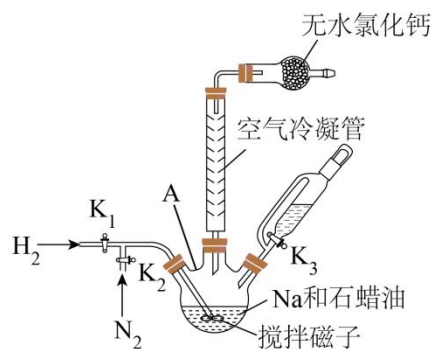
（5）可采用如图所示的简易装置分离提纯咖啡因。将粉状物放入蒸发皿中并小火加热，咖啡

因在扎有小孔的滤纸上凝结，该分离提纯方法的名称是_____。

2. (2025·山东泰安·模拟预测) 硼氢化钠(NaBH_4)可溶于异丙胺或水, 常温下与水缓慢反应, 与酸剧烈反应, 强碱环境下能稳定存在, 在有机合成中被称为“万能还原剂”。已知: CH_3ONa 难溶于异丙胺, 常温下与水剧烈反应; 硼酸三甲酯 $[\text{B}(\text{OCH}_3)_3]$, 沸点为 68°C ; 异丙胺熔点为 -101°C , 沸点为 33°C 。实验室制备、提纯、分析 NaBH_4 纯度的步骤如下, 请结合信息回答问题。



图一



图二

(1)连接图一装置并检验气密性, 制备 NaBH_4 操作①, 升温到 110°C , 打开搅拌器快速搅拌, 将融化的 Na 快速分散到石蜡油中, 目的是____。然后升温到 200°C , 操作②, 充分反应后制得 NaH 。继续升温到 240°C , 操作③, 向 A 容器中滴入硼酸三甲酯, 充分反应后, 降温后离心分离得到 NaBH_4 和 CH_3ONa 的固体混合物, 其化学反应方程式为____。

上述操作①、操作②、操作③正确顺序为____(填序号)。

- A. 打开 K_1 , 通入 H_2 一段时间, 关闭 K_1
- B. 打开 K_2 , 通入 N_2 一段时间, 关闭 K_2
- C. 打开 K_2 , 通入 N_2 , 打开 K_3

(2) NaBH_4 可采用索氏提取法提纯, 其装置如图二所示。实验时将 NaBH_4 和 CH_3ONa 的固体混合物放入滤纸套筒 1 中, 烧瓶中异丙胺受热蒸发, 蒸汽沿导管 2 上升至球形冷凝管, 冷凝后滴入滤纸套筒 1 中, 再经导管 3 返回烧瓶, 从而实现连续萃取。当萃取完全后, NaBH_4 在____(填“圆底烧瓶”或“索氏提取器”)中。分离异丙胺和 NaBH_4 并回收溶剂方法是____。

(3) NaBH_4 样品纯度分析。

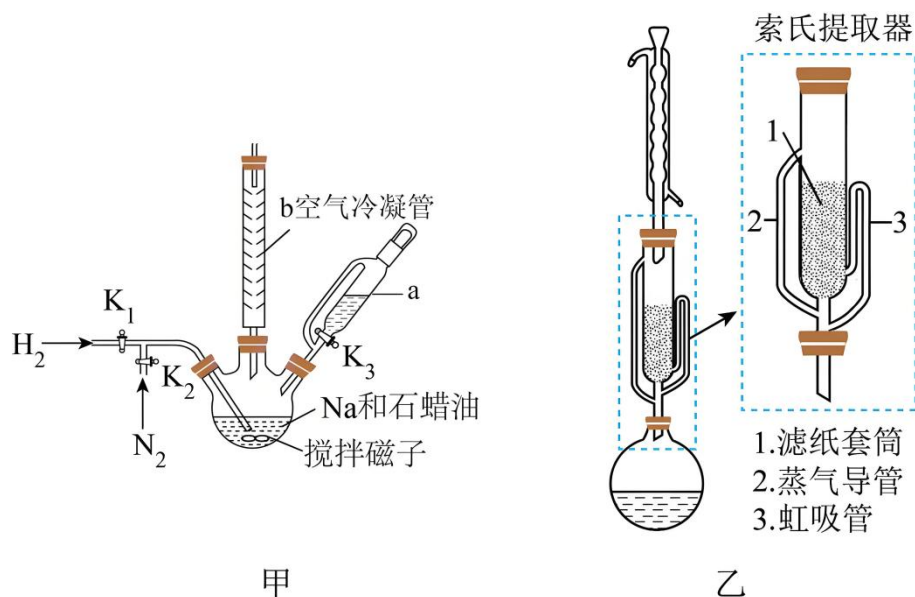
①取 9.00g NaBH_4 产品(杂质不参与反应)溶于____。

(3) NaBH_4 样品纯度分析。

溶液配成 100mL , 取 2.00mL 置于碘量瓶中, 加入 $30.00\text{mL } 0.1000\text{mol}\cdot\text{L}^{-1}\text{KIO}_3$ 溶液充分反应, 产物中含有 NaBO_2 , 反应方程式为____;

②向上述所得溶液中加入过量的 KI 溶液, 向所得溶液加入几滴淀粉指示剂, 用 $0.2000\text{mol}\cdot\text{L}^{-1}\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 标准溶液滴定至终点, 消耗标准溶液的体积为 18.00mL 。产品中 NaBH_4 的纯度为____。(已知: $\text{KIO}_3 + 5\text{KI} + 3\text{H}_2\text{SO}_4 = 3\text{K}_2\text{SO}_4 + 3\text{I}_2 + 3\text{H}_2\text{O}$, $2\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 + \text{I}_2 = \text{Na}_2\text{S}_4\text{O}_6 + 2\text{NaI}$)

3. (25-26 高三下·湖南长沙·开学考试) 硼氢化钠(NaBH_4)是一种有机合成中常用试剂。实验室制备、提纯及分析 NaBH_4 纯度的实验过程如下:



I. NaBH_4 的制备。利用如图甲装置(搅拌器、加热及夹持装置略)进行如下操作。

(i)连接装置, 检验气密性, 装入试剂, 打开 K_2 , 向装置中鼓入 N_2 , 然后升温到 110°C 左右, 打开搅拌器快速搅拌, 将熔化的 Na 快速分散到石蜡油中;

(ii)升温到 200°C , 关闭 K_2 , 打开 K_1 通入 H_2 , 充分反应后制得 NaH ;

(iii)升温到 240°C , 关闭 K_1 , 打开 K_2 通入 N_2 , 打开 K_3 向三颈烧瓶中滴入硼酸三甲酯[分子式为 $\text{B}(\text{OCH}_3)_3$, 沸点为 68°C], 充分反应;

(iv)降温后, 离心分离得到 NaBH_4 和 CH_3ONa 的固体混合物。

II. NaBH_4 的提纯。 NaBH_4 可采用索氏提取法提纯, 其装置如图乙所示。

将 NaBH_4 和 CH_3ONa 的固体混合物放入滤纸套筒 1 中, 烧瓶中加入异丙胺。烧瓶中异丙胺受热蒸发上升, 冷凝后滴入滤纸套筒 1 中, 再经导管返回烧瓶, 从而实现连续萃取。

III. 纯度分析。

步骤 1: 取 $m\text{ g}$ 产品(杂质不参加反应)溶于 A 溶液后配成 200 mL 溶液, 取 20 mL 置于碘量瓶中, 加入 $V_1\text{ mL } c_1\text{ mol/L}$ 的 KIO_3 溶液充分反应($3\text{NaBH}_4 + 4\text{KIO}_3 = 3\text{NaBO}_2 + 4\text{KI} + 6\text{H}_2\text{O}$);

步骤 2: 向步骤 1 反应后的溶液中加入过量的 KI 溶液, 用稀硫酸调节 pH , 使过量 KIO_3 转化为 I_2 , 冷却后于暗处放置数分钟;

步骤 3: 向步骤 2 所得混合液中加入缓冲溶液 B, 调 pH 至约 5.0, 加入几滴淀粉溶液, 用 $c_2\text{ mol/L}$ $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 标准溶液滴定至终点, 消耗溶液 $V_2\text{ mL}$ ($2\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 + \text{I}_2 = 2\text{NaI} + \text{Na}_2\text{S}_4\text{O}_6$)。

已知，部分物质的性质如下表。

物质	NaBH_4	NaH	CH_3ONa	异丙胺
性质	固体，可溶于异丙胺或水，常温下与水缓慢反应，与酸剧烈反应，强碱环境下能稳定存在	固体，强还原性，与水剧烈反应	固体，难溶于异丙胺，常温下与水剧烈反应	有机溶剂，沸点 33°C

(1)图甲中仪器 a 的名称为_____。

(2)写出 NaH 与 $\text{B}(\text{OCH}_3)_3$ 反应的化学方程式：_____。

(3)实验 I 中使用空气冷凝管，而不是用水冷凝管，原因可能是_____。

(4)下列有关说法不正确的是_____(填标号)。

A. 实验 I 中，将 Na 分散到石蜡油中的目的是增大 Na 与 H_2 的接触面积，加快反应速率

B. 实验 I 中，取(Ⅱ)中产物加入水中，观察是否有 H_2 产生，从而判断 NaH 中是否残留 Na

C. 实验 II 中，异丙胺蒸气沿导管 3 上升至球形冷凝管中，冷凝后滴入滤纸套筒 1 中，再经导管 2 返回烧瓶，从而实现连续萃取

D. 实验 II 中，萃取完全后， NaBH_4 在圆底烧瓶中，可通过蒸馏分离异丙胺和 NaBH_4 并回收溶剂

(5)与常规的萃取相比，索氏提取法的优点是_____。

(6)实验 III 中，根据下列所给试剂，判断“A 溶液”和“缓冲溶液 B”分别为_____、_____(填标号)。(CH_3COOH 的 $\text{p}K_a = 5$, $\text{NH}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$ 的 $\text{p}K_b = 5$)

