

多维突破化学实验

【课标分析】

从课标要求考查的角度上分析，实验题有仪器的识别与应用、物质的制备、除杂与分离、物质的性质探究与验证、实验现象的分析与描述、实验结论的评价与计算。实验题是每年考查的综合压轴题，其综合性强、难度大，是一道拉分的主要试题。

从题型设计上有评价型实验题、定量测定实验题等，其中物质制备和定量实验是高考的两大热点题型。物质制备主要以气体、无机物、有机物的制备为载体，考查学生常见化学仪器的使用、物质的分离与提纯等基本实验操作，以及实验条件的控制、产率的计算；而定量实验是将化学实验与化学计量有机的结合在一起测定物质化学组成与含量的探究性实验，是近几年高考命题的常考题型。设计中先通过实验测出相关的有效数据，然后经计算得出物质的组成与含量。

由于定量实验目的性、实用性强，能给予学生较大的创造空间，更能激发学生的学习兴趣，培养学生严谨求实的科学态度。因此复习过程中注重定性实验拓展到定量实验的探讨。

01 常用仪器及基本操作

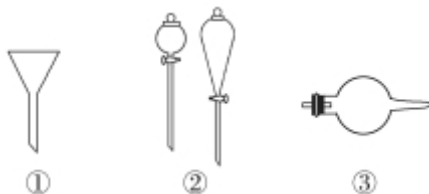
1. 仪器的识别

(1)用作容器或反应器的仪器



①试管 ②蒸发皿 ③坩埚 ④圆底烧瓶 ⑤平底烧瓶 ⑥烧杯 ⑦蒸馏烧瓶 ⑧锥形瓶 ⑨集气瓶 ⑩广口瓶 ⑪燃烧匙

(2)用于分离、提纯和干燥的仪器



①漏斗 ②分液漏斗 ③球形干燥管

(3)常用计量仪器



①量筒 ②容量瓶 ③滴定管 ④温度计 ⑤托盘天平

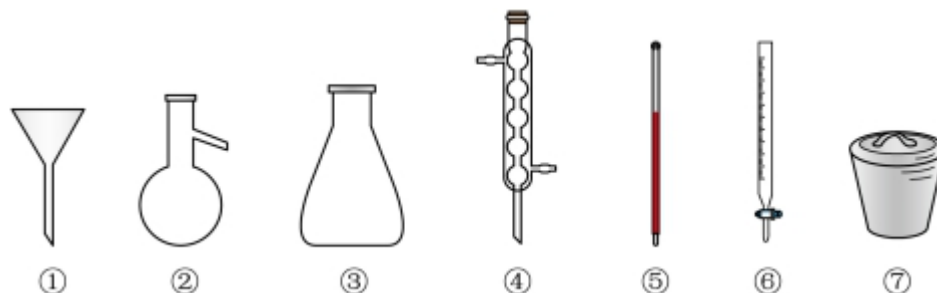
(4)其他仪器



①冷凝管(球形冷凝管或直形冷凝管) ②表面皿 ③滴瓶 ④胶头滴管



下列仪器是实验室常见仪器，对相关实验中使用到的部分仪器选择合理的是



A. 中和热的测定：③⑤ B. 蒸馏法分离 CH_2Cl_2 和 CCl_4 ：②③④

C. 用标准盐酸测定 NaOH 溶液的浓度 ③⑥ D. 重结晶法纯化苯甲酸(含少量泥沙、 NaCl)：①⑦

【答案】C

【详解】A. 中和热的测定需要的仪器为量热计，量热计由烧杯、温度计、玻璃搅拌器构成，不需要锥形瓶③，故 A 错误；

B. 蒸馏法所需仪器为蒸馏烧瓶、温度计、牛角管、锥形瓶和直形冷凝管，即需要蒸馏烧瓶②、锥形瓶③、温度计⑥和直形冷凝管，不需要球形冷凝管④，故 B 错误；

C. 用标准盐酸测定 NaOH 溶液的浓度是所需仪器为酸（碱）式滴定管⑥、锥形瓶③和烧杯，故 C 正确；

D. 苯甲酸含少量泥沙、 NaCl ，先过滤操作除去泥沙，需要漏斗、烧杯、玻璃棒，重结晶法纯化苯甲酸所需仪器为烧杯、蒸发皿、漏斗、玻璃棒等，不需要坩埚⑦，故 D 错误；故答案选 C。

2. 常见试剂的保存方法总结

保存依据	保存方法	典型实例
------	------	------

防氧化	①密封或用后立即盖好； ②加入还原剂； ③隔绝空气	① Na_2SO_3 、 Na_2S 、 KI 溶液等用后立即盖好； ②向 FeSO_4 溶液中加少量铁屑； ③ K 、 Na 保存在煤油中， Li 保存在石蜡油中
