

押新高考卷第 16 题

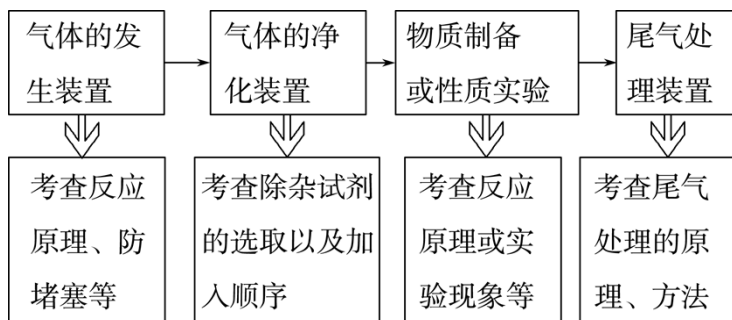
化学实验综合题

命题探究

化学实验综合题是高考试题必考题型。命题类型有无机物的制备与性质探究，定量测定实验探究，有机物的制备、分离与提纯探究等。此类试题难度往往较大。主要以化学实验基础知识、元素及其化合物性质为载体，考查实验仪器的使用、实验基本操作、物质的分离提纯和检验方法、实验方案的设计与评价、实验条件的控制、实验数据的分析处理等。

一、无机物的制备及性质探究

无机物的制备及性质综合题是高考化学实验的命题重点，高考试题大多以无机物的制备及性质为载体，常以实验装置图的形式给出实验的流程，其实验流程与考查内容主要包括：



二、有机物的制备实验综合

“有机实验”在高考中频频出现，主要涉及有机物的制备和有机物官能团性质的实验探究等。常常考查蒸馏和分液操作、反应条件的控制、产率的计算等问题。

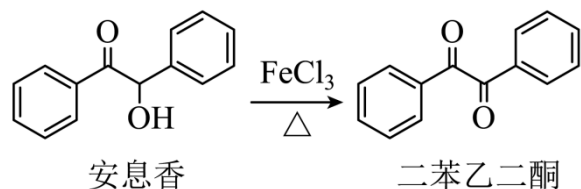
三、定量测定实验综合

该题型主要将化学实验与化学计量有机的结合在一起，考查测定物质成分的纯度、产品的产率计算、热重曲线分析等。涉及的高中教材实验主要有：（1）一定物质的量浓度溶液的配制及误差分析；（2）酸碱中和滴定及滴定曲线的分析、拓展的氧化还原滴定法、沉淀滴定法、络合滴定法等。（3）中和热的测定；（4）硫酸铜晶体结晶水含量的测定；（5）盐的溶解度的测定。需特别关注氧化还原滴定的计算及误差分析及热重曲线的分析方法。

真题回顾

考向一 以物质的制备为主的综合实验

1. (2023·新课标卷) 实验室由安息香制备二苯乙二酮的反应式如下:

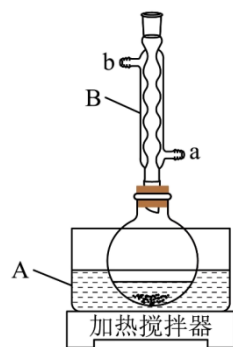


相关信息列表如下:

物质	性状	熔点/°C	沸点/°C	溶解性
安息香	白色固体	133	344	难溶于冷水 溶于热水、乙醇、乙酸
二苯乙二酮	淡黄色固体	95	347	不溶于水 溶于乙醇、苯、乙酸
冰乙酸	无色液体	17	118	与水、乙醇互溶

装置示意图如下图所示, 实验步骤为:

- ①在圆底烧瓶中加入10mL冰乙酸、5mL水及9.0g $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$, 边搅拌边加热, 至固体全部溶解。
- ②停止加热, 待沸腾平息后加入2.0g安息香, 加热回流45~60min。
- ③加入50mL水, 煮沸后冷却, 有黄色固体析出。
- ④过滤, 并用冷水洗涤固体3次, 得到粗品。
- ⑤粗品用75%的乙醇重结晶, 干燥后得淡黄色结晶1.6g。



回答下列问题:

- (1) 仪器A中应加入_____ (填“水”或“油”)作为热传导介质。
- (2) 仪器B的名称是_____; 冷却水应从_____ (填“a”或“b”)口通入。
- (3) 实验步骤②中, 安息香必须待沸腾平息后方可加入, 其主要目的是_____。

(4) 在本实验中, FeCl_3 为氧化剂且过量, 其还原产物为_____ ; 某同学尝试改进本实验: 采用催化量的 FeCl_3 并通入空气制备二苯乙二酮。该方案是否可行_____ ? 简述判断理由_____。

(5) 本实验步骤①~③在乙酸体系中进行, 乙酸除作溶剂外, 另一主要作用是防止_____。

(6) 若粗品中混有少量未氧化的安息香, 可用少量_____洗涤的方法除去(填标号)。若要得到更高纯度的产品, 可用重结晶的方法进一步提纯。

a. 热水 b. 乙酸 c. 冷水 d. 乙醇

(7) 本实验的产率最接近于_____ (填标号)。

a. 85% b. 80% c. 75% d. 70%

【答案】(1) 油

(2) 球形冷凝管 a

(3) 防暴沸

(4) FeCl_2 可行 空气可以将还原产物 FeCl_2 又氧化为 FeCl_3 , FeCl_3 可循环参与反应

(5) 抑制氯化铁水解

(6) a

(7) b

【分析】在圆底烧瓶中加入 10 mL 冰乙酸, 5mL 水, 及 $9.0\text{gFeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$, 加热至固体全部溶解, 停止加热, 待沸腾平息后加入 2.0g 安息香, 加热回流 45-60min, 反应结束后加入 50mL 水, 煮沸后冷却, 析出黄色固体, 即为二苯乙二酮, 过滤, 用冷水洗涤固体三次, 得到粗品, 再用 75%乙醇重结晶, 干燥后得到产品 1.6g, 据此解答。

【解析】(1) 该实验需要加热使冰乙酸沸腾, 冰乙酸的沸点超过了 100°C , 应选择油浴加热, 所以仪器 A 中应加入油作为热传导介质, 故答案为: 油;

(2) 根据仪器的结构特征可知, B 为球形冷凝管, 为了充分冷却, 冷却水应从 a 口进, b 口出, 故答案为: 球形冷凝管; a;

(3) 步骤②中, 若沸腾时加入安息香, 会暴沸, 所以需要沸腾平息后加入, 故答案为: 防暴沸;

(4) FeCl_3 为氧化剂, 则铁的化合价降低, 还原产物为 FeCl_2 , 若采用催化量的 FeCl_3 并通入空气制备二苯乙二酮, 空气可以将还原产物 FeCl_2 又氧化为 FeCl_3 , FeCl_3 可循环参与反应, 故答案为: FeCl_2 ; 可行; 空气可以将还原产物 FeCl_2 又氧化为 FeCl_3 , FeCl_3 可循环参与反应;

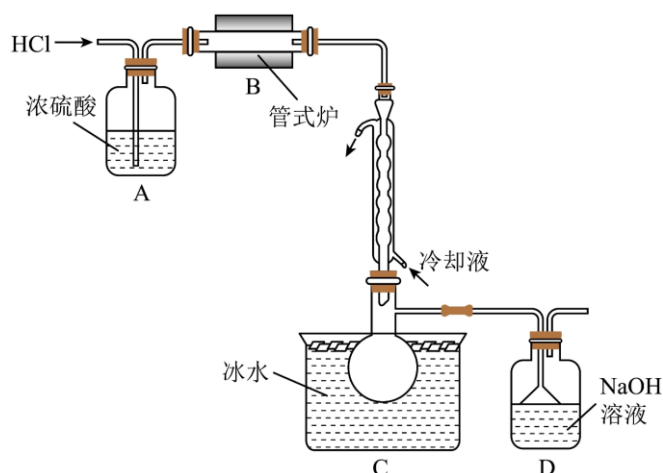
(5) 氯化铁易水解, 所以步骤①~③中, 乙酸除做溶剂外, 另一主要作用是抑制氯化铁水解;

(6) 根据安息香和二苯乙二酮的溶解特征, 安息香溶于热水, 二苯乙二酮不溶于水, 所以可以采用热水洗涤粗品除去安息香, 故答案为: a;

(7) 2.0g 安息香 ($\text{C}_{14}\text{H}_{12}\text{O}_2$) 的物质的量约为 0.0094mol, 理论上可产生二苯乙二酮 ($\text{C}_{14}\text{H}_{10}\text{O}_2$) 的物质的量约为 0.0094mol, 质量约为 1.98g, 产率为 $\frac{1.6\text{g}}{1.98\text{g}} \times 100\% = 80.8\%$, 最接近 80%, 故答案为: b。