A. 稀硫酸

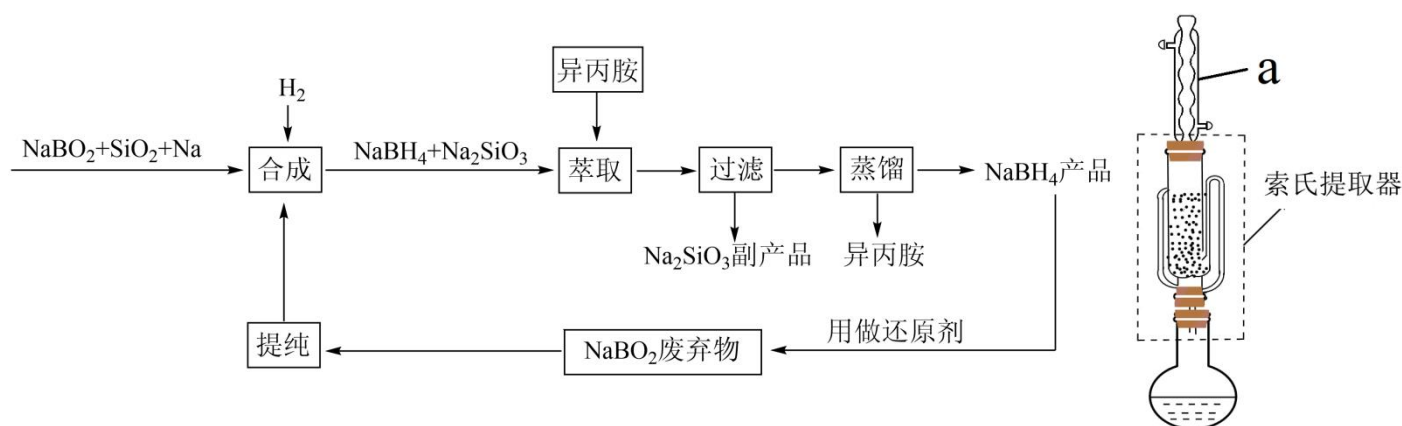
B. NaOH 溶液

C. NH_4Cl 和 $\text{NH}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$ 混合液(溶质物质的量之比为 1:1)

D. CH_3COOH 和 CH_3COONa 混合液(溶质物质的量之比为 1:1)

(7)产品中 NaBH_4 的纯度为_____%(用含 c_1 、 V_1 、 c_2 、 V_2 、 m 的代数式表示)；滴入 $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 标准溶液时，若长时间振荡可能导致测定结果_____(填“偏高”或“偏低”)。

4. (24-25 高二下·浙江温州·期末) 硼氢化钠 (NaBH_4) 是一种常见的还原剂, 常温下易与水反应, 可溶于异丙胺 (沸点 33°C , 易燃), 某探究小组采用偏硼酸钠 (NaBO_2) 为主要原料制备 NaBH_4 , 其实验流程如图:



(1) 在“合成”反应加料之前, 需要通入氩气并将反应器加热至 100°C 以上, 该操作的目的是_____。

(2) “萃取”时, 可采用索氏提取法, 其装置如图所示, 仪器 a 的名称为_____。

(3) 上述流程中能循环利用的物质是_____。

(4) 下列说法正确的是_____。

A. “合成”步骤的主要化学方程式为: $\text{NaBO}_2 + 2\text{SiO}_2 + 4\text{Na} + 2\text{H}_2 \xrightarrow{\text{高温}} \text{NaBH}_4 + 2\text{Na}_2\text{SiO}_3$

B. 用上述索氏提取器“萃取”的过程中, 烧瓶下方垫石棉网, 使用酒精灯加热

C. “蒸馏”操作利用了异丙胺和硼氢化钠的沸点差异将两者分开

D. 通 H_2 前, 需将 Na 打散在石油醚中的目的是增大 Na 与 H_2 的接触面积, 加快反应速率

(5) 实验测定 NaBH_4 的纯度步骤如下:

步骤 1: 取 11.40g 产品 (杂质不参加反应) 溶于 NaOH 溶液后配成 200mL 溶液, 取 2.00mL 置于碘量瓶中, 加入 30mL 0.1000mol/L 的 KIO_3 溶液充分反应。 ($3\text{NaBH}_4 + 4\text{KIO}_3 = 3\text{NaBO}_2 + 4\text{KI} + 6\text{H}_2\text{O}$)

步骤 2: 向步骤 1 反应后溶液中加入过量的 KI 溶液, 用稀硫酸调节 pH , 使过量 KIO_3 转化为 I_2 , 冷却后于暗处放数分钟。

步骤 3: 将步骤 2 所得混合液调 pH 约为 5.0 , 加入几滴淀粉, 用 0.2000mol/L $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 标准溶液滴定至终点, 消耗溶液 18.00mL 。 ($\text{I}_2 + 2\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 = 2\text{NaI} + \text{Na}_2\text{S}_4\text{O}_6$)

① 按照先后顺序对本实验的滴定操作排序: _____

滴定管检漏 $\rightarrow$ 蒸馏水洗 $\rightarrow$ _____ $\rightarrow$ _____ $\rightarrow$ a $\rightarrow$ _____ $\rightarrow$ _____ $\rightarrow$ _____

a. 加液至“0”刻度以上 $2 \sim 3\text{mL}$ 处

b. 调整液面至“0”刻度或“0”刻度下方, 记录读数

c. 倾斜转动滴定管, 使标准液润湿滴定管内壁, 将润洗液从下口排出

d.赶出尖嘴部分气泡

e.向酸式滴定管中加 3 ~ 5mL $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 标准液

f.向碱式滴定管中加 3 ~ 5mL $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 标准液

g.左手控制活塞，右手振荡锥形瓶

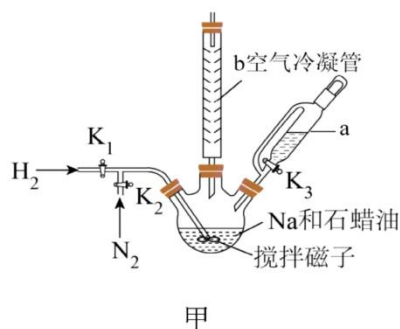
h.左手挤压玻璃珠，右手振荡锥形瓶

②计算 NaBH_4 的纯度为_____。

③滴入 $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 标准溶液时若长时间振荡可能导致测定结果_____（填“偏高”或“偏低”）

5. (24-25 高三下·浙江·阶段练习) 实验室制备、提纯、分析 NaBH_4 纯度的步骤如下。

I. NaBH_4 的制备。利用如图甲装置(加热及夹持装置略)进行操作:



甲

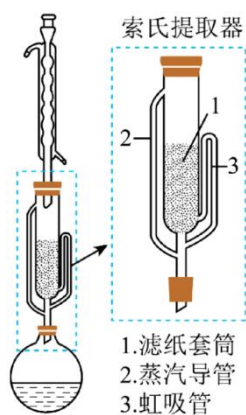
(i)连接装置, 检验气密性, 装入试剂, 打开 K_2 , 向装置中鼓入 N_2 , 然后升温到 110°C 左右, 打开搅拌器快速搅拌, 将融化的 Na 快速分散到石蜡油中;

(ii)升温到 200°C , 关闭 K_2 , 打开 K_1 通入 H_2 , 充分反应后制得 NaH ;

(iii)升温到 240°C , 关闭 K_1 , 打开 K_2 通入 N_2 , 打开 K_3 向三颈瓶中滴入硼酸三甲酯[分子式为 $\text{B}(\text{OCH}_3)_3$, 沸点为 68°C], 充分反应;

(iv)降温后, 离心分离得到 NaBH_4 和 CH_3ONa 的固体混合物。

II. NaBH_4 的提纯。 NaBH_4 可采用索氏提取法提纯, 其装置如图乙所示, 实验时将 NaBH_4 和 CH_3ONa 的固体混合物放入滤纸套筒 1 中, 烧瓶中加入异丙胺。烧瓶中异丙胺受热蒸发上升, 冷凝后滴入滤纸套筒 1 中, 再经导管返回烧瓶, 从而实现连续萃取。



乙

III. 纯度分析。

步骤 1: 取 mg 产品(杂质不参加反应)溶于 NaOH 溶液后配成 200mL 溶液, 取 20mL 置于碘量瓶中, 加入 $V_1\text{mL}$ $c_1\text{mol/L}$ 的 KIO_3 溶液充分反应。 $(3\text{NaBH}_4 + 4\text{KIO}_3 = 3\text{NaBO}_2 + 4\text{KI} + 6\text{H}_2\text{O})$

步骤 2: 向步骤 1 反应后溶液中加入过量的 KI 溶液, 用稀硫酸调节 pH , 使过量 KIO_3 转化为 I_2 , 冷却后于暗处放数分钟。

步骤 3: 将步骤 2 所得混合液调 pH 约为 5.0 , 加入几滴淀粉, 用 $c_2\text{mol/L}$ $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 标准溶液滴定至终点, 消耗溶液 $V_2\text{mL}$ 。

$(2\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 + \text{I}_2 = 2\text{NaI} + \text{Na}_2\text{S}_4\text{O}_6)$

己	NaBH_4	NaH	CH_3ONa	异丙胺
---	-----------------	--------------	-------------------------	-----

知				
性质	固体，可溶于异丙胺或水，常温下与水缓慢反应，与酸剧烈反应，强碱环境下能稳定存在	固体，强还原性，与水剧烈反应	固体，难溶于异丙胺，常温下与水剧烈反应	有机溶剂，沸点： 33℃