防与 CO_2 反应	密封保存，减少暴露时间	NaOH 、 Na_2CO_3 溶液、石灰水、 Na_2O_2 固体等密封保存
防挥发	①密封，置于阴凉处； ②液封	①浓盐酸、浓氨水等置于阴凉处； ②液溴用水封
防燃烧	置于冷暗处，不与氧化剂混合贮存，严禁火种	苯、汽油、酒精等
防分解	保存在棕色瓶中，并置于阴暗处	浓 HNO_3 、 KMnO_4 溶液、 AgNO_3 溶液、氯水等
防水解	加入酸(碱)抑制水解	FeCl_3 溶液中加稀盐酸； Na_2S 溶液中加 NaOH 溶液
防腐蚀	①腐蚀橡胶的物质用玻璃塞或塑料塞； ②腐蚀玻璃的物质用塑料容器	①浓 HNO_3 、酸性 KMnO_4 溶液、氯水、溴水等腐蚀橡胶； ②氢氟酸保存在塑料瓶中
防黏结	碱性溶液用橡胶塞	NaOH 、 Na_2CO_3 、 Na_2SiO_3 溶液等



实验室中下列有关试剂的保存方法错误的是

- A. 浓硝酸应密封保存在铁制容器中
- B. 少量的钠保存在煤油中
- C. NaOH 溶液保存在具有橡胶塞的玻璃试剂瓶中
- D. 液溴存放在棕色试剂瓶中并加水封

【答案】A

【详解】A. 浓硝酸易挥发，变成稀硝酸能和铁持续反应，不宜密封保存在铁制容器中，浓硝酸见光溶液分解，应该保存在棕色细口瓶并置于阴凉处，故 A 错误；

B. 金属钠化学性质活泼，能够与氧气、水发生反应，且密度比煤油的密度小，所以金属钠保存在煤油中，故 B 正确；

C. 氢氧化钠易与玻璃种二氧化硅反应而导致玻璃塞打不开，应用橡胶塞，故 C 正确；

D. 液溴具有挥发性，溴的密度大于水且在水中溶解度较小，所以保存液溴时应该放在棕色细口瓶中，并使用水封，故 D 正确。

答案选 A。

3. 常见实验安全事故的处理

实验安全与事故	处理方法
少量浓硫酸溅到皮肤上	立即用大量水冲洗，然后涂上 3%~5% 的碳酸氢钠溶液
酒精、Na、Mg 等在实验台上着火	用湿抹布或沙子盖灭，不能用水灭火
浓 NaOH 溶液溅到皮肤上	立即用大量水冲洗，再涂上稀硼酸
苯酚沾到皮肤上	立即用乙醇冲洗，再用水冲洗
误食重金属盐	服用大量牛奶或蛋清，并及时送往医院
水银洒到桌面或地面上	撒上硫粉并进行处理
防爆炸	点燃可燃性气体前要验纯
防污染	尾气吸收或点燃(可燃性气体)



重视实验安全，弘扬科学精神与社会责任。下列做法错误的是

- A. 操作铝热反应时，应戴上石棉手套和护目镜
- B. 闻气体时用手轻轻扇动，使少量的气体飘进鼻孔
- C. 实验后，将产生的实验废液及时用自来水稀释后倒入下水道
- D. 蒸馏操作过程中，若发现忘加沸石，应立即停止加热，待烧瓶冷却后再加入沸石

【答案】C

【详解】

- A. 铝热反应放出大量的热，则操作时应戴上石棉手套和护目镜，A 正确；
- B. 为了防止中毒，闻气体时用手轻轻扇动，使少量气体飘进鼻孔，该操作正确，B 正确；
- C. 实验后，将产生的实验废液中可能含有有毒有害、腐蚀性的药品，不能仅用自来水稀释后倒入下水道，而应该集中无害处理，C 错误；
- D. 不能在加热过程中加入碎瓷片，可停止加热，冷却后再加入碎瓷片，以防烫伤，D 正确；