2. (2023·山东卷) 三氯甲硅烷(SiHCl_3)是制取高纯硅的重要原料, 常温下为无色液体, 沸点为 31.8°C

，熔点为 -126.5°C ，易水解。实验室根据反应 $\text{Si} + 3\text{HCl} \xrightarrow{\Delta} \text{SiHCl}_3 + \text{H}_2$ ，利用如下装置制备 SiHCl_3 粗品(加热及夹持装置略)。回答下列问题：

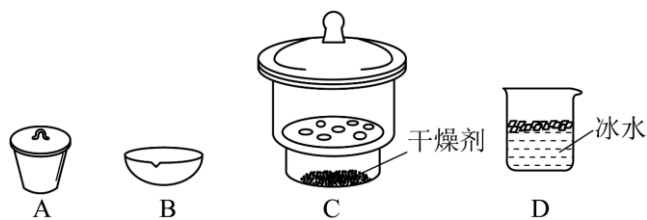


(1) 制备 SiHCl_3 时进行操作：(i).....；(ii)将盛有硅粉的瓷舟置于管式炉中；(iii)通入 HCl ，一段时间后接通冷凝装置，加热开始反应。操作(i)为_____；判断制备反应结束的实验现象是_____。图示装置存在的两处缺陷是_____。

(2) 已知电负性 $\text{Cl} > \text{H} > \text{Si}$ ， SiHCl_3 在浓 NaOH 溶液中发生反应的化学方程式为_____。

(3) 采用如下方法测定溶有少量 HCl 的 SiHCl_3 纯度。

$m_1\text{g}$ 样品经水解、干燥等预处理过程得硅酸水合物后，进行如下实验操作：①_____，②_____ (填操作名称)，③称量等操作，测得所得固体氧化物质量为 $m_2\text{g}$ ，从下列仪器中选出①、②中需使用的仪器，依次为_____ (填标号)。测得样品纯度为_____ (用含 m_1 、 m_2 的代数式表示)。



【答案】 (1) 检查装置气密性 当管式炉中没有固体剩余时 C、D之间没有干燥装置，没有处理氢气的装置

(2) $\text{SiHCl}_3 + 5\text{NaOH} = \text{Na}_2\text{SiO}_3 + 3\text{NaCl} + \text{H}_2\uparrow + 2\text{H}_2\text{O}$

(3) 高温灼烧 冷却 AC $\frac{135.5m_2}{60m_1} \times 100\%$

【分析】氯化氢气体通入浓硫酸干燥后，在管式炉中和硅在高温下反应，生成三氯甲硅烷和氢气，由于三氯甲硅烷沸点为 31.8°C ，熔点为 -126.5°C ，在球形冷凝管中可冷却成液态，在装置C中收集起来，氢气则通过D装置排出同时D可处理多余吸收的氯化氢气体，据此解答。

【解析】 (1) 制备 SiHCl_3 时，由于氯化氢、 SiHCl_3

和氢气都是气体，所以组装好装置后，要先检查装置气密性，然后将盛有硅粉的瓷舟置于管式炉中，通入氯化氢气体，排出装置中的空气，一段时间后，接通冷凝装置，加热开始反应，当管式炉中没有固体剩余时，即硅粉完全反应， SiHCl_3 易水解，所以需要在 C、D 之间加一个干燥装置，防止 D 中的水蒸气进入装置 C 中，另外氢氧化钠溶液不能吸收氢气，需要在 D 后面加处理氢气的装置，故答案为：检查装置气密性；当管式炉中没有固体剩余时；C、D 之间没有干燥装置，没有处理氢气的装置；

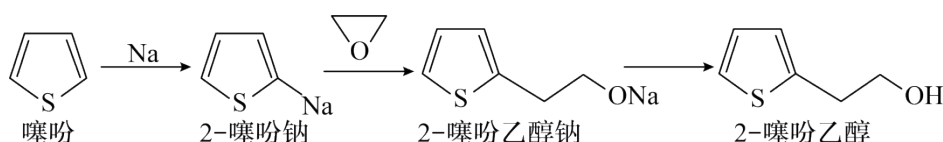
(2) 已知电负性 $\text{Cl} > \text{H} > \text{Si}$ ，则 SiHCl_3 中氯元素的化合价为 -1，H 元素的化合价为 -1，硅元素化合价为 +4，所以氢氧化钠溶液和 SiHCl_3 反应时，要发生氧化还原反应，得到氯化钠、硅酸钠和氢气，化学方程式为：

$\text{SiHCl}_3 + 5\text{NaOH} = \text{Na}_2\text{SiO}_3 + 3\text{NaCl} + \text{H}_2\uparrow + 2\text{H}_2\text{O}$ ，故答案为： $\text{SiHCl}_3 + 5\text{NaOH} = \text{Na}_2\text{SiO}_3 + 3\text{NaCl} + \text{H}_2\uparrow + 2\text{H}_2\text{O}$ ；

(3) $m_1\text{g}$ 样品经水解，干燥等预处理过程得到硅酸水合物后，高温灼烧，在干燥器中冷却后，称量，所用仪器包括坩埚和干燥器，所得固体氧化物为二氧化硅，质量为 $m_2\text{g}$ ，则二氧化硅的物质的量为 $n(\text{SiO}_2) = \frac{m_2}{60}\text{mol}$ ，

样品纯度为 $\frac{\frac{m_2}{60} \times (28 + 1 + 35.5 \times 3)}{m_1} \times 100\% = \frac{135.5m_2}{60m_1} \times 100\%$ ，故答案为：高温灼烧 冷却 AC； $\frac{135.5m_2}{60m_1} \times 100\%$ 。

3. (2023·辽宁卷) 2-噻吩乙醇 ($M_r = 128$) 是抗血栓药物氯吡格雷的重要中间体，其制备方法如下：



I. 制钠砂。向烧瓶中加入 300mL 液体 A 和 4.60g 金属钠，加热至钠熔化后，盖紧塞子，振荡至大量微小钠珠出现。

II. 制噻吩钠。降温至 10°C ，加入 25mL 噻吩，反应至钠砂消失。

III. 制噻吩乙醇钠。降温至 -10°C ，加入稍过量的环氧乙烷的四氢呋喃溶液，反应 30min。

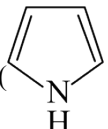
IV. 水解。恢复室温，加入 70mL 水，搅拌 30min；加盐酸调 pH 至 4~6，继续反应 2h，分液；用水洗涤有机相，二次分液。

V. 分离。向有机相中加入无水 MgSO_4 ，静置，过滤，对滤液进行蒸馏，蒸出四氢呋喃、噻吩和液体 A 后，得到产品 17.92g。

回答下列问题：

(1) 步骤 I 中液体 A 可以选择_____。

a. 乙醇 b. 水 c. 甲苯 d. 液氨

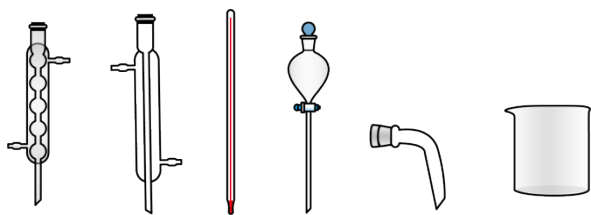
(2) 噻吩沸点低于吡咯() 的原因是_____。

(3) 步骤 II 的化学方程式为_____。

(4) 步骤 III 中反应放热，为防止温度过高引发副反应，加入环氧乙烷溶液的方法是_____。

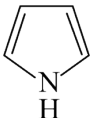
(5) 步骤 IV 中用盐酸调节 pH 的目的是_____。

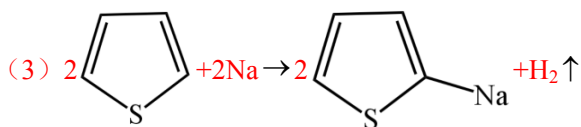
(6) 下列仪器在步骤Ⅴ中无需使用的是_____ (填名称)；无水 MgSO_4 的作用为_____。



(7)产品的产率为_____ (用 Na 计算, 精确至 0.1%)。

【答案】 (1) c

(2)  中含有 N 原子, 可以形成分子间氢键, 氢键可以使熔沸点升高



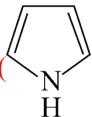
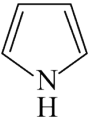
(4) 将环氧乙烷溶液沿烧杯壁缓缓加入, 此过程中不断用玻璃棒进行搅拌来散热

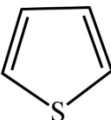
(5) 将 NaOH 中和, 使平衡正向移动, 增大反应物的转化率

(6) 球形冷凝管和分液漏斗 除去水

(7)70.0%

【解析】 (1) 步骤 I 制钠砂过程中, 液体 A 不能和 Na 反应, 而乙醇、水和液氨都能和金属 Na 反应, 故选 c。

(2) 噻吩沸点低于吡咯()的原因是  中含有 N 原子, 可以形成分子间氢键, 氢键可以使熔沸点升高。

(3) 步骤 II 中  和 Na 反应生成 2-噻吩钠和 H_2 , 化学方程式为: $2 \text{ 噻吩 } + 2\text{Na} \rightarrow 2 \text{ 2-噻吩钠 } + \text{H}_2 \uparrow$ 。