请回答：

(1)仪器 a 的名称是_____。

(2)写出 NaH 与 $B(OCH_3)_3$ 反应的化学方程式_____。

(3)下列有关说法不正确的是_____。

A. 将 Na 分散到石蜡油中目的是增大 Na 与 H_2 接触面积，加快反应速率

B. 装置乙中异丙胺蒸汽沿虹吸管 3 上升

C. 装置甲应该处于无水、无氧的反应环境

D. 萃取完全后， $NaBH_4$ 在圆底烧瓶中，且通过蒸馏分离异丙胺和 $NaBH_4$ 并回收溶剂

(4)与常规萃取相比，用索氏提取器的优点是_____。

(5)按照先后顺序对本实验的滴定操作排序：_____。

滴定管检漏→蒸馏水洗→_____→_____→a→_____→_____→_____

a. 加液至“0”刻度以上 2~3mL 处

b. 调整液面至“0”刻度或“0”刻度下方，记录读数

c. 倾斜转动滴定管，使标准液润湿滴定管内壁，将润洗液从下口排出

d. 赶出尖嘴部分气泡

e. 向酸式滴定管中加 3~5mL $Na_2S_2O_3$ 标准液

f. 向碱式滴定管中加 3~5mL $Na_2S_2O_3$ 标准液

g. 左手控制活塞，右手振荡锥形瓶

h. 左手挤压玻璃珠，右手振荡锥形瓶

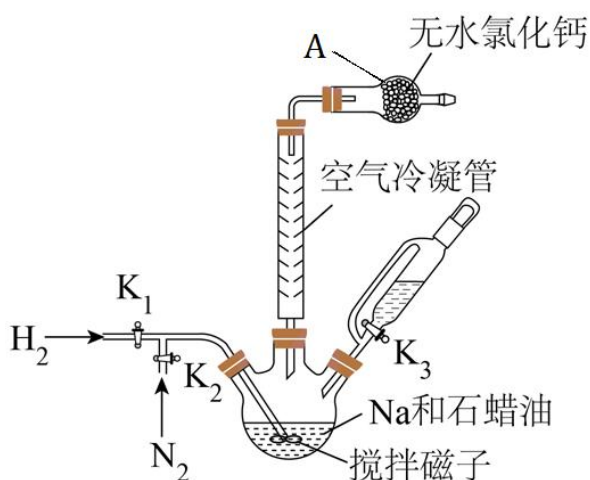
(6)产品中 $NaBH_4$ 的纯度为_____ %。(用 c_1 、 V_1 、 c_2 、 V_2 、m 等数据的代数式表示)

6. (23-24 高三上·辽宁沈阳·月考) 硼氢化钠(NaBH_4)是一种潜在储氢剂, 在有机合成中也被称为“万能还原剂”。实验室制备、提纯、分析 NaBH_4 纯度的步骤如下, 请结合信息回答问题。

	NaBH_4	NaH	CH_3ONa
性质	固体, 可溶于异丙胺或水, 常温下与水缓慢反应, 与酸剧烈反应, 强碱环境下能稳定存在	固体, 强还原性, 与水剧烈反应产生 H_2	固体, 难溶于异丙胺, 常温下与水剧烈反应

I. NaBH_4 的制备

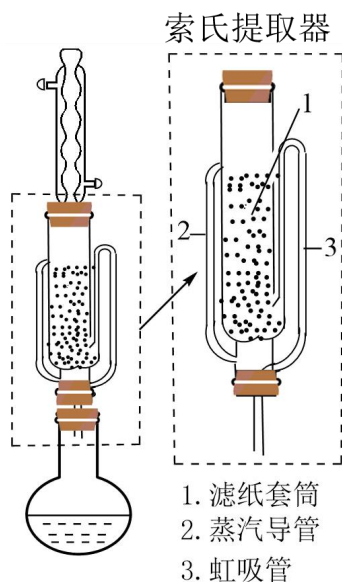
先打开 K_2 , 向装置中鼓入 N_2 , 然后升温到 110°C 左右, 打开搅拌器快速搅拌, 将融化的 Na 快速分散到石蜡油中, 然后升温到 200°C , 关闭 K_2 , 打开 K_1 通入 H_2 , 充分反应后制得 NaH 。然后升温到 240°C , 持续搅拌下通入 N_2 , 打开 K_3 , 向三颈瓶中滴入硼酸三甲酯[分子式为 $\text{B}(\text{OCH}_3)_3$, 沸点为 68°C], 充分反应后, 降温后离心分离得到 NaBH_4 和 CH_3ONa 的固体混合物。



- (1) 仪器 A 的名称是_____。
- (2) 写出 NaH 与 $\text{B}(\text{OCH}_3)_3$ 的化学反应方程式_____。
- (3) 将 Na 分散到石蜡油中的目的是_____。

II. NaBH_4 的提纯

(4) NaBH_4 可采用索氏提取法提纯, 其装置如图所示。实验时将 NaBH_4 和 CH_3ONa 的固体混合物放入滤纸套筒 1 中, 烧瓶中异丙胺(熔点: -101°C , 沸点: 33°C) 受热蒸发, 蒸汽沿导管 2 上升至球形冷凝管, 冷凝后滴入滤纸套筒 1 中, 再经导管 3 返回烧瓶, 从而实现连续萃取。当萃取完全后, NaBH_4 在_____ (填“圆底烧瓶”或“索氏提取器”) 中。



(5)分离异丙胺和 NaBH_4 并回收溶剂的方法是_____。

Ⅲ. NaBH_4 的纯度分析[已知 $M_r(\text{NaBH}_4) = 38 \text{ g/mol}$]

步骤 1: 取 9.00 g NaBH_4 产品 (杂质不参与反应), 将产品溶于 X 溶液后配成 200 mL 溶液, 取 2.00 mL 置于碘量瓶中,

加入 $30.00 \text{ mL } 0.1000 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1} \text{ KIO}_3$ 溶液充分反应。(反应为 $3\text{NaBH}_4 + 4\text{KIO}_3 = 3\text{NaBO}_2 + 4\text{KI} + 6\text{H}_2\text{O}$)

步骤 2: 向步骤 1 所得溶液中加入过量的 KI 溶液, 用稀硫酸溶液调节 pH , 使过量 KIO_3 转化为 I_2 , 冷却后暗处放置数分钟。(反应为 $\text{KIO}_3 + 5\text{KI} + 3\text{H}_2\text{SO}_4 = 3\text{K}_2\text{SO}_4 + 3\text{I}_2 + 3\text{H}_2\text{O}$)

步骤 3: 向步骤 2 所得溶液中加入 CH_3COOH 和 CH_3COONa 缓冲溶液调 pH 约为 5.0 , 加入几滴淀粉指示剂, 用

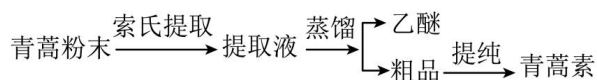
$0.2000 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1} \text{ Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 标准溶液滴定至终点, 消耗标准溶液的体积为 18.00 mL 。(反应为 $\text{I}_2 + 2\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 = 2\text{NaI} + \text{Na}_2\text{S}_4\text{O}_6$)

(6)X 溶液为_____ (写化学式)。

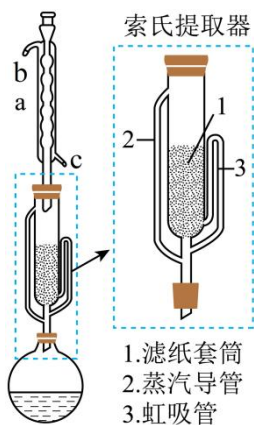
(7)产品中 NaBH_4 的纯度为_____ %。

7. (25-26 高二上·江苏无锡·期中) 20 世纪 70 年代初, 我国科学家用有乙醚从中药中提取并用柱色谱分离得到抗疟疾有效成分青蒿素, 其熔点为 $156\sim 157^{\circ}\text{C}$, 温度超过 60°C 完全失去药效(已知: 乙醚沸点为 35°C)。

I. 青蒿素的提取流程:



索氏提取装置如图所示, 实验时烧瓶中溶剂受热蒸发, 蒸汽沿蒸汽导管 2 上升至装置 a, 冷凝后滴入滤纸套筒 1 中, 与青蒿粉末接触, 进行萃取, 萃取液液面达到虹吸管 3 顶端时, 经虹吸管 3 返回烧瓶, 从而实现对青蒿粉末的连续萃取, 回答下列问题:



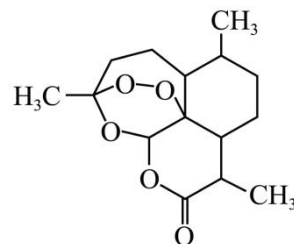
(1) 装置 a 的名称为_____。

(2) 与常规的萃取相比, 索氏提取的优点是_____。

II. 有机物结构测定

(3) 欲测定青蒿素的分子官能团类别, 应选用以下哪种仪器: _____。

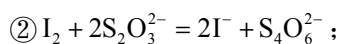
A. 质谱仪 B. 红外光谱仪 C. 核磁共振氢谱 D. X 射线衍射



(4) 青蒿素的结构如图, 从物质结构角度解释, 蒸馏提取液选用减压蒸馏装置的原因: _____。

(5) 测定产品中青蒿素的纯度: 取青蒿素样品 8.0g 配制成 250mL 溶液, 取 25.00mL 加入锥形瓶中, 再加入足量的 KI 溶液和几滴淀粉溶液, 再加入 $0.10\text{mol}\cdot\text{L}^{-1}\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 40mL, 蓝色恰好褪去。

已知: ①青蒿素可与 NaI 反应生成碘单质;

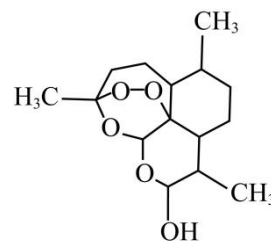


③ $M(\text{青蒿素}) = 282\text{g/mol}$ 。

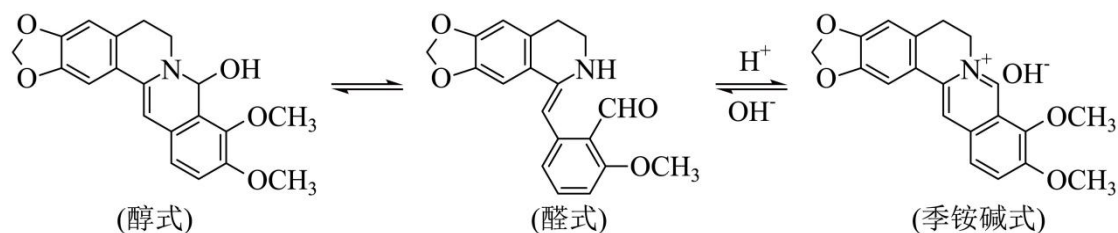
则该产品中青蒿素的质量分数为_____。(写出计算过程)