故答案为：C。

4. 熟记必备基本操作

(1) 测定溶液 pH 的操作

将一小块 pH 试纸放在干燥洁净的表面皿上，用洁净干燥的玻璃棒蘸取少量待测液点到 pH 试纸中央，待变色稳定后再和标准比色卡对照，读出对应的 pH。

(2) 容量瓶检漏操作

向容量瓶中加入一定量的水，塞好瓶塞，用食指摁住瓶塞，另一只手托住瓶底，把容量瓶倒立过来，观察瓶塞周围有无水漏出。如果不漏水，将瓶正立并将瓶塞旋转 180° 后塞紧，把容量瓶倒立过来，再检查是否漏水。如果仍不漏水，即可使用。

(3)检查滴定管是否漏水操作

①酸式滴定管：关闭活塞，向滴定管中加入适量水，用滴定管夹将滴定管固定在铁架台上，观察是否漏水，若 2 分钟内不漏水，将活塞旋转 180° ，重复上述操作。如果仍不漏水，即可使用。

②碱式滴定管：向滴定管中加入适量水，用滴定管夹将滴定管固定在铁架台上，观察是否漏水，若 2 分钟内不漏水，轻轻挤压玻璃球，放出少量液体，再次观察滴定管是否漏水。如果仍不漏水，即可使用。

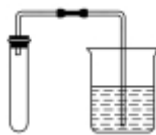
(4)滴定管赶气泡的操作

①酸式滴定管：右手将滴定管倾斜 30° 左右，左手迅速打开活塞使溶液冲出，从而使溶液充满尖嘴。

②碱式滴定管：将胶管弯曲使玻璃尖嘴向上倾斜，用两指捏住胶管，轻轻挤压玻璃球，使溶液从尖嘴流出，即可赶出碱式滴定管中的气泡。

(5)装置气密性检查

①简易装置(如图)：将导气管一端放入水中(液封气体)，用手捂热试管，观察现象。若导管口有气泡冒出，冷却到室温后，导管口形成一段水柱，表明装置气密性良好。



②有长颈漏斗的装置(如图)：关闭止水夹，向长颈漏斗中加入适量水，长颈漏斗中会形成一段水柱，停止加水，过一段时间后，若漏斗中的水柱高度不变化，则装置气密性良好。



[答题模板]

形成密闭体系 → 操作 → 描述现象 → 得出结论。

(6)气体验满和检验操作

①氧气验满：将带火星的木条平放在集气瓶口，若木条复燃，则说明收集的氧气已满。

②可燃性气体(如氢气)的验纯方法：用排水法收集一小试管的气体，用大拇指堵住试管口移近火焰，放开手指，若听到尖锐的爆鸣声，则气体不纯；若听到轻微的“噗”的一声，则说明气体纯净。

③二氧化碳验满：将燃着的木条平放在集气瓶口，若火焰熄灭，则气体已收集满。

④氨气验满: 将湿润的红色石蕊试纸放在集气瓶口, 若试纸变蓝, 则说明气体已收集满。

⑤氯气验满: 将湿润的淀粉碘化钾试纸放在集气瓶口, 若试纸变蓝, 则说明气体已收集满。

(7)焰色试验的操作

先将铂丝蘸取盐酸在酒精灯外焰上灼烧, 反复几次, 直到与酒精灯火焰颜色接近为止。然后用铂丝蘸取少量待测液, 放在酒精灯外焰上灼烧, 观察火焰颜色, 若呈黄色, 则说明溶液中含 Na^+ ; 若透过蓝色钴玻璃观察到火焰呈紫色, 则说明溶液中含 K^+ 。

(8)浓 H_2SO_4 稀释操作

将浓 H_2SO_4 沿烧杯壁缓缓注入水中, 并用玻璃棒不断搅拌。



化学实验操作是进行科学实验的基础。下列操作符合规范的是()