(4) 步骤 III 中反应放热, 为防止温度过高引发副反应, 加入环氧乙烷溶液的方法是: 将环氧乙烷溶液沿烧杯壁缓缓加入, 此过程中不断用玻璃棒进行搅拌来散热。

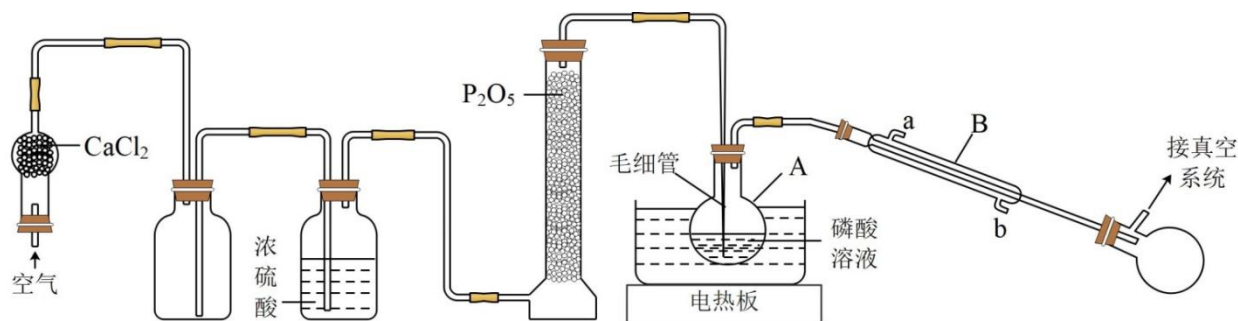
(5) 2-噻吩乙醇钠水解生成 2-噻吩乙醇的过程中有 NaOH 生成, 用盐酸调节 pH 的目的是将 NaOH 中和, 使平衡正向移动, 增大反应物的转化率。

(6) 步骤 V 中的操作有过滤、蒸馏, 蒸馏的过程中需要直形冷凝管不能用球形冷凝管, 无需使用的是球形冷凝管和分液漏斗; 向有机相中加入无水 MgSO_4 的作用是: 除去水。

(7) 步骤 I 中向烧瓶中加入 300mL 液体 A 和 4.60g 金属钠, Na 的物质的量为 $\frac{4.60\text{g}}{23\text{g/mol}} = 0.2\text{mol}$, 步骤 II 中 Na 完全反应, 根据方程式可知, 理论上可以生成 0.2mol 2-噻吩乙醇, 产品的产率为 $\frac{17.92\text{g}}{0.2\text{mol} \times 128\text{g/mol}} \times 100\%$

=70.0%。

4. (2022·湖北卷) 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_____。

【答案】(1) 圆底烧瓶 b

(2) 干燥气体

(3) 溶液沿毛细管上升

(4) 使溶液受热均匀

(5) 磷酸晶体

(6) C

(7) 磷酸可与水分子间形成氢键

【解析】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。

(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进行搅拌，使受热均匀，同时还具有加速水逸出和防止溶液沿毛细管上升的作用。

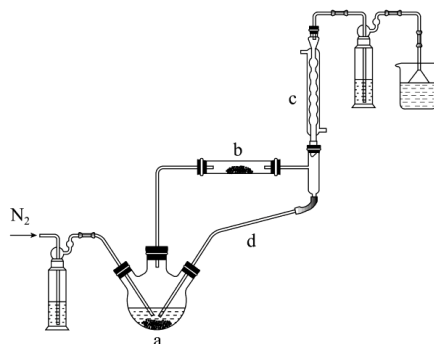
(4) 升高温度能提高除水速度，而纯磷酸制备过程中要严格控制温度，水浴加热可以避免直接加热造成的过度剧烈与温度的不可控性，使溶液受热均匀。

(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°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，纯磷酸的熔点为 42°C ，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 $42\sim 100^{\circ}\text{C}$ ，答案选 C。

(7) 磷酸的结构式为 $\text{HO}-\overset{\text{O}}{\underset{\text{OH}}{\underset{|}{\text{P}}}}-\text{OH}$ ，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。

5. (2022·山东卷) 实验室利用 $\text{FeCl}_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ 和亚硫酰氯(SOCl_2)制备无水 FeCl_2 的装置如图所示(加热及夹持装置略)。已知 SOCl_2 沸点为 76°C ，遇水极易反应生成两种酸性气体。回答下列问题：



(1) 实验开始先通 N_2 。一段时间后，先加热装置_____ (填“a”或“b”)。装置 b 内发生反应的化学方程式为_____。装置 c、d 共同起到的作用是_____。

(2) 现有含少量杂质的 $\text{FeCl}_2 \cdot n\text{H}_2\text{O}$ ，为测定 n 值进行如下实验：

实验 I：称取 $m_1\text{g}$ 样品，用足量稀硫酸溶解后，用 $c\text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ 标准溶液滴定 Fe^{2+} 达终点时消耗 $V\text{mL}$ (滴定过程中 $\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-}$ 转化为 Cr^{3+} ， Cl^- 不反应)。

实验 II：另取 $m_1\text{g}$ 样品，利用上述装置与足量 SOCl_2 反应后，固体质量为 $m_2\text{g}$ 。

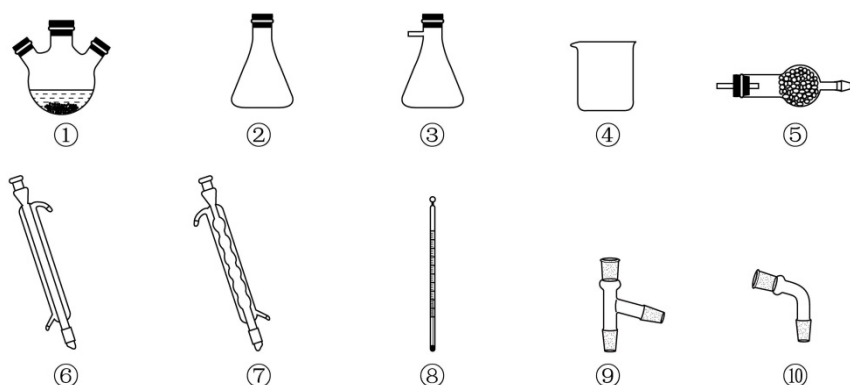
则 $n=$ _____；下列情况会导致 n 测量值偏小的是_____ (填标号)。

- A. 样品中含少量 FeO 杂质
- B. 样品与 SOCl_2 反应时失水不充分
- C. 实验 I 中，称重后样品发生了潮解
- D. 滴定达终点时发现滴定管尖嘴内有气泡生成

(3) 用上述装置、根据反应 $\text{TiO}_2 + \text{CCl}_4 \xrightarrow{\text{TiCl}_4} \text{TiCl}_4 + \text{CO}_2$ 制备 TiCl_4 。已知 TiCl_4 与 CCl_4 分子结构相似，与 CCl_4

互溶，但极易水解。选择合适仪器并组装蒸馏装置对 TiCl_4 、 CCl_4

混合物进行蒸馏提纯(加热及夹持装置略), 安装顺序为①⑨⑧_____ (填序号), 先馏出的物质为_____。



【答案】(1) a $\text{FeCl}_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O} + 4\text{SOCl}_2(\text{g}) \xrightarrow{\Delta} \text{FeCl}_2 + 4\text{SO}_2 + 8\text{HCl}$ 冷凝回流 SOCl_2

(2) $\frac{1000(m_1 - m_2)}{108cV}$ AB

(3) ⑥⑩③⑤ CCl_4

【解析】 SOCl_2 与 H_2O 反应生成两种酸性气体, $\text{FeCl}_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ 与 SOCl_2 制备无水 FeCl_2 的反应原理为: SOCl_2 吸收 $\text{FeCl}_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ 受热失去的结晶水生成 SO_2 和 HCl , HCl 可抑制 FeCl_2 的水解, 从而制得无水 FeCl_2 。

(1) 实验开始时先通 N_2 , 排尽装置中的空气, 一段时间后, 先加热装置 a, 产生 SOCl_2 气体充满 b 装置后再加热 b 装置, 装置 b 中发生反应的化学方程式为 $\text{FeCl}_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O} + 4\text{SOCl}_2(\text{g}) \xrightarrow{\Delta} \text{FeCl}_2 + 4\text{SO}_2 + 8\text{HCl}$; 装置 c、d

的共同作用是冷凝回流 SOCl_2 ; 答案为: a; $\text{FeCl}_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O} + 4\text{SOCl}_2(\text{g}) \xrightarrow{\Delta} \text{FeCl}_2 + 4\text{SO}_2 + 8\text{HCl}$; 冷凝回流 SOCl_2 。