III. 青蒿素分子结构修饰

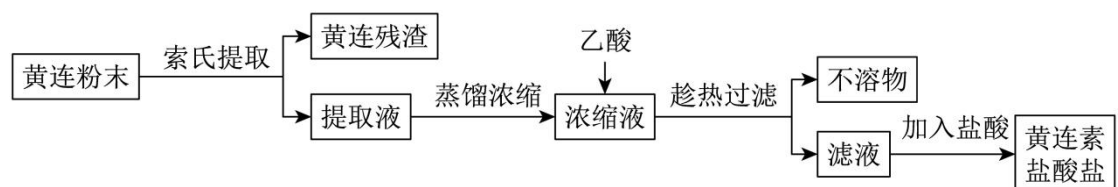
(6) 科学家将青蒿素还原转化为疗效更好的双氢青蒿素, 其结构如图所示。分析双氢青蒿素疗效更好的原因可能为_____。



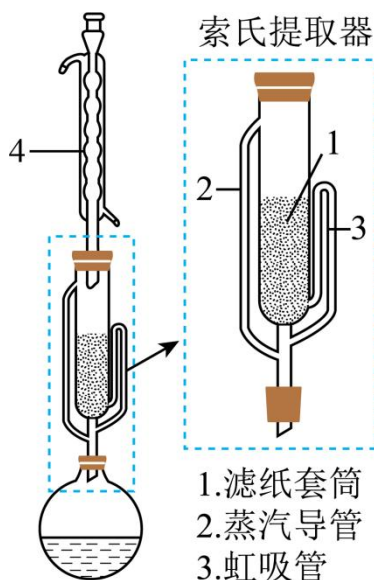
8. (24-25 高三下·黑龙江·阶段练习) 黄连素是从黄连中提取的一种异喹啉类生物碱，可用于治疗细菌性痢疾、肠炎、上呼吸道感染和抗疟疾等。其存在三种互变异构体，但自然界多以季铵碱的形式存在。



实验室从黄连中提取黄连素的流程如下图所示。



索氏提取装置如图所示。实验时烧瓶中溶剂受热蒸发，蒸汽沿蒸汽导管 2 上升再经 4 冷凝滴入滤纸套筒 1 中，与黄连碎末接触，进行萃取。萃取液液面达到虹吸管 3 顶端时，经虹吸管 3 返回烧瓶，实现对黄连碎末的连续萃取。



已知：a. 黄连素的性质如下：

名称	分子量	性状	熔点℃	溶解度：克/100mL 溶剂		
黄连素	353.36	黄色针晶	145℃	微溶于水和醇	易溶于热水和热醇	不溶于乙醚

b. 黄连素的盐酸盐，硫酸盐均难溶于冷水(乙酸盐除外)，易溶于热水。

回答下列问题：

(1) 黄连素的醛式结构中碳的杂化方式为_____。

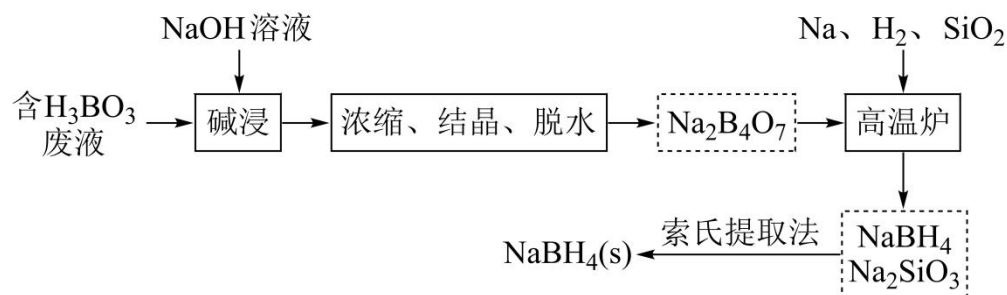
(2) 实验时需将黄连剪碎研细，放入滤纸套筒 1 中，研细的目的是_____，索氏提取装置中用于冷凝的仪器名称为_____。

(3) 与常规的萃取相比，采用索氏提取器的优点是_____。

- (4)向蒸馏回收大部分乙醇后的浓缩液中,加入 30mL10% 乙酸溶液,加热溶解,趁热抽滤。加入乙酸的目的为_____,采用抽滤而不是普通过滤操作的原因是_____。
- (5)向抽滤后的滤液中滴加浓盐酸,冷却后析出黄色晶体。为进一步提纯黄连素盐酸盐晶体,所采用的实验操作名称为_____。
- (6)得到纯净的黄连素晶体比较困难。将黄连素盐酸盐加热水至刚好溶解,煮沸,用石灰乳调节 pH 为 8.5~9.8,冷却后滤去杂质,滤液继续冷却到室温以下,即有针状体的黄连素析出。从平衡移动原理角度分析哪些因素促进黄连素盐酸盐转化为黄连素:_____。

9. (24-25 高三下·全国·开学考试) 硼氢化钠(NaBH_4)是制造乙硼烷和其他高能燃料的原料, 以含 H_3BO_3 废液为原料制

备 NaBH_4 的流程如下:

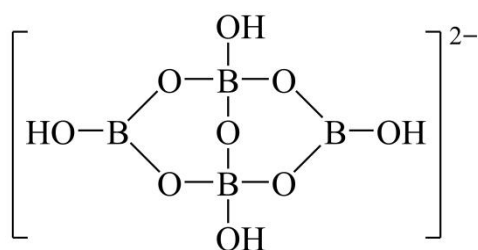


已知: NaBH_4 易溶于异丙胺 ($\text{CH}_3\text{CH}_2\text{CH}_2\text{NH}_2$ 、沸点为 33°C)。

请回答下列问题:

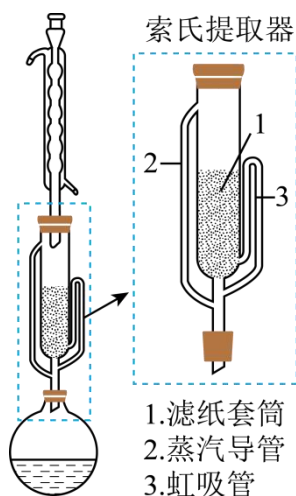
(1) 试判断: 三甲胺 ($\text{N}(\text{CH}_3)_3$) 的沸点_____异丙胺的沸点 (填“大于”或“小于”), 判断理由是_____。

(2) $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$ 俗称硼砂, 硼砂晶体中阴离子 $[\text{B}_4\text{O}_5(\text{OH})_4]^{2-}$ 的结构如图所示, 其中硼原子的杂化方式为_____。

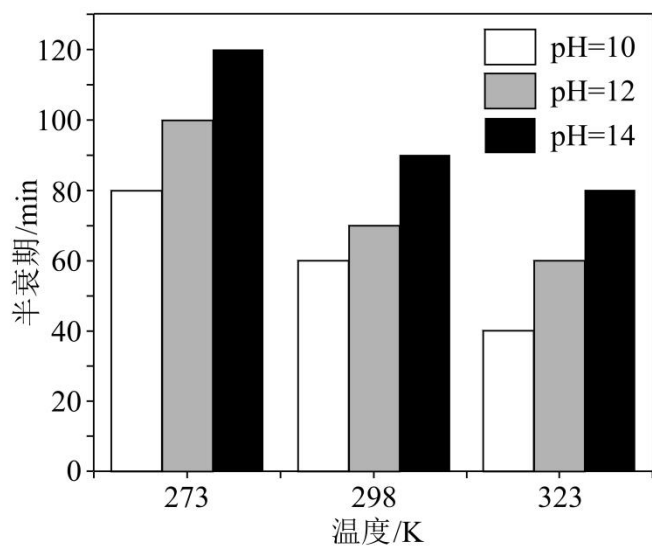


(3) 反应前, 为了除去“高温炉”中的水蒸气、空气, 可采用的操作是_____。“高温炉”中发生反应的化学方程式为_____。

(4) 索氏提取法采用的装置如图所示, 实验时将 NaBH_4 、 Na_2SiO_3 放入滤纸套筒 1 中, 烧瓶中装入异丙胺。实验中异丙胺的作用为_____; 产品沿索氏提取器的管_____ (填“2”或“3”) 流回圆底烧瓶。



(5) 研究表明, NaBH_4 和水反应: $\text{NaBH}_4 + 2\text{H}_2\text{O} = \text{NaBO}_2 + 4\text{H}_2 \uparrow$ 。已知: 反应物浓度减少至初始浓度一半所用时间叫半衰期。实验测得温度、pH 对 NaBH_4 溶液半衰期的影响如图所示。

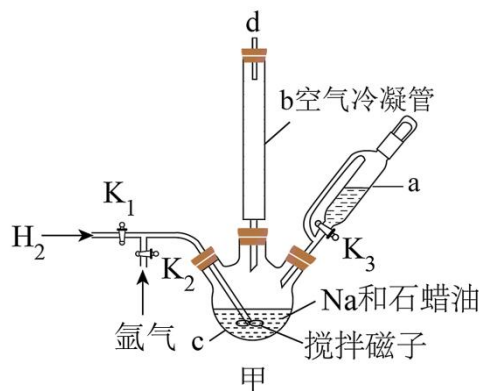


- ①根据图像归纳：温度、pH 影响 NaBH_4 和 H_2O 反应产生 H_2 速率的规律是_____。
- ②常温下，一定量 NaBH_4 与足量水反应，实际制得的 H_2 产量低于理论产量，其主要原因是_____（不考虑制备过程中 H_2 的损失）。

10. (23-24 高三上·甘肃·期末) 硼氢化钠(NaBH_4)是一种潜在储氢剂, 在有机合成中被称为“万能还原剂”。实验室制备、提纯、并测定 NaBH_4 纯度的实验如下。

I. 制备

利用如图甲装置(加热及夹持装置略)进行操作:



- (i) 连接装置, 检验气密性, 装入试剂, 打开 K_2 , 向装置中鼓入氩气, 然后升温至 110°C 左右, 打开搅拌器快速搅拌, 将融化的 Na 快速分散到石蜡油[沸点: $200\sim 290^\circ\text{C}$]中;
- (ii) 升温至 200°C , 关闭 K_2 , 打开 K_1 通入 H_2 , 充分反应后制得 NaH ;
- (iii) 升温至 240°C , 持续搅拌下通入氩气, 打开 K_3 向仪器 c 中滴入硼酸三甲酯[$\text{B}(\text{OCH}_3)_3$, 沸点为 68°C], 充分反应;
- (iv) 降温后, 分离得到 NaBH_4 和 CH_3ONa 的固体混合物。