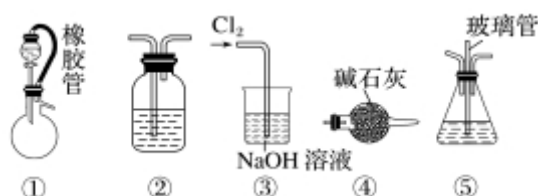
A.碱式滴定管排气泡	
B.溶液加热	
C.试剂存放	
D.溶液滴加	

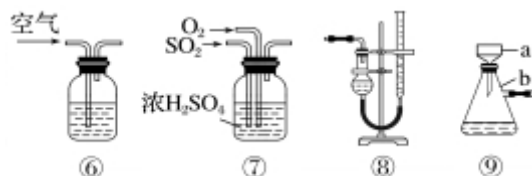
答案 A

解析 碱式滴定管排气泡时, 把橡胶管向上弯曲, 出口上斜, 用力捏挤玻璃珠使溶液从尖嘴涌出, 气泡即可随之排出, A 符合规范; 用试管加热溶液时, 试管夹应夹在距离管口的¹/₃处, 用酒精灯外焰加热, B 不符合规范; 实验室中, 有机物和无机物要分开存放, 盐酸和 NaOH 要分开存放, C 不符合规范; 用胶头滴管滴加溶液时, 胶头滴管不能伸入试管内部, D 不符合规范。

5.仪器作用及操作目的

(1)常考仪器作用的规范描述示例





①中橡胶管的作用：平衡压强，使液体能顺利滴下；减小液体体积对气体体积测量的干扰。

②的作用：干燥气体或除去气体中的杂质。

③的作用：吸收尾气，防止污染空气。

④的作用：干燥气体或吸收气体；防止空气中的二氧化碳、水蒸气对实验产生影响。

⑤的作用：安全瓶，防止瓶内压强过大。

⑥的作用：通除去某些成分的空气，防止实验中产物受装置内残留空气的影响。

⑦的作用：混合气体；干燥气体；通过观察气泡速率控制流量。

⑧的作用：测量气体体积。读数时注意：装置冷却到室温，上下移动量气管使左右两液面高度一致，平视量气管内凹液面最低处读出数值。

⑨中仪器名称与作用：a 为布氏漏斗，b 为抽滤瓶或吸滤瓶，两者组合配合抽气，使抽滤瓶内压强减小，加快过滤的速率。

(2)实验操作的目的作用示例

①恒压滴液漏斗支管的作用：保证反应容器(一般为圆底烧瓶)内压强与恒压滴液漏斗内压强相等(平衡压强)，使恒压滴液漏斗内的液体顺利滴下。

②沉淀用乙醇洗涤的目的：减小固体的溶解损失；除去固体表面吸附的杂质；乙醇挥发带走水分，使固体快速干燥。

③冷凝回流的作用及目的：防止××蒸气逸出而脱离反应体系，提高××物质的转化率。

④“趁热过滤”的目的：防止降温过程中杂质析出，提高产品的纯度。

⑤减压蒸馏(减压蒸发)的原因：减小压强，使液体沸点降低，防止××物质(如H₂O₂、浓硝酸、NH₄HCO₃等)受热分解。

答案 ①相等 顺利滴下 ②快速干燥 ④纯度 ⑤降低 受热分解

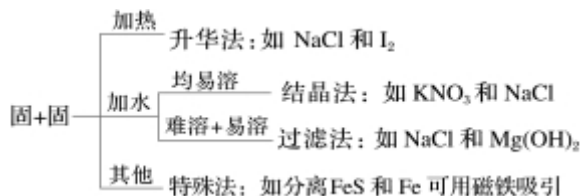


02 物质的分离、提纯

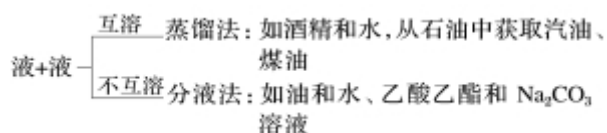
1. 物质分离、提纯的方法

(1)依据物质的物理性质选择分离、提纯的方法

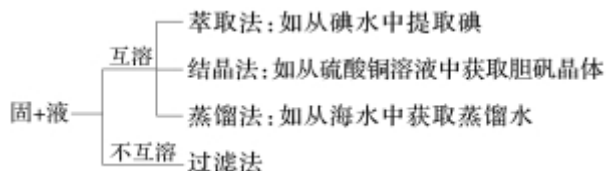
①“固+固”混合物的分离(或提纯)



② “液+液”混合物的分离(或提纯)



③ “固+液”混合物的分离(或提纯)