(2) 滴定过程中 $\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-}$ 将 Fe^{2+} 氧化成 Fe^{3+} , 自身被还原成 Cr^{3+} , 反应的离子方程式为 $6\text{Fe}^{2+} + \text{Cr}_2\text{O}_7^{2-} + 14\text{H}^+ = 6\text{Fe}^{3+} + 2\text{Cr}^{3+} + 7\text{H}_2\text{O}$, 则 $m_1\text{g}$ 样品中 $n(\text{FeCl}_2) = 6n(\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-}) = 6cV \times 10^{-3}\text{mol}$; $m_1\text{g}$ 样品中结晶水的质量为 $(m_1 - m_2)\text{g}$, 结晶水物质的量为 $\frac{m_1 - m_2}{18}\text{mol}$, $n(\text{FeCl}_2) : n(\text{H}_2\text{O}) = 1 : n = (6cV \times 10^{-3}\text{mol}) : \frac{m_1 - m_2}{18}\text{mol}$, 解得 $n =$

$$\frac{1000(m_1 - m_2)}{108cV};$$

A. 样品中含少量 FeO 杂质, 溶于稀硫酸后生成 Fe^{2+} , 导致消耗的 $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ 溶液的体积 V 偏大, 使 n 的测量值偏小, A 项选;

B. 样品与 SOCl_2 反应时失水不充分, 则 m_2 偏大, 使 n 的测量值偏小, B 项选;

C. 实验 I 称重后, 样品发生了潮解, 样品的质量不变, 消耗的 $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ 溶液的体积 V 不变, 使 n 的测量值不变, C 项不选;

D. 滴定达到终点时发现滴定管尖嘴内有气泡生成, 导致消耗的 $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ 溶液的体积 V 偏小, 使 n 的测量值偏大, D 项不选;

答案选 AB。

(3) 组装蒸馏装置对 TiCl_4 、 CCl_4

混合物进行蒸馏提纯，按由下而上、从左到右的顺序组装，安装顺序为①⑨⑧，然后连接冷凝管，蒸馏装置中应选择直形冷凝管⑥、不选用球形冷凝管⑦，接着连接尾接管⑩，TiCl₄ 极易水解，为防止外界水蒸气进入，最后连接③⑤，安装顺序为①⑨⑧⑥⑩③⑤；由于 TiCl₄、CCl₄ 分子结构相似，TiCl₄ 的相对分子质量大于 CCl₄，TiCl₄ 分子间的范德华力较大，TiCl₄ 的沸点高于 CCl₄，故先蒸出的物质为 CCl₄；答案为：⑥⑩③⑤；CCl₄。

考向二 物质性质和反应原理的实验探究

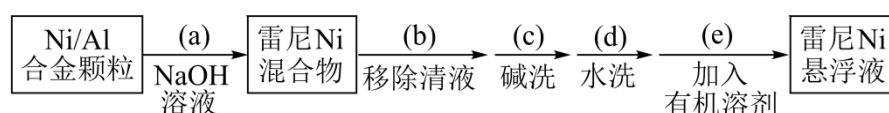
6. (2023·湖南卷) 金属 Ni 对 H₂ 有强吸附作用，被广泛用于硝基或羰基等不饱和基团的催化氢化反应，将块状 Ni 转化成多孔型雷尼 Ni 后，其催化活性显著提高。

已知：①雷尼 Ni 暴露在空气中可以自燃，在制备和使用时，需用水或有机溶剂保持其表面“湿润”；

②邻硝基苯胺在极性有机溶剂中更有利于反应的进行。

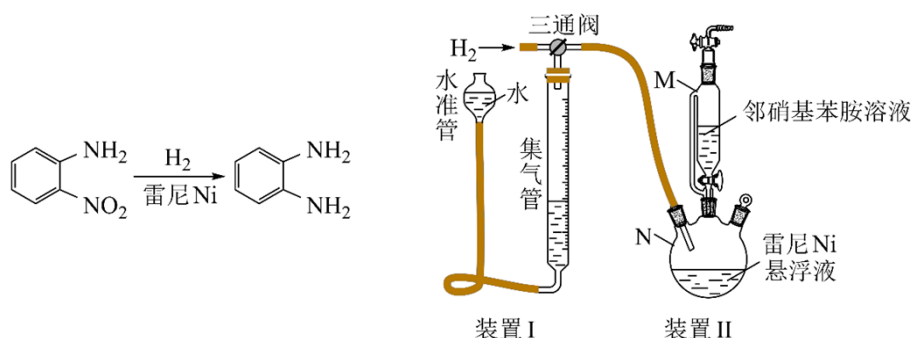
某实验小组制备雷尼 Ni 并探究其催化氢化性能的实验如下：

步骤 1：雷尼 Ni 的制备



步骤 2：邻硝基苯胺的催化氢化反应

反应的原理和实验装置图如下(夹持装置和搅拌装置略)。装置 I 用于储存 H₂ 和监测反应过程。



回答下列问题：

(1) 操作(a)中，反应的离子方程式是_____；

(2) 操作(d)中，判断雷尼 Ni 被水洗净的方法是_____；

(3) 操作(e)中，下列溶剂中最有利于步骤 2 中氢化反应的是_____；

A. 丙酮 B. 四氯化碳 C. 乙醇 D. 正己烷

(4) 向集气管中充入 H₂ 时，三通阀的孔路位置如下图所示；发生氢化反应时，集气管向装置 II 供气，此时孔路位置需调节为_____；

向集气管中冲入H₂



集气管向装置II供气



A



B



C



D

- (5) 仪器 M 的名称是_____；
- (6) 反应前应向装置 II 中通入 N_2 一段时间，目的是_____；
- (7) 如果将三颈瓶 N 中的导气管口插入液面以下，可能导致的后果是_____；
- (8) 判断氢化反应完全的现象是_____。

【答案】(1) $2Al+2OH^-+2H_2O=2AlO_2^-+3H_2\uparrow$

(2) 取最后一次洗涤液于试管中，滴加几滴酚酞，如果溶液不变粉红色，则证明洗涤干净，否则没有洗涤干净

(3) C

(4) C

(5) 恒压滴液漏斗

(6) 排除装置中的空气，防止雷尼 Ni 自燃

(7) 管道中气流不稳，不利于监测反应过程

(8) 集气管中液面不再改变

【分析】本题一道工业流程兼实验的综合题，首先用氢氧化钠溶液溶解镍铝合金中的铝，过滤后先后用碱和水来洗涤固体镍，随后加入有机溶剂制得雷尼镍悬浮液，用于步骤 2 中邻硝基苯胺的催化氢化，以此解题。

【解析】(1) 铝可以和氢氧化钠反应生成偏铝酸钠和氢气，离子方程式为： $2Al+2OH^-+2H_2O=2AlO_2^-+3H_2\uparrow$ ；

(2) 由于水洗之前是用碱洗，此时溶液显碱性，故可以用酸碱指示剂来判断是否洗净，具体方法为，取最后一次洗涤液于试管中，滴加几滴酚酞，如果溶液不变粉红色，则证明洗涤干净，否则没有洗涤干净；

(3) 根据题给信息可知，邻硝基苯胺在极性有机溶剂中更有利于反应的进行，在丙酮，四氯化碳，乙醇，正己烷中极性较强的为乙醇，故选 C；

(4) 向集气管中充入 H_2 时，氢气从左侧进入，向下进入集气管，则当由集气管向装置 II 供气，此时孔路位置需调节为气体由下方的集气管，向右进入装置 II，故选 C；

(5) 由图可知，仪器 M 的名称是恒压滴液漏斗；

(6) 根据题给信息可知，雷尼 Ni 暴露在空气中可以自燃，故反应前向装置 II 中通入 N_2 一段时间，目的是排除装置中的空气，防止雷尼 Ni 自燃；

(7) 如果将三颈瓶 N 中的导气管口插入液面以下，则会在三颈瓶中产生气泡，从而导致管道中气流不稳，不利于监测反应过程；

(8) 反应完成后，氢气不再被消耗，则集气管中液面不再改变。

7. (2023·北京卷) 资料显示， I_2 可以将 Cu 氧化为 Cu^{2+} 。某小组同学设计实验探究 Cu 被 I_2 氧化的产物及铜元素的价态。

已知： I_2 易溶于 KI 溶液，发生反应 $I_2 + I^- \rightleftharpoons I_3^-$ (红棕色)； I_2 和 I_3^- 氧化性几乎相同。