已知:

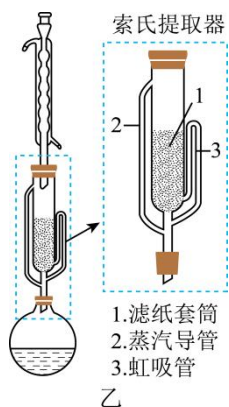
	NaBH_4	NaH	CH_3ONa	异丙胺
性质	固体, 可溶于异丙胺或水, 常温下与水缓慢反应, 与酸剧烈反应. 强碱性环境下能稳定存在	固体, 强还原性, 与水剧烈反应	固体, 难溶于异丙胺, 常温下与水剧烈反应	有机溶剂, 沸点: 33°C

- (1) 仪器 c 的名称是_____; 仪器 a 中的液体能顺利流下, 原因是_____。
- (2) 石蜡油的作用是_____; 甲中使用空气冷凝器而不是水冷凝器. 原因是当蒸馏物沸点超过 140°C 时, 冷凝管会因_____而炸裂。
- (3) 图甲装置中 d 处存在两大缺陷: ①_____; ②_____。
- (4) NaBO_2 、 SiO_2 、 Na 和 H_2 反应也可以制备 NaBH_4 , 其化学方程式为_____。
- (5) $\text{B}(\text{OCH}_3)_3$ 中 B 、 O 的杂化方式分别为_____、_____; BH_4^- 的空间结构为_____。

II. NaBH_4 的提纯

- (6) NaBH_4 可采用索氏提取法提纯, 其装置如图乙所示, 实验时将 NaBH_4 和 CH_3ONa 的固体混合物放入滤纸套筒中, 烧瓶中加入异丙胺。索氏提取法提纯的原理: 烧瓶中的异丙胺受热蒸发, 蒸汽沿导管_____ [填图乙上的阿拉伯数字,

下同]上升，冷凝后滴入滤纸套筒中，再经导管_____返回烧瓶，从而实现连续萃取。萃取完全后， CH_3ONa 在_____（填“圆底烧瓶”或“索氏提取器”）中。



Ⅲ. 纯度分析

(7)在强碱性条件下，常用 NaBH_4 与 Au^{3+} 生成单质 Au ，已知反应后硼元素以 BO_2^- 形式存在，反应前后硼元素化合价不变，且无气体生成，则发生反应的离子方程式为_____。若取 $m \text{ g}$ 产品生成了质量为 $b \text{ g}$ 的单质 Au ，则产品中 NaBH_4 的纯度为_____（列出算式即可）。

参考答案

1. (2019·全国 II 卷) 咖啡因是一种生物碱(易溶于水及乙醇, 熔点 234.5°C , 100°C 以上开始升华), 有兴奋大脑神经和利尿等作用。茶叶中含咖啡因约 1%~5%、单宁酸(K_a 约为 10^{-6} , 易溶于水及乙醇) 约 3%~10%, 还含有色素、纤维素等。实验室从茶叶中提取咖啡因的流程如下图所示。

【答案】 增加固液接触面积, 提取充分 沸石 乙醇易挥发, 易燃 使用溶剂少, 可连续萃取(萃取效率高) 乙醇沸点低, 易浓缩 AC 单宁酸 水 升华

【详解】(1) 萃取时将茶叶研细可以增加固液接触面积, 从而使提取更充分; 由于需要加热, 为防止液体暴沸, 加热前还要加入几粒沸石;

(2) 由于乙醇易挥发, 易燃烧, 为防止温度过高使挥发出来的乙醇燃烧, 因此提取过程中不可选用明火直接加热; 根据题干中的已知信息可判断与常规的萃取相比较, 采用索式提取器的优点是使用溶剂量少, 可连续萃取(萃取效率高);

(3) 乙醇是有机溶剂, 沸点低, 因此与水相比较乙醇作为萃取剂的优点是乙醇沸点低, 易浓缩; 蒸馏浓缩时需要冷凝管, 为防止液体残留在冷凝管中, 应该选用直形冷凝管, 而不需要球形冷凝管, A 正确, B 错误; 为防止液体挥发, 冷凝后得到的馏分需要有接收瓶接收馏分, 而不需要烧杯, C 正确, D 错误, 答案选 AC。

(4) 由于茶叶中还含有单宁酸, 且单宁酸也易溶于水和乙醇, 因此浓缩液中加入氧化钙的作用是中和单宁酸, 同时也吸收水;

(5) 根据已知信息可知咖啡因在 100°C 以上时开始升华, 因此该分离提纯方法的名称是升华。

2. (2025·山东泰安·模拟预测) 硼氢化钠(NaBH_4)可溶于异丙胺或水, 常温下与水缓慢反应, 与酸剧烈反应, 强碱环境下能稳定存在, 在有机合成中被称为“万能还原剂”。已知: CH_3ONa 难溶于异丙胺, 常温下与水剧烈反应; 硼酸三甲酯 $[\text{B}(\text{OCH}_3)_3]$, 沸点为 68°C ; 异丙胺熔点为 -101°C , 沸点为 33°C 。实验室制备、提纯、分析 NaBH_4 纯度的步骤如下, 请结合信息回答问题。

【答案】(1) 增大 Na 与 H_2 的接触面积, 加快反应速率 $4\text{NaH} + \text{B}(\text{OCH}_3)_3 \xrightarrow{240^{\circ}\text{C}} \text{NaBH}_4 + 3\text{CH}_3\text{ONa}$ BAC
(2) 圆底烧瓶 蒸馏
(3) 氢氧化钠 $3\text{NaBH}_4 + 4\text{KIO}_3 = 3\text{NaBO}_2 + 4\text{KI} + 6\text{H}_2\text{O}$ 38%

【分析】图二装置中首先通入氮气排净空气, 然后升温使得融化的 Na 快速分散到石蜡油中, 再升温到 200°C , 通入 H_2 , 充分反应后制得 NaH, 然后升温到 240°C , 持续搅拌下通入 N_2 , 滴入硼酸三甲酯充分反应后, 降温后离心分离得到 NaBH_4 和 CH_3ONa 的固体混合物。

【详解】(1) 打开搅拌器快速搅拌, 将融化的 Na 快速分散到石蜡油中, 目的是增大 Na 与 H_2 的接触面积, 加快反应速率。向 A 容器中滴入硼酸三甲酯, 充分反应后, 降温后离心分离得到 NaBH_4 和 CH_3ONa 的固体混合物, 其化学反应方程式: $4\text{NaH} + \text{B}(\text{OCH}_3)_3 \xrightarrow{240^{\circ}\text{C}} \text{NaBH}_4 + 3\text{CH}_3\text{ONa}$ 。由于 NaBH_4 还原性很强, 容易与氧化剂反应, 为避免空气中的氧气与 NaBH_4 反应, 所以先通入氮气, 排尽空气; 然后打开 K_1 , 通入氢气进行反应, 制取 NaH ; 最后继续通入氮气, 确保无氧环境, 打开 K_3 , 加入硼酸三甲酯制取 NaBH_4 , 故顺序为: BAC。

(2) NaBH_4 可溶于异丙胺, CH_3ONa 难溶于异丙胺, 故萃取完全后, NaBH_4 随同异丙胺在圆底烧瓶中。由于异丙胺和

NaBH₄ 互溶，所以分离回收的方法是蒸馏。

(3) ①根据题意可知，NaBH₄ 常温下与水缓慢反应，与酸剧烈反应，强碱环境下能稳定存在，所以产品可以溶解于氢氧化钠溶液中。NaBH₄ 是还原剂与 KIO₃ 作氧化剂，二者反应的方程式为： $3NaBH_4 + 4KIO_3 = 3NaBO_2 + 4KI + 6H_2O$ 。

②由反应 $I_2 + 2Na_2S_2O_3 = 2NaI + Na_2S_4O_6$ 知，步骤 2 生成 I₂ 物质的量为：

$\frac{1}{2}n(Na_2S_2O_3) = \frac{1}{2} \times 0.2 mol/L \times 0.018 L = 1.8 \times 10^{-3} mol$ 。根据 $KIO_3 + 5KI + 3H_2SO_4 = 3K_2SO_4 + 3I_2 + 3H_2O$ 知，过量的 KIO₃ 物质的量为 $\frac{1}{3} \times 1.8 \times 10^{-3} mol = 6 \times 10^{-4} mol$ ，与 NaBH₄ 反应的 KIO₃ 物质的量为

$0.1 mol/L \times 0.03 L - 6 \times 10^{-4} mol = 2.4 \times 10^{-3} mol$ ，由 $3NaBH_4 \sim 4KIO_3$ 知，2.00mL 溶液中 NaBH₄ 物质的量为 $1.8 \times 10^{-3} mol$ ，

产品中 NaBH₄ 的纯度为 $\frac{1.8 \times 10^{-3} mol \times \frac{100 mL}{2.00 mL} \times 38 g/mol}{9.00 g} \times 100\% = 38\%$ 。

3. (25-26 高三下·湖南长沙·开学考试) 硼氢化钠(NaBH₄)是一种有机合成中常用试剂。实验室制备、提纯及分析 NaBH₄ 纯度的实验过程如下：

【答案】(1)恒压滴液漏斗或恒压分液漏斗

(2) $4NaH + B(OCH_3)_3 \xrightarrow{\Delta} NaBH_4 + 3CH_3ONa$

(3)蒸气温度与水温相差较大，容易导致冷凝管炸裂

(4)BC

(5)节约溶剂，可连续、重复、多次萃取，萃取效率高

(6) B D

(7) $\frac{19(6c_1V_1 - c_2V_2)}{4m}$ 偏低

【分析】首先向装置中通入氮气排净空气，然后升温使得熔化的 Na 快速分散到石蜡油中，再升温到 200℃，通入 H₂，充分反应后制得 NaH，然后升温到 240℃，通入 N₂，滴入硼酸三甲酯充分反应，降温后离心分离得到 NaBH₄ 和 CH₃ONa 的固体混合物。