(2) 依据物质的化学性质选择分离、提纯的方法

方法	原理	杂质成分
沉淀法	将杂质离子转化为沉淀	如 Cl^- 、 SO_4^{2-} 、 CO_3^{2-} 及能形成沉淀的阳离子
气化法	将杂质离子转化为气体	如 CO_3^{2-} 、 HCO_3^- 、 SO_3^{2-} 、 HSO_3^- 、 S^{2-} 、 NH_4^+
杂转纯法	将杂质转化为需要提纯的物质	如杂质中含不同价态的相同元素(用氧化剂或还原剂)、同一种酸的正盐与酸式盐(用酸、酸酐或碱)
氧化还原法	用氧化剂(还原剂)除去具有还原性(氧化性)的杂质	如用酸性 KMnO_4 溶液除去 CO_2 中的 SO_2 、用灼热的铜网除去 N_2 中的 O_2
热分解法	加热使不稳定的物质分解除去	如除去 NaCl 中的 NH_4Cl
酸碱溶解法	利用物质与酸或碱溶液混合后的差异进行分离	如用过量的 NaOH 溶液除去 Fe_2O_3 中的 Al_2O_3



下列各组物质分离提纯方法及依据均正确的是

	分离提纯方法	依据
A	重结晶法除去苯甲酸中的氯化钠	温度对溶解度的影响不同
B	氢氧化钠溶液洗气法除去 CO_2 中的 HCl	化学性质不同
C	分液法分离乙酸正丁酯和正丁醇	沸点不同
D	加热法除去碳酸氢钠固体中的碳酸钠	热稳定性不同

A. A B. B C. C D. D

【答案】A

【详解】A. 温度对苯甲酸、氯化钠的溶解度的影响不同，可以重结晶法除去苯甲酸中的氯化钠，A 正确；

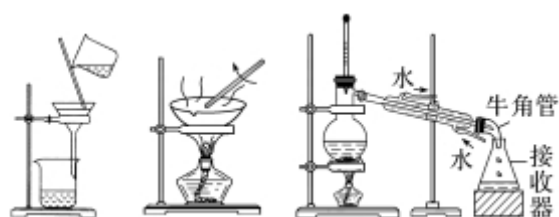
B. 二氧化碳和氯化氢都会被氢氧化钠溶液吸收，B 错误；

C. 乙酸正丁酯和正丁醇互溶，不能分液分离，应该使用蒸馏法分离，C 错误；

D. 碳酸氢钠不稳定，受热分解为碳酸钠和水、二氧化碳，加热使得碳酸氢钠转化为碳酸钠，故不可以加热法除去碳酸氢钠固体中的碳酸钠，D 错误；

故选 A。

2. 物质分离、提纯的装置



①过滤 ②蒸发 ③蒸馏(分馏)



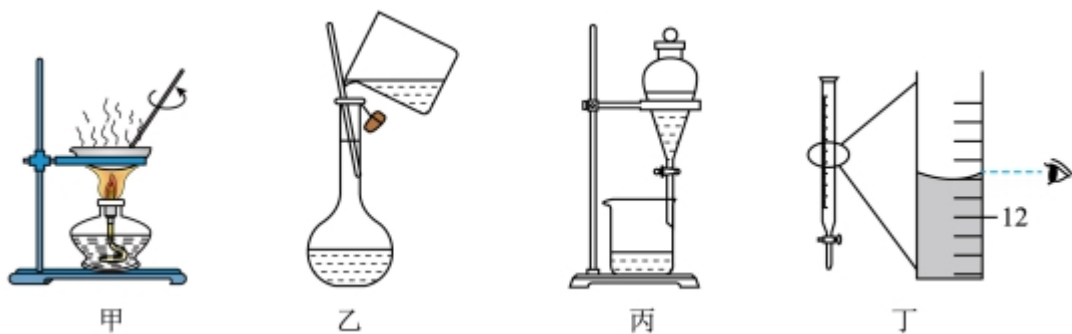
④萃取与分液 ⑤洗气 ⑥升华



⑦减压过滤



下列实验操作及所选实验装置均正确的是



A. 海带提碘实验中使用装置甲将海带灼烧成灰

- B. 配制 NaOH 溶液过程中使用装置乙将 NaOH 固体溶解
- C. 用 NaOH 溶液分离乙醇和乙酸乙酯的混合物使用装置丙
- D. KMnO_4 标准溶液滴定亚铁盐实验，滴定结束时如图丁所示读数