I.将等体积的 KI 溶液加入到 mmol 铜粉和 nmolI₂(n > m) 的固体混合物中，振荡。

实验记录如下：

	c(KI)	实验现象
实验 I	0.01mol·L ⁻¹	极少量 I ₂ 溶解，溶液为淡红色；充分反应后，红色的铜粉转化为白色沉淀，溶液仍为淡红色
实验 II	0.1mol·L ⁻¹	部分 I ₂ 溶解，溶液为红棕色；充分反应后，红色的铜粉转化为白色沉淀，溶液仍为红棕色
实验 III	4mol·L ⁻¹	I ₂ 完全溶解，溶液为深红棕色；充分反应后，红色的铜粉完全溶解，溶液为深红棕色

(1) 初始阶段，Cu 被氧化的反应速率：实验 I _____(填“>”“<”或“=”)实验 II。

(2) 实验 III 所得溶液中，被氧化的铜元素的可能存在形式有 [Cu(H₂O)₄]²⁺ (蓝色)或 [CuI₂]⁻ (无色)，进行以下实验探究：

步骤 a. 取实验 III 的深红棕色溶液，加入 CCl₄，多次萃取、分液。

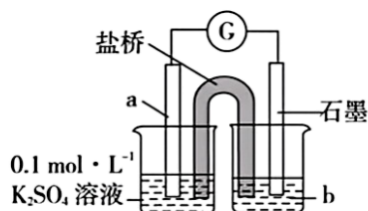
步骤 b. 取分液后的无色水溶液，滴入浓氨水。溶液颜色变浅蓝色，并逐渐变深。

i. 步骤 a 的目的是_____。

ii. 查阅资料， $2\text{Cu}^{2+} + 4\text{I}^- = 2\text{CuI} \downarrow + \text{I}_2$ ，[Cu(NH₃)₂]⁺ (无色)容易被空气氧化。用离子方程式解释步骤 b 的溶液中发生的变化：_____。

(3) 结合实验 III，推测实验 I 和 II 中的白色沉淀可能是 CuI，实验 I 中铜被氧化的化学方程式是_____。分别取实验 I 和 II 充分反应后的固体，洗涤后得到白色沉淀，加入浓 KI 溶液，_____ (填实验现象)，观察到少量红色的铜。分析铜未完全反应的原因是_____。

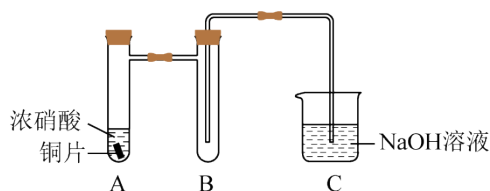
(4) 上述实验结果，I₂ 仅将 Cu 氧化为 +1 价。在隔绝空气的条件下进行电化学实验，证实了 I₂ 能将 Cu 氧化为 Cu²⁺。装置如图所示，a、b 分别是_____。



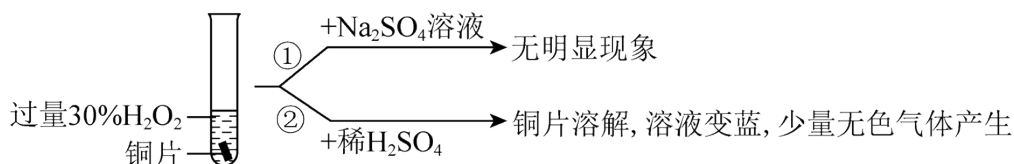
(5) 运用氧化还原反应规律，分析在上述实验中 Cu 被 I₂ 氧化的产物中价态不同的原因：_____。

8. (2023·湖北卷) 学习小组探究了铜的氧化过程及铜的氧化物的组成。回答下列问题：

(1) 铜与浓硝酸反应的装置如下图，仪器 A 的名称为_____，装置 B 的作用为_____。



(2) 铜与过量 H_2O_2 反应的探究如下:



实验②中 Cu 溶解的离子方程式为_____；产生的气体为_____。比较实验①和②，从氧化还原角度说明 H^+ 的作用是_____。

(3) 用足量 NaOH 处理实验②新制的溶液得到沉淀 X ，元素分析表明 X 为铜的氧化物，提纯干燥后的 X 在惰性氛围下加热， mgX 完全分解为 ng 黑色氧化物 Y ， $\frac{n}{m} = \frac{5}{6}$ 。 X 的化学式为_____。

(4) 取含 X 粗品 0.0500g (杂质不参加反应) 与过量的酸性 KI 完全反应后，调节溶液至弱酸性。以淀粉为指示剂，用 $0.1000\text{mol} \cdot \text{L}^{-1} \text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 标准溶液滴定，滴定终点时消耗 $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 标准溶液 15.00mL 。(已知： $2\text{Cu}^{2+} + 4\text{I}^- = 2\text{CuI} \downarrow + \text{I}_2$ ， $\text{I}_2 + 2\text{S}_2\text{O}_3^{2-} = 2\text{I}^- + \text{S}_4\text{O}_6^{2-}$) 标志滴定终点的现象是_____，粗品中 X 的相对含量为_____。

【答案】(1) 具支试管 防倒吸

(2) $\text{Cu} + \text{H}_2\text{O}_2 + 2\text{H}^+ = \text{Cu}^{2+} + 2\text{H}_2\text{O}$ O_2 既不是氧化剂，又不是还原剂

(3) CuO_2

(4) 溶液蓝色消失，且半分钟不恢复原来的颜色 72%

【解析】(1) 由图可知，仪器 A 的名称为具支试管；铜和浓硝酸反应生成硝酸铜和二氧化氮，其中二氧化氮易溶于水，需要防倒吸，则装置 B 的作用为防倒吸；

(2) 根据实验现象，铜片溶解，溶液变蓝，可知在酸性条件下铜和过氧化氢发生反应，生成硫酸铜，离子方程式为： $\text{Cu} + \text{H}_2\text{O}_2 + 2\text{H}^+ = \text{Cu}^{2+} + 2\text{H}_2\text{O}$ ；硫酸铜可以催化过氧化氢分解生成氧气，则产生的气体为 O_2 ；在铜和过氧化氢的反应过程中，氢元素的化合价没有发生变化，故从氧化还原角度说明 H^+ 的作用是：既不是氧化剂，又不是还原剂；

(3) 在该反应中铜的质量 $m(\text{Cu}) = n \times \frac{64}{80} = \frac{4n}{5}$ ，因为 $\frac{n}{m} = \frac{5}{6}$ ，则 $m(\text{O}) = n \times \frac{16}{80} + (m - n) = \frac{2n}{5}$ ，则 X 的化学式中

铜原子和氧原子的物质的量之比为： $\frac{n(\text{Cu})}{n(\text{O})} = \frac{\frac{4n}{5}}{\frac{2n}{5}} = \frac{1}{2}$ ，则 X 为 CuO_2 ；

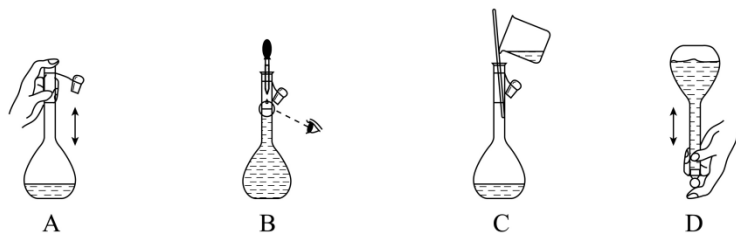
(4) 滴定结束的时候，单质碘消耗完，则标志滴定终点的现象是：溶液蓝色消失，且半分钟不恢复原来的颜色；在 CuO_2 中铜为 +2 价，氧为 -1 价，根据 $2\text{Cu}^{2+} + 4\text{I}^- = 2\text{CuI} \downarrow + \text{I}_2$ ， $\text{I}_2 + 2\text{S}_2\text{O}_3^{2-} = 2\text{I}^- + \text{S}_4\text{O}_6^{2-}$

，可以得到关系式 $\text{CuO}_2 \sim 2\text{I}_2 \sim 4\text{S}_2\text{O}_3^{2-}$ ，则 $n(\text{CuO}_2) = \frac{1}{4} \times 0.1\text{mol/L} \times 0.015\text{L} = 0.000375\text{mol}$ ，粗品中 X 的相对含量为 $\frac{0.000375 \times 96}{0.05} \times 100\% = 72\%$ 。

8. (2022·广东卷) 食醋是烹饪美食的调味品，有效成分主要为醋酸(用 HAc 表示)。HAc 的应用与其电离平衡密切相关。25℃时，HAc 的 $K_a = 1.75 \times 10^{-5} = 10^{-4.76}$ 。

(1) 配制 250mL $0.1\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}$ 的 HAc 溶液，需 $5\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}$ HAc 溶液的体积为 _____ mL。

(2) 下列关于 250mL 容量瓶的操作，正确的是 _____。



(3) 某小组研究 25℃ 下 HAc 电离平衡的影响因素。

提出假设。稀释 HAc 溶液或改变 Ac^- 浓度，HAc 电离平衡会发生移动。设计方案并完成实验用浓度均为 $0.1\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}$ 的 HAc 和 NaAc 溶液，按下表配制总体积相同的系列溶液；测定 pH，记录数据。