【详解】(1) 仪器 a 的名称是恒压滴液漏斗。

(2) 240℃时 NaH 与 B(OCH₃)₃ 反应生成 NaBH₄ 和 CH₃ONa，化学方程式为 $4NaH + B(OCH_3)_3 \xrightarrow{\Delta} NaBH_4 + 3CH_3ONa$ 。

(3) 反应过程中温度高达 240℃，蒸气温度较高，为防止冷凝管内外温差大而炸裂，需使用空气冷凝管。

(4) 钠熔化后分散在石蜡油中，增大了钠与氢气反应的接触面积，加快反应速率，A 项正确；氢化钠也可以与水反应放出氢气，B 项不正确；实验 II 中，异丙胺蒸气沿导管 2 上升至球形冷凝管中，冷凝后滴入滤纸套筒 1 中，再经导管 3 返回烧瓶，从而实现连续萃取，C 项不正确；异丙胺与 NaBH₄ 的沸点不同，可通过蒸馏分离异丙胺和 NaBH₄ 并回收溶剂，D 项正确。

(5) 索氏提取法中溶剂可循环使用，不需要多次更换溶剂，因此节约溶剂，可连续、重复、多次萃取，萃取效率高。

(6) NaBH_4 在强碱环境下稳定, 遇酸剧烈反应, 因此溶解样品的 A 溶液为 NaOH 溶液, 选 B; 缓冲溶液 B 需要 $\text{pH}=5.0$, CH_3COOH 的 $\text{p}K_a=5$, 等物质的量 CH_3COOH 和 CH_3COONa 的缓冲液可以认为 $c(\text{CH}_3\text{COOH})=c(\text{CH}_3\text{COO}^-)$, 则

$$K_a(\text{CH}_3\text{COOH})=\frac{c(\text{H}^+)c(\text{CH}_3\text{COO}^-)}{c(\text{CH}_3\text{COOH})}=c(\text{H}^+)=1.0\times 10^{-5}, \text{pH}=\text{p}K_a=5, \text{NH}_3\cdot\text{H}_2\text{O} \text{ 的 } \text{p}K_b=5, \text{ 那 } \text{NH}_4\text{Cl} \text{ 和 } \text{NH}_3\cdot\text{H}_2\text{O} \text{ 1:1}$$

的话 $\text{pOH}=5$, $\text{pH}=9$, 不符合要求, 选 D。

(7) 反应为 $\text{I}_2+2\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3=2\text{NaI}+\text{Na}_2\text{S}_4\text{O}_6$, $n(\text{I}_2)=0.5n(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3)$, $5\text{I}^-+\text{IO}_3^-+6\text{H}^+=3\text{I}_2+3\text{H}_2\text{O}$, $n(\text{I}_2)=3n(\text{KIO}_3)_1$, $n(\text{KIO}_3)_1=\frac{1}{6}n(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3)=\frac{1}{6}c_2V_2\times 10^{-3}\text{mol}$, 则与 NaBH_4 反应的

$$n(\text{KIO}_3)=c_1V_1\times 10^{-3}\text{mol}-\frac{1}{6}c_2V_2\times 10^{-3}\text{mol}=\left(c_1V_1-\frac{1}{6}c_2V_2\right)\times 10^{-3}\text{mol}, \text{ 反应为 } 3\text{NaBH}_4+4\text{KIO}_3=3\text{NaBO}_2+4\text{KI}+6\text{H}_2\text{O},$$

$$n(\text{NaBH}_4)=\frac{3}{4}\times\left(c_1V_1-\frac{1}{6}c_2V_2\right)\times 10^{-3}\text{mol}, \text{ 样品中}$$

$$m(\text{NaBH}_4)=\frac{3}{4}\times\left(c_1V_1-\frac{1}{6}c_2V_2\right)\times 10^{-3}\text{mol}\times\frac{200\text{mL}}{20\text{mL}}\times 38\text{g/mol}=\frac{57\left(c_1V_1-\frac{1}{6}c_2V_2\right)}{200}\text{g}, \text{ 产品中 } \text{NaBH}_4 \text{ 的纯度为}$$

$$\frac{57\left(c_1V_1-\frac{1}{6}c_2V_2\right)}{2m}\times 100\%=\frac{19(6c_1V_1-c_2V_2)}{4m}\%, \text{ 故表达式为 } \frac{19(6c_1V_1-c_2V_2)}{4m}; \text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \text{ 能与酸反应, 滴入 } \text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \text{ 标准溶液}$$

时, 若长时间振荡, $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 标准溶液可被氧气氧化, 会使消耗 $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 溶液的体积增大, 导致所测剩余 $n(\text{KIO}_3)_1$ 偏大, 样品中 $n(\text{NaBH}_4)$ 和 $m(\text{NaBH}_4)$ 偏小, 使测定结果偏低。

4. (24-25 高二下·浙江温州·期末)

【答案】(1)除去装置中的空气和水蒸气

(2)球形冷凝管或冷凝管

(3)异丙胺、偏硼酸钠

(4)ACD

(5) fc dbh 60% 偏低

【分析】 NaBO_2 与 SiO_2 、 Na 、 H_2 在合成室中反应生成 NaBH_4 和 Na_2SiO_3 固体混合物, 加入异丙胺溶解 NaBH_4 , 通过过滤除去 Na_2SiO_3 , 滤液经过蒸馏除去异丙胺得到产品 NaBH_4 , NaBH_4 用做还原剂后产生的 NaBO_2 废弃物经过提纯后返回合成室。

【详解】(1) 反应物钠易与空气中的氧气和水蒸气反应, 不纯的氢气高温下容易爆炸, 故在“合成”反应加料之前, 需要通入氩气中除去装置中的空气和水蒸气, 故答案为除去装置中的空气和水蒸气。

(2) 由图可知, 仪器 a 为球形冷凝管或冷凝管, 故答案为球形冷凝管或冷凝管。

(3) 由分析可知, 流程中能循环利用的物质是异丙胺、偏硼酸钠, 故答案为异丙胺、偏硼酸钠。

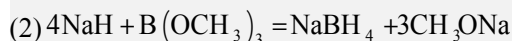
(4) A. 由分析知, “合成”步骤的主要化学方程式为: $\text{NaBO}_2+2\text{SiO}_2+4\text{Na}+2\text{H}_2\overset{\text{高温}}{\longrightarrow}\text{NaBH}_4+2\text{Na}_2\text{SiO}_3$, 故 A 正确;

- B. 异丙胺的沸点为 33℃ 且易燃，不可使用酒精灯加热，应用热水浴加热，故 B 错误；
- C. “蒸馏”的原理是利用物质的沸点差异进行分离，故 C 正确；
- D. 通 H₂ 前，将 Na 打散在石油醚中的目的是增大 Na 与 H₂ 的接触面积，加快反应速率，故 D 正确
- 故答案选 ACD。

- (5) ① 0.2000mol/L Na₂S₂O₃ 溶液显碱性，选用碱式滴定管，滴定操作的顺序为滴定管检漏 → 蒸馏水洗 → 0.2000mol/L Na₂S₂O₃ 润洗 → 加液 → 排气泡 → 调液面至“0”刻度或以下 → 开始滴定，故答案为 fc dbh。
- ② 由 I₂ + 2Na₂S₂O₃ = 2NaI + Na₂S₄O₆ 知，当 $n(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = 0.2000\text{mol/L} \times 18 \times 10^{-3}\text{L} = 3.6 \times 10^{-3}\text{mol}$ 时， $n(\text{I}_2) = 1.8 \times 10^{-3}\text{mol}$ ，再根据 $\text{IO}_3^- + 5\text{I}^- + 6\text{H}^+ = 3\text{I}_2 + 3\text{H}_2\text{O}$ 计算出 $n(\text{KIO}_3) = 6 \times 10^{-4}\text{mol}$ ，这是过量的 KIO₃，与 NaBH₄ 反应的 KIO₃ 的物质的量 = $30 \times 10^{-3}\text{L} \times 0.1000\text{mol/L} - 6 \times 10^{-4}\text{mol} = 2.4 \times 10^{-3}\text{mol}$ ，根据 $3\text{NaBH}_4 + 4\text{KIO}_3 = 3\text{NaBO}_2 + 4\text{KI} + 6\text{H}_2\text{O}$ 可以计算出 NaBH₄ 的物质的量为 $1.8 \times 10^{-3}\text{mol}$ ，则原样品中 NaBH₄ 的物质的量为 $1.8 \times 10^{-3}\text{mol} \times \frac{200}{2} = 0.018\text{mol}$ ，NaBH₄ 的纯度为
$$= \frac{0.018\text{mol} \times 38\text{g/mol}}{11.40\text{g}} \times 100\% = 60\%$$
，故答案为 60%。
- ③ Na₂S₂O₃ 还原性强，易被空气氧化，若长时间振荡会被空气氧化使 Na₂S₂O₃ 浓度变小，根据②的计算过程可知，从而测出过量的 KIO₃ 偏大，与 NaBH₄ 反应的 KIO₃ 偏小，导致测定结果偏低，故答案为偏低。

5. (24-25 高三下·浙江·阶段练习)

【答案】(1)恒压滴液漏斗



(3)B

(4)使用溶剂量少，可连续、重复萃取，萃取效率高

(5)fc dbh

(6)
$$\frac{19(6c_1V_1 - c_2V_2)}{4m}$$

【分析】制取 NaBH₄ 时，需先制得 NaH，再用 NaH 与 B(OCH₃)₃ 反应，生成 NaBH₄ 和 CH₃ONa。制取 NaH 时，为防止 Na 与空气中的 O₂ 反应，需先排除装置内的空气，通 N₂ 排尽装置内的空气，然后升温到 110℃ 左右，打开搅拌器快速搅拌，将融化的 Na 快速分散到石蜡油中；升温到 200℃，通入 H₂，充分反应后制得 NaH；升温到 240℃，向三颈瓶中滴入硼酸三甲酯，充分反应；降温后，离心分离得到 NaBH₄ 和 CH₃ONa 的固体混合物。

【详解】(1) 仪器 a 的名称是：恒压滴液漏斗。

(2) 由分析可知，NaH 与 B(OCH₃)₃ 反应，生成 NaBH₄ 和 CH₃ONa，依据质量守恒，可得出发生反应的化学方程式：

$$4\text{NaH} + \text{B}(\text{OCH}_3)_3 = \text{NaBH}_4 + 3\text{CH}_3\text{ONa}。$$