【答案】D

【详解】

- A. 海带提碘实验中使用坩埚将海带灼烧成灰，A 错误；
- B. 容量瓶不能用于溶解和稀释，只能配制一定物质的量浓度的溶液，应先在烧杯中溶解 NaOH 固体，冷却至室温后再转移至容量瓶，B 错误；
- C. 用 NaOH 溶液会使乙酸乙酯水解，应用饱和碳酸钠溶液，C 错误；
- D. 酸性高锰酸钾用酸式滴定管，读数时视线与凹液面相平，D 正确；
- 故选 D。

3. 物质分离、提纯的精准描述

(1)粗盐的提纯

- ①实验室提纯粗盐的实验操作依次为取样、溶解、沉淀、过滤、蒸发、结晶。
- ②若过滤时发现滤液中有少量浑浊，从实验操作的角度分析，可能的原因是过滤时漏斗中液面高出滤纸边缘、玻璃棒靠在单层滤纸一边弄破了滤纸。

(2)从某物质稀溶液中结晶的实验操作

- ①物质溶解度受温度影响较小：蒸发→结晶→过滤。
- ②物质溶解度受温度影响较大或带结晶水：
蒸发浓缩→冷却结晶→过滤。

(3)沉淀剂是否过量的判断方法

- ①静置，取上层清液于一洁净的试管中，继续滴加少量沉淀剂，若无沉淀产生，则证明沉淀剂已过量，否则沉淀剂不过量。
- ②静置，取适量上层清液于一洁净试管中，向其中加入少量与沉淀剂作用产生沉淀的试剂，若产生沉淀，则证明沉淀剂已过量，否则沉淀剂不过量。

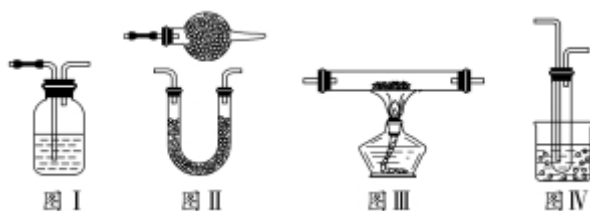
(4)洗涤沉淀的操作

将蒸馏水沿着玻璃棒注入过滤器中至浸没沉淀，静置，待水自然流下，重复操作 2~3 次即可。

(5)判断沉淀是否洗净的操作

取最后一次洗涤液，滴加……(试剂)，若没有……现象，证明沉淀已经洗净。

(6)常见气体除杂装置



图IV为冷凝除杂，如除去 SO_2 中的 SO_3 气体， CO_2 中的 $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4$ 气体等。



1. 常见物质的除杂

物质(括号内为杂质)	除杂试剂	分离方法(或操作)
$\text{NaHCO}_3(\text{Na}_2\text{CO}_3)$ 溶液	<u>CO_2</u>	加酸转化法
$\text{FeCl}_2(\text{FeCl}_3)$	过量铁粉	过滤
$\text{FeCl}_3(\text{FeCl}_2)$	氯水	加氧化剂转化法
$\text{Fe}_2\text{O}_3(\text{Al}_2\text{O}_3)$	过量 <u>NaOH</u> 溶液	过滤
$\text{NH}_4\text{Cl}(\text{FeCl}_3)$	适量氨水	过滤
$\text{KNO}_3(\text{NaCl})$	水	蒸发浓缩、冷却结晶
$\text{NaCl}(\text{KNO}_3)$	水	蒸发结晶、趁热过滤
炭粉(CuO)	盐酸	过滤
$\text{Fe}(\text{Al})$ 粉	过量 <u>NaOH</u> 溶液	过滤
乙醇(水)	CaO	蒸馏
乙酸乙酯(乙酸)	饱和 <u>Na_2CO_3</u> 溶液	分液

2. 常见混合气体的除杂

混合气体(括号内为杂质)	除杂试剂	分离方法
$\text{H}_2(\text{NH}_3)$	浓硫酸	洗气
$\text{Cl}_2(\text{HCl})$	饱和 NaCl 溶液	洗气
$\text{CO}_2(\text{HCl})$	饱和 <u>NaHCO_3</u> 溶液	洗气
$\text{CO}_2(\text{SO}_2)$	饱和 <u>NaHCO_3</u> 溶液	洗气
$\text{CO}_2(\text{CO})$	灼热 <u>CuO</u>	—
$\text{CO}(\text{CO}_2)$	石灰乳或 NaOH 溶液	洗气
$\text{NO}(\text{NO}_2)$	水	洗气
$\text{N}_2(\text{O}_2)$	灼热的铜网	—
$\text{CH}_4(\text{C}_2\text{H}_4)$	溴水	洗气
	酸性高锰酸钾溶液和石灰乳	