序号	$v(\text{HAc})/\text{mL}$	$v(\text{NaAc})/\text{mL}$	$V(\text{H}_2\text{O})/\text{mL}$	$n(\text{NaAc}):n(\text{HAc})$	pH
I	40.00	/	/	0	2.86
II	4.00	/	36.00	0	3.36
...					
VII	4.00	a	b	3: 4	4.53
VIII	4.00	4.00	32.00	1: 1	4.65

① 根据表中信息，补充数据：a = _____，b = _____。

② 由实验 I 和 II 可知，稀释 HAc 溶液，电离平衡 _____ (填“正”或“逆”) 向移动；结合表中数据，给出判断理由：_____。

③ 由实验 II ~ VIII 可知，增大 Ac^- 浓度，HAc 电离平衡逆向移动。

实验结论假设成立。

(4) 小组分析上表数据发现：随着 $\frac{n(\text{NaAc})}{n(\text{HAc})}$ 的增加， $c(\text{H}^+)$ 的值逐渐接近 HAc 的 K_a 。

查阅资料获悉：一定条件下，按 $\frac{n(\text{NaAc})}{n(\text{HAc})} = 1$ 配制的溶液中， $c(\text{H}^+)$ 的值等于 HAc 的 K_a 。

对比数据发现，实验 VIII 中 $\text{pH} = 4.65$ 与资料数据 $K_a = 10^{-4.76}$

存在一定差异；推测可能由物质浓度准确程度不够引起，故先准确测定 HAc 溶液的浓度再验证。

①移取 20.00mL HAc 溶液，加入 2 滴酚酞溶液，用 $0.1000\text{mol}\cdot\text{L}^{-1}\text{NaOH}$ 溶液滴定至终点，消耗体积为 22.08mL，则该 HAc 溶液的浓度为_____ $\text{mol}\cdot\text{L}^{-1}$ 。在答题卡虚线框中，画出上述过程的滴定曲线示意图并标注滴定终点_____。

②用上述 HAc 溶液和 $0.1000\text{mol}\cdot\text{L}^{-1}\text{NaOH}$ 溶液，配制等物质的量的 HAc 与 NaAc 混合溶液，测定 pH，结果与资料数据相符。

(5) 小组进一步提出：如果只有浓度均约为 $0.1\text{mol}\cdot\text{L}^{-1}$ 的 HAc 和 NaOH 溶液，如何准确测定 HAc 的 K_a ？小组同学设计方案并进行实验。请完成下表中 II 的内容。

I	移取 20.00mL HAc 溶液，用 NaOH 溶液滴定至终点，消耗 NaOH 溶液 $V_1\text{mL}$
II	_____，测得溶液的 pH 为 4.76

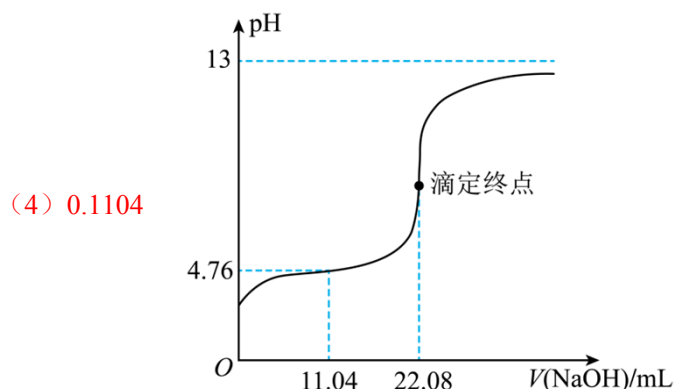
实验总结 得到的结果与资料数据相符，方案可行。

(6) 根据 K_a 可以判断弱酸的酸性强弱。写出一种无机弱酸及其用途_____。

【答案】 (1) 5.0

(2) C

(3) 3.00 33.00 正 实验 II 相较于实验 I，醋酸溶液稀释了 10 倍，而实验 II 的 pH 增大值小于 1



(5) 向滴定后的混合液中加入 20mL HAc 溶液

(6) HClO ：漂白剂和消毒液(或 H_2SO_3 ：还原剂、防腐剂或 H_3PO_4 ：食品添加剂、制药、生产肥料)

【解析】 (1) 溶液稀释过程中，溶质的物质的量不变，因此 $250\text{mL}\times 0.1\text{mol/L}=V\times 5\text{mol/L}$ ，解得 $V=5.0\text{mL}$ 。

(2) A. 容量瓶使用过程中，不能用手等触碰瓶口，以免污染试剂，故 A 错误；

B. 定容时，视线应与溶液凹液面和刻度线“三线相切”，不能仰视或俯视，故 B 错误；

C. 向容量瓶中转移液体，需用玻璃棒引流，玻璃棒下端位于刻度线以下，同时玻璃棒不能接触容量瓶口，故 C 正确；

D. 定容完成后，盖上瓶塞，将容量瓶来回颠倒，将溶液摇匀，颠倒过程中，左手食指抵住瓶塞，防止瓶塞脱落，右手扶住容量瓶底部，防止容量瓶从左手掉落，故 D 错误；

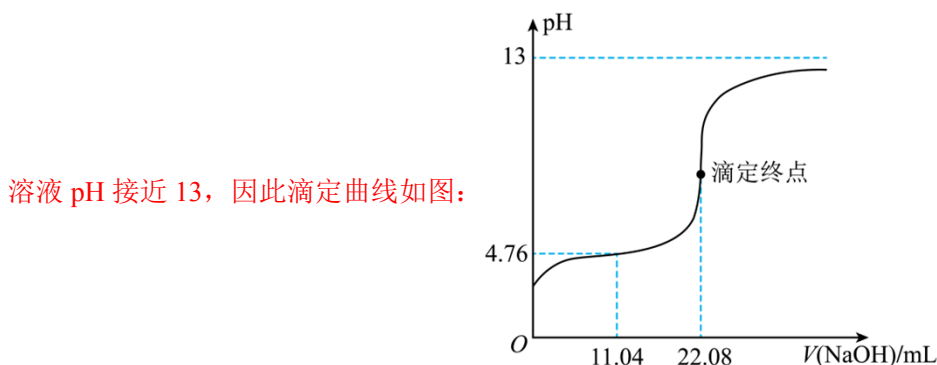
综上所述，正确的是 C 项。

(3) ①实验 VII 的溶液中 $n(\text{NaAc}): n(\text{HAc})=3:4$, $V(\text{HAc})=4.00\text{mL}$, 因此 $V(\text{NaAc})=3.00\text{mL}$, 即 $a=3.00$, 由实验 I 可知, 溶液最终的体积为 40.00mL , 因此 $V(\text{H}_2\text{O})=40.00\text{mL}-4.00\text{mL}-3.00\text{mL}=33.00\text{mL}$, 即 $b=33.00$ 。

②实验 I 所得溶液的 $\text{pH}=2.86$, 实验 II 的溶液中 $c(\text{HAc})$ 为实验 I 的 $\frac{1}{10}$, 稀释过程中, 若不考虑电离平衡移动, 则实验 II 所得溶液的 $\text{pH}=2.86+1=3.86$, 但实际溶液的 $\text{pH}=3.36<3.86$, 说明稀释过程中, 溶液中 $n(\text{H}^+)$ 增大, 即电离平衡正向移动, 故答案为: 正; 实验 II 相较于实验 I, 醋酸溶液稀释了 10 倍, 而实验 II 的 pH 增大值小于 1。

(4) (i) 滴定过程中发生反应: $\text{HAc}+\text{NaOH}=\text{NaAc}+\text{H}_2\text{O}$, 由反应方程式可知, 滴定至终点时, $n(\text{HAc})=n(\text{NaOH})$, 因此 $22.08\text{mL}\times 0.1\text{mol/L}=20.00\text{mL}\times c(\text{HAc})$, 解得 $c(\text{HAc})=0.1104\text{mol/L}$ 。

(ii) 滴定过程中, 当 $V(\text{NaOH})=0$ 时, $c(\text{H}^+)=\sqrt{K_a\cdot c(\text{HAc})}\approx\sqrt{10^{-4.76}\times 0.1}\text{mol/L}=10^{-2.88}\text{mol/L}$, 溶液的 $\text{pH}=2.88$, 当 $V(\text{NaOH})=11.04\text{mL}$ 时, $n(\text{NaAc})=n(\text{HAc})$, 溶液的 $\text{pH}=4.76$, 当 $V(\text{NaOH})=22.08\text{mL}$ 时, 达到滴定终点, 溶液中溶质为 NaAc 溶液, Ac^- 发生水解, 溶液呈弱碱性, 当 NaOH 溶液过量较多时, $c(\text{NaOH})$ 无限接近 0.1mol/L ,