(3) A. Na 与石蜡油不反应，将 Na 分散到石蜡油中，可将 Na 的颗粒减小，从而增大 Na 与 H₂ 接触面积，加快反应速率，A 正确；

B. 在索氏提取器中, 装置乙中异丙胺蒸汽从蒸汽导管 2 中上升, 虹吸管 3 让萃取后的异丙胺溶液回流到烧瓶中, 以保证萃取过程的连续进行, B 不正确;

C. Na、H₂ 都能与氧气反应, Na、NaH、NaBH₄、CH₃ONa 都能与水剧烈反应, 所以装置甲应该处于无水、无氧的反应环境, C 正确;

D. 萃取完全后, NaBH₄ 和异丙胺一起流入圆底烧瓶中, 通过加热蒸馏可分离异丙胺和 NaBH₄, 并进行溶剂回收, D 正确;

故选 B。

(4) 与常规萃取相比, 索氏提取器溶剂用量少, 且可连续萃取, 则优点是: 使用溶剂量少, 可连续、重复萃取, 萃取效率高。

(5) 按照先后顺序, 本实验的滴定操作顺序为滴定管检漏→蒸馏水洗→f. 向碱式滴定管中加 3~5mL Na₂S₂O₃ 标准液→c. 倾斜转动滴定管, 使标准液润湿滴定管内壁, 将润洗液从下口排出→a→d. 赶出尖嘴部分气泡→b. 调整液面至“0”刻度或“0”刻度下方, 记录读数→h. 左手挤压玻璃珠, 右手振荡锥形瓶。故选 fc dbh。

(6) 样品中的 NaBH₄ 与 KIO₃ 发生反应: $3\text{NaBH}_4 + 4\text{KIO}_3 = 3\text{NaBO}_2 + 4\text{KI} + 6\text{H}_2\text{O}$, 过量的 KIO₃ 与 KI 在硫酸溶液中发生反应: $\text{KIO}_3 + 5\text{KI} + 3\text{H}_2\text{SO}_4 = 3\text{K}_2\text{SO}_4 + 3\text{I}_2 + 3\text{H}_2\text{O}$, 生成的 I₂ 用 Na₂S₂O₃ 滴定, 发生反应: $2\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 + \text{I}_2 = 2\text{NaI} + \text{Na}_2\text{S}_4\text{O}_6$ 。从而得出所取的 20mL 溶液中, 存在下列关系式: KIO₃——6Na₂S₂O₃, 则过量 KIO₃ 的物质的量为

$$\frac{1}{6} \times c_2 \text{mol/L} \times V_2 \times 10^{-3} \text{L} = \frac{1}{6} c_2 V_2 \times 10^{-3} \text{mol}; \text{NaBH}_4 \text{ 的物质的量为}$$

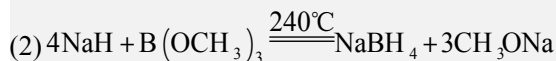
$$\frac{200\text{mL}}{20\text{mL}} \times \frac{3}{4} (c_1 V_1 \times 10^{-3} - \frac{1}{6} c_2 V_2 \times 10^{-3}) \text{mol} = \frac{1}{6} \times \frac{3}{4} (6c_1 V_1 - c_2 V_2) \times 10^{-2} \text{mol}, \text{ 产品中 NaBH}_4 \text{ 的纯度为}$$

$$\frac{\frac{1}{6} \times \frac{3}{4} (6c_1 V_1 - c_2 V_2) \times 10^{-2} \text{mol} \times 38 \text{g/mol}}{mg} \times 100\% = \frac{19(6c_1 V_1 - c_2 V_2)}{4m} \%。$$

【点睛】在 NaH 中, H 元素显-1 价, 具有强还原性, 能与水剧烈反应生成 NaOH 和 H₂。

6. (23-24 高三上·辽宁沈阳·月考)

【答案】(1)球形干燥管



(3)增大 Na 与 H₂ 的接触面积, 加快反应速率

(4)圆底烧瓶

(5)蒸馏

(6)NaOH

(7)76

【分析】装置中首先通入氮气排净空气, 然后升温使得融化的 Na 快速分散到石蜡油中, 再升温到 200℃, 通入 H₂, 充分反应后制得 NaH, 然后升温到 240℃, 持续搅拌下通入 N₂, 滴入硼酸三甲酯充分反应后, 降温后离心分离得到 NaBH₄ 和 CH₃ONa 的固体混合物。

【详解】(1) 由仪器的外观可知, A 为球形干燥管;

(2) 240℃时 NaH 与 B(OCH₃)₃ 反应生成 NaBH₄ 和 CH₃ONa, 化学方程式为 $4\text{NaH} + \text{B}(\text{OCH}_3)_3 \xrightarrow{240^\circ\text{C}} \text{NaBH}_4 + 3\text{CH}_3\text{ONa}$;

(3) 将 Na 分散到石蜡油中, 可以增大 Na 与 H₂ 的接触面积, 加快反应速率;

(4) 2 为蒸汽导管, 3 为虹吸管, 异丙胺受热蒸发, 蒸汽沿导管 2 上升至球形冷凝管, 冷凝后滴入滤纸套筒 1 中, 再经导管 3 返回烧瓶, 从而实现连续萃取, NaBH₄ 可溶于异丙胺, CH₃ONa 难溶于异丙胺, 所以 NaBH₄ 溶于异丙胺返回圆底烧瓶中, 即当萃取完全后, NaBH₄ 在圆底烧瓶中;

(5) 异丙胺沸点为 33℃, 溶解 NaBH₄ 形成溶液, 可用蒸馏操作分离异丙胺和 NaBH₄ 并回收溶剂异丙胺;

(6) NaBH₄ 在强碱环境下能稳定存在, 故 X 溶液为 NaOH 溶液;

(7) 过量 KIO₃ 转化为 I₂: $5\text{I}^- + \text{IO}_3^- + 6\text{H}^+ = 3\text{I}_2 + 3\text{H}_2\text{O}$, 碘单质被 0.2000mol/L Na₂S₂O₃ 标准溶液滴定:

$\text{I}_2 + 2\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 = 2\text{NaI} + \text{Na}_2\text{S}_4\text{O}_6$, , 则过量的 $n(\text{KIO}_3)_1 = \frac{1}{6} n(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = \frac{1}{6} \times 0.2000\text{mol/L} \times 18 \times 10^{-3}\text{L}$, 则与 NaBH₄ 反应的 KIO₃ 的物质的量为 $0.1000\text{mol/L} \times 30 \times 10^{-3}\text{L} - \frac{1}{6} \times 0.2000\text{mol/L} \times 18 \times 10^{-3}\text{L}$, 已知反应 $3\text{NaBH}_4 + 4\text{KIO}_3 = 3\text{NaBO}_2 + 4\text{KI} + 6\text{H}_2\text{O}$, 故产

品中 NaBH₄ 的纯度为 $\frac{\left(0.1000 \times 30 \times 10^{-3} \text{mol} - 0.2000 \times 18 \times 10^{-3} \text{mol} \times \frac{1}{6}\right) \times \frac{3}{4} \times \frac{200}{2} \times 38\text{g/mol}}{9.00\text{g}} \times 100\% = 76\%$ 。

7. (25-26 高二上·江苏无锡·期中)

【答案】(1) 冷凝管或球形冷凝管

(2) 节约萃取剂, 可连续萃取(萃取效率高)

(3) B

(4) 青蒿素分子中含有过氧键, 该结构受热易分解, 减压蒸馏可以降低蒸馏温度, 从而防止青蒿素分解失效

(5) 70.5%

(6) 双氢青蒿素引入了羟基, 能与水分子形成氢键, 水溶性更好

【分析】提取青蒿素时, 将青蒿粉末放入索氏提取器内, 加入乙醚萃取剂, 然后蒸馏。实验时烧瓶中溶剂受热蒸发, 蒸汽沿蒸汽导管 2 上升至装置 a, 冷凝后滴入滤纸套筒 1 中, 与青蒿粉末接触, 进行萃取, 萃取液液面达到虹吸管 3 顶端时, 经虹吸管 3 返回烧瓶, 从而实现对青蒿粉末的连续萃取。

【详解】(1) 装置 a 的名称为: 冷凝管或球形冷凝管。

(2) 青蒿粉末位于索氏提取器, 萃取剂位于圆底烧瓶中, 提取出来的青蒿素位于圆底烧瓶内, 与常规的萃取相比, 索氏提取可连续萃取, 从而提高萃取效率, 节省萃取剂, 故优点是: 节约萃取剂, 可连续萃取(萃取效率高)。

(3) A. 质谱仪用于测定相对分子质量, 不是官能团类别, A 不符合题意;

B. 红外光谱仪能确定分子中的官能团类别, B 符合题意;

C. 核磁共振氢谱用于测定有机物分子中氢原子的种类和数目, C 不符合题意;

D. X 射线衍射主要用于晶体结构研究等, 与官能团类别测定无关, D 不符合题意;

故选 B。

(4) 青蒿素的结构中含有过氧键, 热稳定性差, 则从物质结构角度考虑, 蒸馏提取液选用减压蒸馏装置的原因: 可以更好地降低蒸馏温度, 防止青蒿素失效。

(5) 青蒿素分子内含有 -O-O-，相当于 H_2O_2 ，氧化 I^- ，用 $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 还原 I^- ，发生反应 $\text{I}_2 + 2\text{S}_2\text{O}_3^{2-} = 2\text{I}^- + \text{S}_4\text{O}_6^{2-}$ ，由此可得出关系式：青蒿素— I_2 — $2\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ ， $n(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = 0.1\text{mol/L} \times 0.040\text{L} = 0.0040\text{mol}$ ，则 $n(\text{青蒿素}) = \frac{1}{2} \times 0.0040\text{mol} = 0.0020\text{mol}$ ，

则该产品中青蒿素的质量分数为 $\frac{0.0020\text{mol} \times 282\text{g/mol}}{8.0\text{g} \times \frac{25.00\text{mL}}{250\text{mL}}} \times 100\% = 70.5\%$ 。