2—

3. 实验室进行粗盐提纯时，需除去 Ca^{2+} 、 Mg^{2+} 和 SO_4^{2-} ，所用试剂包括 BaCl_2 以及()

- A. Na_2CO_3 、 NaOH 、 HCl
- B. Na_2CO_3 、 HCl 、 KOH
- C. K_2CO_3 、 HNO_3 、 NaOH
- D. Na_2CO_3 、 NaOH 、 HNO_3

答案 A

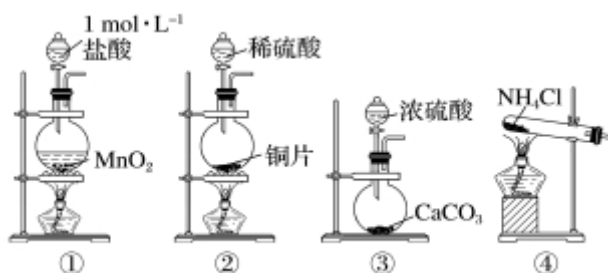
解析 粗盐提纯时，用 NaOH 除去 Mg^{2+} ，用 $BaCl_2$ 除去 SO_4^{2-} ，用 Na_2CO_3 除去 Ca^{2+} 及多余的 Ba^{2+} ，最后用盐酸除去多余的 CO_3^{2-} 、 OH^- 。



03 组合装置图

1. 常见装置图的错因分析

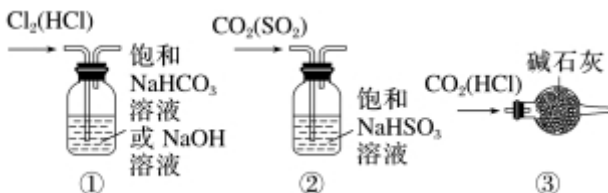
(1) 反应试剂错误



错因分析：

① $1\text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$ 的盐酸是稀盐酸，换成浓盐酸；② 稀硫酸换成浓硫酸；③ 浓硫酸换成稀盐酸；④ 应该是 $Ca(OH)_2$ 、 NH_4Cl 混合固体。

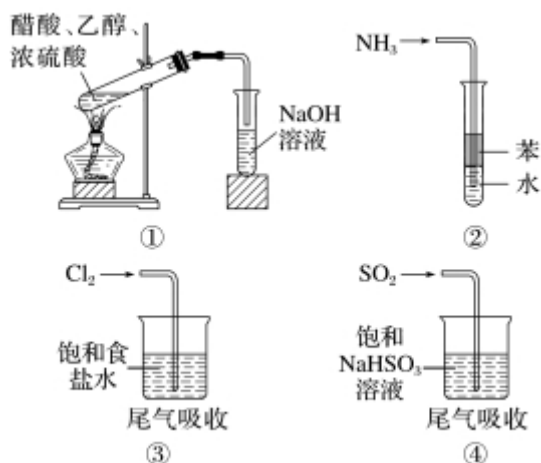
(2) 除杂试剂错误



错因分析：

① 饱和 $NaHCO_3$ 溶液或 $NaOH$ 溶液换成饱和食盐水；② 饱和 $NaHSO_3$ 溶液换成饱和 $NaHCO_3$ 溶液；③ 碱石灰换成 $NaHCO_3$ 固体。