(5) 向 20.00mL 的 HAc 溶液中加入 $V_1\text{mL}$ NaOH 溶液达到滴定终点, 滴定终点的溶液中溶质为 NaAc , 当 $\frac{n(\text{NaAc})}{n(\text{HAc})}=1$ 时, 溶液中 $c(\text{H}^+)$ 的值等于 HAc 的 K_a , 因此可再向溶液中加入 20.00mL HAc 溶液, 使溶液中 $n(\text{NaAc})=n(\text{HAc})$ 。

(6) 不同的无机弱酸在生活中应用广泛, 如 HClO 具有强氧化性, 在生活中可用于漂白和消毒, H_2SO_3 具有还原性, 可用作还原剂, 在葡萄酒中添加适量 H_2SO_3 可用作防腐剂, H_3PO_4 具有中强酸性, 可用作食品添加剂, 同时在制药、生产肥料等行业有广泛用途。

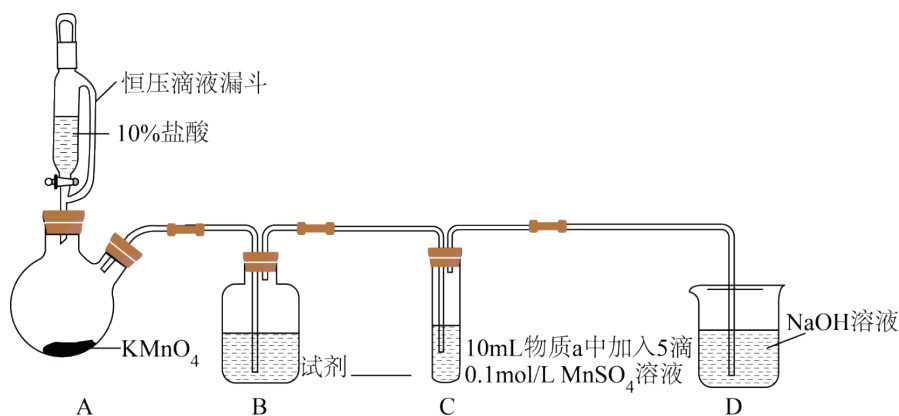
9. (2022·北京卷) 某小组同学探究不同条件下氯气与二价锰化合物的反应

资料: i. Mn^{2+} 在一定条件下被 Cl_2 或 ClO^- 氧化成 MnO_2 (棕黑色)、 MnO_4^{2-} (绿色)、 MnO_4^- (紫色)。

ii. 浓碱条件下, MnO_4^- 可被 OH^- 还原为 MnO_4^{2-} 。

iii. Cl_2 的氧化性与溶液的酸碱性无关, NaClO 的氧化性随碱性增强而减弱。

实验装置如图(夹持装置略)



序号	物质 a	C 中实验现象	
		通入 Cl_2 前	通入 Cl_2 后
I	水	得到无色溶液	产生棕黑色沉淀，且放置后不发生变化
II	5%NaOH 溶液	产生白色沉淀，在空气中缓慢变成棕黑色沉淀	棕黑色沉淀增多，放置后溶液变为紫色，仍有沉淀
III	40%NaOH 溶液	产生白色沉淀，在空气中缓慢变成棕黑色沉淀	棕黑色沉淀增多，放置后溶液变为紫色，仍有沉淀

(1) B 中试剂是_____。

(2) 通入 Cl_2 前，II、III 中沉淀由白色变为黑色的化学方程式为_____。

(3) 对比实验 I、II 通入 Cl_2 后的实验现象，对于二价锰化合物还原性的认识是_____。

(4) 根据资料 ii，III 中应得到绿色溶液，实验中得到紫色溶液，分析现象与资料不符的原因：

原因一：可能是通入 Cl_2 导致溶液的碱性减弱。

原因二：可能是氧化剂过量，氧化剂将 MnO_4^{2-} 氧化为 MnO_4^- 。

①化学方程式表示可能导致溶液碱性减弱的原因_____，但通过实验测定溶液的碱性变化很小。

②取 III 中放置后的 1 mL 悬浊液，加入 4 mL 40%NaOH 溶液，溶液紫色迅速变为绿色，且绿色缓慢加深。溶液紫色变为绿色的离子方程式为_____，溶液绿色缓慢加深，原因是 MnO_2 被_____ (填“化学式”)氧化，可证明 III 的悬浊液中氧化剂过量；

③取 II 中放置后的 1 mL 悬浊液，加入 4 mL 水，溶液紫色缓慢加深，发生的反应是_____。

④从反应速率的角度，分析实验 III 未得到绿色溶液的可能原因_____。

【答案】(1) 饱和 NaCl 溶液

(2) $2\text{Mn}(\text{OH})_2 + \text{O}_2 = 2\text{MnO}_2 + 2\text{H}_2\text{O}$

(3) Mn^{2+} 的还原性随溶液碱性的增强而增强

(4) $\text{Cl}_2 + 2\text{NaOH} = \text{NaCl} + \text{NaClO} + \text{H}_2\text{O}$ $4\text{MnO}_4^- + 4\text{OH}^- = 4\text{MnO}_4^{2-} + \text{O}_2\uparrow + 2\text{H}_2\text{O}$ NaClO

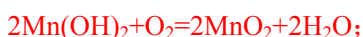
$3\text{ClO}^- + 2\text{MnO}_2 + 2\text{OH}^- = 2\text{MnO}_4^- + 3\text{Cl}^- + \text{H}_2\text{O}$

III 中氧化剂氧化锰酸根离子的速率大于氢氧根离子还原高锰酸根离子的速率，因而实验 III 未得到绿色溶液

【分析】在装置 A 中 HCl 与 KMnO_4 发生反应制取 Cl_2 ，由于盐酸具有挥发性，为排除 HCl 对 Cl_2 性质的干扰，在装置 B 中盛有饱和 NaCl 溶液，除去 Cl_2 中的杂质 HCl，在装置 C 中通过改变溶液的 pH，验证不同条件下 Cl_2 与 MnSO_4 反应，装置 D 是尾气处理装置，目的是除去多余 Cl_2 ，防止造成大气污染。

【解析】(1) B 中试剂是饱和 NaCl 溶液，作用是吸收 Cl_2 中的杂质 HCl 气体；1

(2) 通入 Cl_2 前，II、III 中 Mn^{2+} 与碱性溶液中 NaOH 电离产生的 OH^- 反应产生 $\text{Mn}(\text{OH})_2$ 白色沉淀，该沉淀不稳定，会被溶解在溶液中的氧气氧化为棕黑色 MnO_2 ，则沉淀由白色变为黑色的化学方程式为：



(3) 对比实验 I、II 通入 Cl_2 后的实验现象，对于二价锰化合物还原性的认识是： Mn^{2+} 的还原性随溶液碱性的增强而增强；

(4) ① Cl_2 与 NaOH 反应产生 NaCl、NaClO、 H_2O ，使溶液碱性减弱，反应的离子方程式为：



② 取 III 中放置后的 1 mL 悬浊液，加入 4 mL 40% NaOH 溶液，溶液紫色迅速变为绿色，且绿色缓慢加深。

溶液紫色变为绿色就是由于在浓碱条件下， MnO_4^- 可被 OH^- 还原为 MnO_4^{2-} ，根据电子守恒、电荷守恒及原子守恒，可知该反应的离子方程式为： $4\text{MnO}_4^- + 4\text{OH}^- = 4\text{MnO}_4^{2-} + \text{O}_2\uparrow + 2\text{H}_2\text{O};$

溶液绿色缓慢加深，原因是 MnO_2 被 NaClO 氧化，可证明 III 的悬浊液中氧化剂过量；

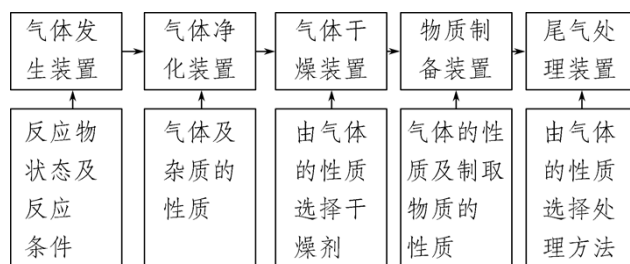
③ 取 II 中放置后的 1 mL 悬浊液，加入 4 mL 水，溶液碱性减弱，溶液紫色缓慢加深，说明 ClO^- 将 MnO_2 氧化为 MnO_4^- ，发生的反应是： $3\text{ClO}^- + 2\text{MnO}_2 + 2\text{OH}^- = 2\text{MnO}_4^- + 3\text{Cl}^- + \text{H}_2\text{O};$