(6) 与青蒿素相比，双氢青蒿素分子中引入了一个醇羟基(水溶性基团)，则疗效更好的原因可能为：双氢青蒿素引入了羟基，能与水分子形成氢键，水溶性更好。

【点睛】有机物分子中，羟基、醛基、羧基、氨基都是水溶性基团。

8. (24-25 高三下·黑龙江·阶段练习)

【答案】(1) sp^2 、 sp^3

(2) 增加固液接触面积，提取充分 球形冷凝管

(3) 使用溶剂少，可连续萃取(萃取效率高)

(4) 将黄连素转化为易溶于水的乙酸盐 过滤速度快，固液分离效果好

(5) 重结晶

(6) 加热促进黄连素盐酸盐水解，加入石灰乳促进黄连素盐酸盐水解生成黄连素

【分析】利用索氏提取将黄连粉末中的黄连素萃取出，得到含有黄连素的提取液，将提取液蒸馏浓缩，得到浓缩液，向浓缩液中加入乙酸，黄连素和乙酸反应得到易溶于水的黄连素的乙酸盐，趁热过滤后，向含有黄连素的乙酸盐的滤液中加入盐酸得到黄连素的盐酸盐。

【详解】(1) 黄连素的醛式结构中，碳原子形成双键或形成饱和碳原子，则碳的杂化方式为 sp^2 、 sp^3 ；

(2) 实验时需将黄连剪碎研细，可以增加固液接触面积，便于充分提取黄连素；由装置图可知，索氏提取装置中用于冷凝的仪器为球形冷凝管；

(3) 由题中索氏提取装置的原理可知，萃取液液面达到虹吸管 3 顶端时，会经虹吸管 3 返回烧瓶，则在萃取过程中，使用溶剂少，同时实现对黄连碎末的连续萃取，萃取效率较高，故与常规的萃取相比，采用索氏提取器的优点是：使用溶剂少，可连续萃取(萃取效率高)；

(4) 由分析可知，加入乙酸，黄连素和乙酸反应得到易溶于水的黄连素的乙酸盐；采用抽滤，过滤速度快，固液分离效果好；

(5) 向抽滤后的滤液中滴加浓盐酸，冷却后析出黄色晶体，可以利用重结晶的方法进一步提纯黄连素盐酸盐晶体；

(6) 将黄连素盐酸盐加热水至刚好溶解，加热促进黄连素盐酸盐水解；用石灰乳调节 pH 为 8.5~9.8，促进黄连素盐酸盐水解生成黄连素。

9. (24-25 高三下·全国·开学考试)

【答案】(1) 小于 异丙胺分子间能形成氢键(合理即可)

(2) sp^2 、 sp^3

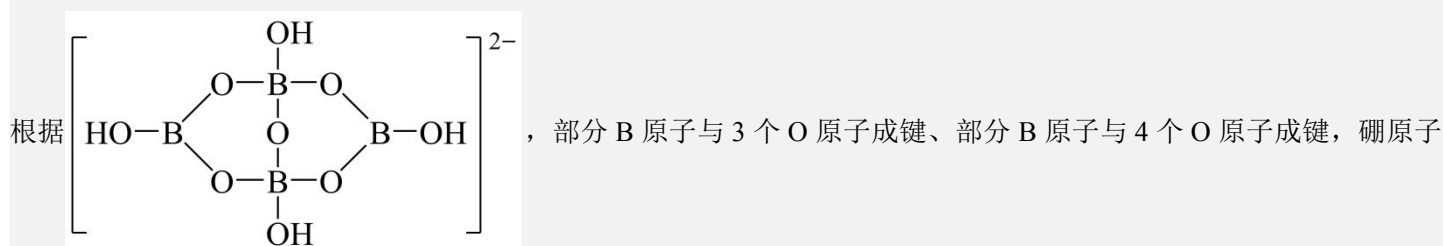
(3) 通入干燥的 N_2 (合理即可) $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 + 16\text{Na} + 8\text{H}_2 + 7\text{SiO}_2 \xrightarrow{\text{高温}} 4\text{NaBH}_4 + 7\text{Na}_2\text{SiO}_3$

(4) 作萃取剂 3

(5) pH 相同, 温度越高, 产生 H_2 速率越大; 温度相同, pH 升高, 产生 H_2 速率越小 (合理即可) 随着反应进行, pH 升高, 产生 H_2 速率减小, NaBH_4 不能完全反应 (合理即可)

【详解】(1) 异丙胺含有 $\text{N}-\text{H}$ 键, 异丙胺分子间能形成氢键, 而三甲胺分子中没有 $\text{N}-\text{H}$ 键, 分子间不能形成氢键, 分子间氢键的存在会使物质的沸点升高, 所以三甲胺的沸点小于异丙胺的沸点。

(2)



的杂化方式为 sp^2 、 sp^3 。

(3) 通入干燥氮气排除空气和水蒸气, 避免钠与水蒸气、空气反应。由题意可判断, 反应物有 $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7$ 、 Na 、 H_2 、 SiO_2 , 产物有 NaBH_4 、 Na_2SiO_3 , 配平可得 $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 + 16\text{Na} + 8\text{H}_2 + 7\text{SiO}_2 \xrightarrow{\text{高温}} 4\text{NaBH}_4 + 7\text{Na}_2\text{SiO}_3$ 。

(4) 索氏提取器中 2 为蒸汽导管, 3 为虹吸管, 异丙胺受热蒸发, 蒸汽沿导管 2 上升至球形冷凝管, 冷凝后滴入滤纸套筒 1 中, 再经导管 3 返回烧瓶, 从而实现连续萃取; NaBH_4 易溶于异丙胺, 所以萃取完全后, 经导管 3 返回圆底烧瓶中。

(5) 当 pH 一定时, 随着温度升高, NaBH_4 溶液的半衰期逐渐减小, 半衰期越小, 反应物浓度减少到一半所需时间越短, NaBH_4 与水反应的速率越快, 产生 H_2 速率越大, 当温度一定时, pH 越大, NaBH_4 溶液的半衰期越大, 半衰期越大, NaBH_4 与水的反应速率越慢, 产生 H_2 速率越小。

NaBH_4 和水反应: $\text{NaBH}_4 + 2\text{H}_2\text{O} = \text{NaBO}_2 + 4\text{H}_2 \uparrow$, NaBO_2 是弱酸强碱盐, 其水溶液呈碱性, 随着反应进行, 碱性增强, 溶液的 pH 增大, 根据①中得出的规律, NaBH_4 和 H_2O 反应产生 H_2 的速率减慢, 反应未完全进行, 所以实际产生的 H_2 量低于理论产量。

10. (23-24 高三上·甘肃·期末)

【答案】(1) 三颈烧瓶 三颈烧瓶和漏斗中的气体相通, 压强相等

(2) 作反应的溶剂 温差大

(3) 未接干燥管 无氢气处理装置

(4) $\text{NaBO}_2 + 2\text{SiO}_2 + 4\text{Na} + 2\text{H}_2 = \text{NaBH}_4 + 2\text{Na}_2\text{SiO}_3$

(5) sp^2 sp^3 正四面体形

(6) 2 3 索氏提取器

(7) $8Au^{3+} + 3BH_4^- + 24OH^- = 8Au + 3BO_2^- + 18H_2O$ $\frac{3 \times 38b}{8 \times 197m} \times 100\%$

【分析】装置中首先通入氩气排净空气，然后升温使得融化的 Na 快速分散到石蜡油中，再升温到 200°C ，通入 H_2 ，充分反应后制得 NaH，然后升温到 240°C ，持续搅拌下通入 N_2 ，滴入硼酸三甲酯充分反应后，降温后离心分离得到 $NaBH_4$ 和 CH_3ONa 的固体混合物。

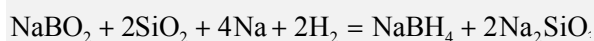
【详解】(1)

仪器 c 的名称是三颈烧瓶；仪器 a 中的液体能顺利流下，原因是三颈烧瓶和漏斗中的气体相通，压强相等；

(2) 将 Na 分散到石蜡油中，作反应的溶剂，可以增大 Na 与 H_2 的接触面积，加快反应速率；蒸馏物沸点过高时避免冷凝管通水冷却导致玻璃温差过大而炸裂；

(3) ①未接干燥管，NaH 与 $NaBH_4$ 都能与水反应；②无氢气尾气处理装置，氢气易燃易爆；

(4) $NaBO_2$ 、 SiO_2 、Na 和 H_2 反应，也可以制备 $NaBH_4$ ，Na 化合价升高， H_2 化合价降低，其化学方程式为：



(5) $B(OCH_3)_3$ 中 B 形成 3 个 σ 键且无孤电子对，O 形成 2 个 σ 键且有 2 对孤电子对，B、O 的杂化方式分别为 sp^2 、 sp^3 ；

BH_4^- 中 B 的价层电子对数为 $4 + \frac{3+1-1 \times 4}{2} = 4$ ，无孤电子对，故 BH_4^- 的空间结构为正四面体形；

(6) 由装置结构可知，烧瓶中异丙胺受热蒸发，蒸汽沿导管 2 蒸汽导管上升至球形冷凝管，冷凝后滴入滤纸套筒 1 中，再经导管 3 虹吸管返回烧瓶，从而实现连续萃取。 $NaBH_4$ 可溶于异丙胺、而 CH_3ONa 难溶于异丙胺，故当萃取完全后， $NaBH_4$ 随异丙胺进入在圆底烧中， CH_3ONa 在索氏提取器中；

(7) $NaBH_4$ 与 Au^{3+} 发生氧化还原反应生成 $NaBO_2$ 和 Au，反应前后 B 的化合价不变，H 元素化合价由 -1 价变为 0 价， Au^{3+} 由 +3 价变为 0 价，结合转移电子守恒则离子方程式为： $8Au^{3+} + 3BH_4^- + 24OH^- = 8Au + 3BO_2^- + 18H_2O$ ；

$n(NaBH_4) = \frac{3}{8} \times \frac{bg}{197g/mol} = \frac{3b}{8 \times 197} \text{ mol} \Rightarrow m(NaBH_4) = \frac{3b}{8 \times 197} \times 38g/mol = \frac{3 \times 38b}{8 \times 197}$ ， $NaBH_4$ 的纯度为 $\frac{3 \times 38b}{8 \times 197m} \times 100\%$ 。