④ III 中氧化剂氧化锰酸根离子的速率大于氢氧根离子还原高锰酸根离子的速率，导致实验 III 未得到绿色溶液。

解题秘籍

一、无机物的制备及性质探究

1. 物质制备实验中各部分装置的选择依据：



(2) 解答无机物制备及性质类题的思维流程：

① 认真阅读题干，提取有效信息，包括实验目的、反应条件、陌生物质的性质、陌生物理原理等；

② 仔细观察装置图示，联系教材中所掌握的实验基础，找出各部分仪器与已有实验知识相对比，分析各部

分仪器中药品的作用及发生的反应；

③通读问题，整合信息，将所有问题进行综合分析，运用题给信息和化学实验基础知识作出合理判断。

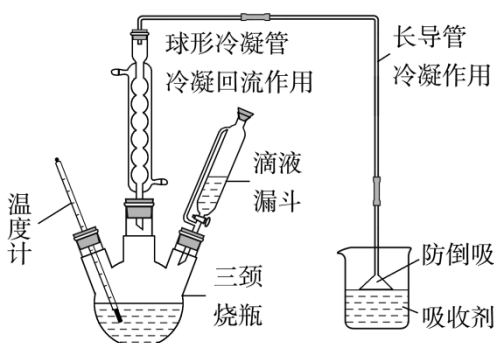
二、有机物的制备实验综合

(1) 分离液体混合物的方法

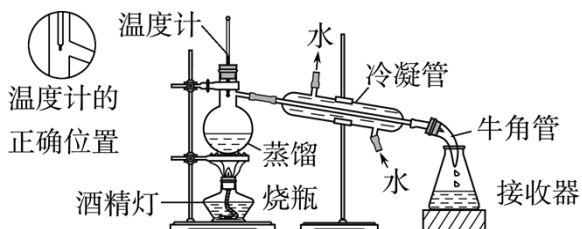
方法	适用条件	实例	说明
萃取	互不相溶的液体混合物	分离 CCl_4 和水等	分液时下层液体从下口流出，上层液体从上口倒出
蒸馏(分馏)	两种或两种以上互溶的液体，沸点相差较大	分离酒精和水	在蒸馏烧瓶中放少量碎瓷片，防止液体暴沸

(2) 典型装置

①反应装置



②蒸馏装置



点拨：球形冷凝管由于气体与冷凝水接触时间长，具有较好的冷凝效果，但必须竖直放置，故蒸馏装置必须用直形冷凝管。

(3) 解答有机物的制备综合实验题，要考虑的五个问题：

(1) 有机制备实验中常用的玻璃仪器及使用方法，如球形冷凝管、恒压滴液漏斗、三颈烧瓶、温度计等。

(2) 两种加热方式：一是利用酒精灯直接加热，要加碎瓷片，防止暴沸；二是水浴加热(如 $50\sim 60\text{ }^{\circ}\text{C}$ 等)。

(3) 有机制备实验中常用化学性质稳定的干燥剂，如无水 CaCl_2 、无水 MgSO_4 等。

(4) 有机制备实验中分离及提纯常用方法：蒸馏、取分液等。

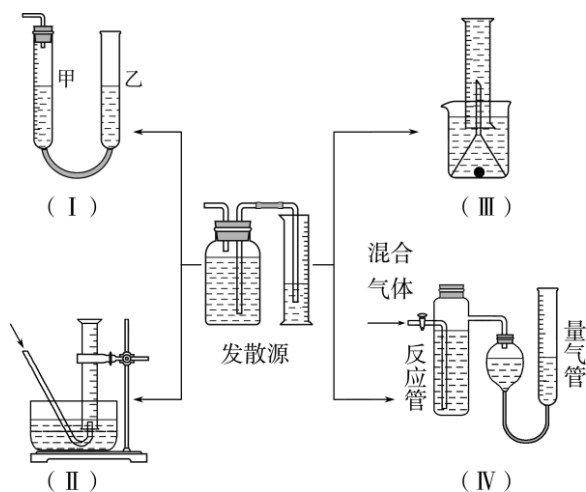
(5) 有机制备实验中两个计算公式：产品产率 = $\frac{\text{产品的实际产量}}{\text{产品的理论产量}} \times 100\%$ ，转化率

= $\frac{\text{参加反应的原料量}}{\text{加入原料的总量}} \times 100\%$ 。

三、定量测定实验

1. 气体体积的定量测量

(1) 量气装置的改进



(2) 量气时应注意的问题

①量气时应保持装置处于室温状态。

②读数时要特别注意消除“压强差”，保持液面相平，同时要注意视线与凹液面最低处相平。如上图(I)(IV)应使左侧和右侧的液面高度保持相平。

2. 定量实验测定中几个问题

(1) 测定实验中要有消除干扰气体的意识

如用“惰性”气体将干扰气体排出，或用溶液吸收干扰气体等。

(2) 测定实验中要有被测量气体全部被测量的意识

如采取反应结束后继续向装置中通入“惰性”气体以使被测量气体全部被吸收剂吸收的方法。

3. 测定实验中的“数据”采集处理

实验数据的采集是化学计算的基础，一般来讲，固体试剂称质量，而液体试剂和气体试剂则测量体积。

(1) 称量固体质量时，中学一般用托盘天平，可估读到 0.1 g，精确度要求高的实验中可以用分析天平或电子天平，可精确到 0.000 1 g。

(2) 测量液体体积时，一般实验中选用适当规格的量筒，可估读到 0.1 mL，准确度要求高的定量实验如中和滴定中选用滴定管(酸式或碱式)，可估读到 0.01 mL。容量瓶作为精密的定容仪器，用于配制一定物质的量浓度的溶液，一般不用于量取液体的体积。

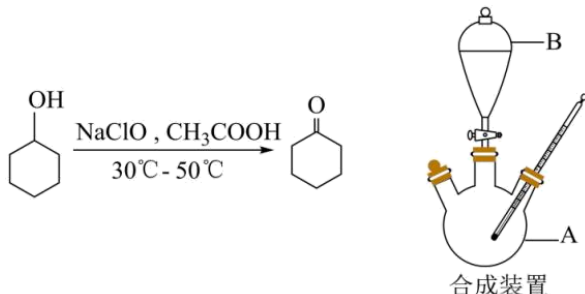
(3) 气体除了量取外，还可以称量。称量气体的质量时一般有两种方法：一种方法是称量反应装置在放出气体前后的质量减小值；另一种方法是称量吸收装置前后的质量增大值。

(4) 用 pH 试纸(测得整数)或 pH 计(精确到 0.01)直接测出溶液的 pH，经过计算可以得到溶液中 H^+ 或 OH^- 的物质的量浓度。为了保证数据的准确性，实验中要采取必要的措施，确保离子完全沉淀、气体完全被吸收等，必要时可以进行平行实验，重复测定，然后取其平均值进行计算。如中和滴定实验中测量酸或碱的溶液体积要平行做 2~3 次滴定，然后取溶液体积的平均值求算未知溶液的浓度，但对于“离群”数据(指与其他数据有很大差异的数据)要舍弃，因为数据“离群”的原因可能是操作中出现了较大的误差。

押题预测

考向一 以物质的制备为主的综合实验

1. (2024·四川成都·校考一模) 环己酮可作为涂料和油漆的溶剂。在实验室中以环己醇为原料制备环己酮。



已知：①环己醇、环己酮、醋酸的部分物理性质如下表：

物质	沸(熔)点/(°C, 1atm)	密度/(g/cm ³)	溶解性
环己醇	161.1 (-21)	0.96	能溶于水，易溶于常见有机溶剂
环己酮	155.6 (-47)	0.94	微溶于水
醋酸	118 (16.6)	1.05	易溶于水

②两种互不相溶的液体，密度相差越大分层越易发生。

回答下列问题：

- (1) B 装置的名称是_____。
- (2) 酸化 NaClO 时一般不选用盐酸，原因是_____ (用离子方程式表示)。
- (3) 该制备反应很剧烈，且放出大量的热。为控制反应体系温度在 30~35°C 范围内，可采取的加热方式是_____。
- (4) 制备反应完成后，向混合物中加入适量水，蒸馏，收集 95~100°C 的馏分，得到主要含环己酮、水和_____ (填写化学式) 的混合物。
- (5) 环己酮的提纯过程为：
 - ①在馏分中加 NaCl 固体至饱和，静置，分液；加 NaCl 的目的是_____。
 - ②加入无水 MgSO₄ 块状固体；目的是_____。
 - ③_____ (填操作名称) 后进行蒸馏，收集 150~155°C 的馏分。
- (6) 数据处理。反应开始时加入 8.4 mL (0.08 mol) 环己醇，20 mL 冰醋酸和过量的 NaClO 溶液。实验结束后收集到产品 0.06 mol，则该合成反应的产率为_____。

【答案】 (1) 分液漏斗

(2) $\text{ClO}^- + \text{Cl}^- + 2\text{H}^+ = \text{Cl}_2 \uparrow + \text{H}_2\text{O}$

以上内容仅为本文档的试下载部分，为可阅读页数的一半内容。如要下载或阅读全文，请访问：<https://d.book118.com/138102000062006127>