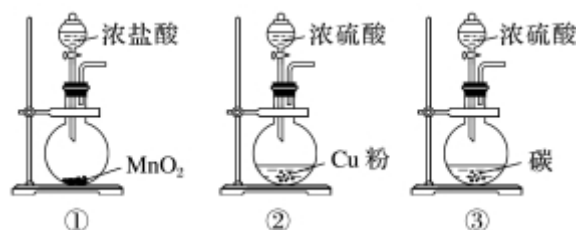
(3) 吸收剂错误



错因分析：

①NaOH 溶液换成饱和 Na_2CO_3 溶液；②苯换成四氯化碳；③饱和食盐水换成 NaOH 溶液；④饱和 NaHSO_3 溶液换成 NaOH 溶液。

(4)反应条件错误



错因分析：

①②③反应都需要加热。

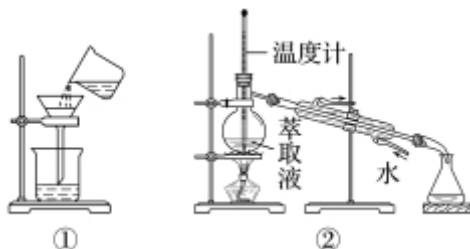
(5)仪器错误



错因分析：

①灼烧海带(固体)用坩埚；②稀硫酸要放在酸式滴定管中；③蒸发结晶要用蒸发皿。

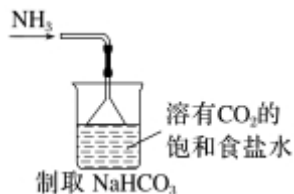
(6)仪器缺少或位置错误



错因分析：

①没有用玻璃棒引流；漏斗下端没有紧靠烧杯内壁；②温度计水银球放在蒸馏烧瓶支管口处，不能伸入液体中。

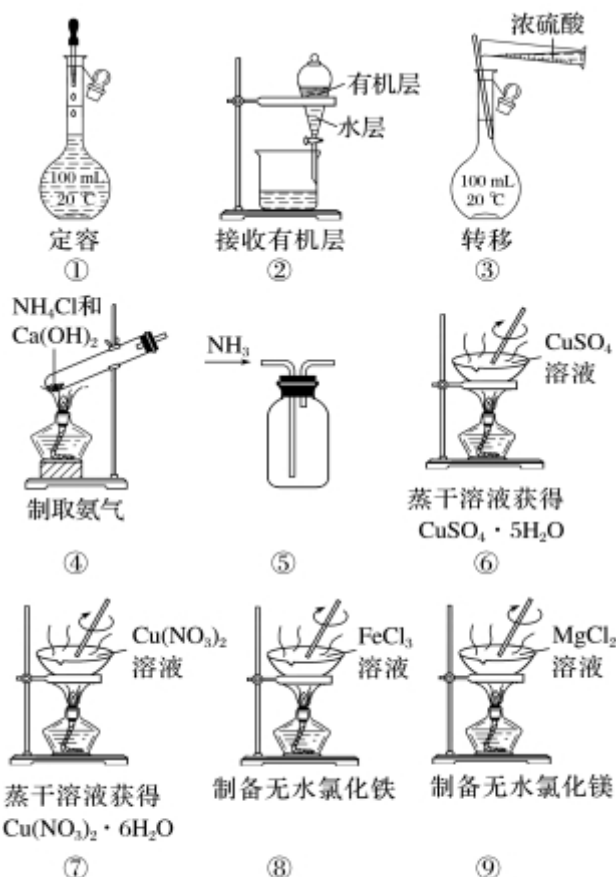
(7)试剂、装置图均错误



错因分析：

应该将 CO_2 通入溶有氨气的饱和食盐水；不需要防倒吸装置。

(8)操作错误

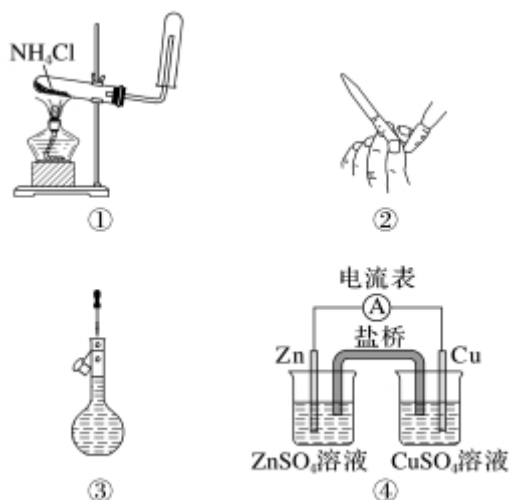


错因分析：

①胶头滴管不能插入容量瓶中；②上层液体从分液漏斗上口倒出；③先将浓硫酸稀释并恢复至室温后再转移；④试管口要略向下倾斜；⑤应该短管进气长管出气；⑥⑦获得带有结晶水的物质，不能将溶液蒸干，应该蒸发浓缩、降温结晶；⑧⑨直接蒸发结晶得不到无水氯化铁、无水氯化镁，应该在 HCl 气流中加热。



下列说法正确的是()



- A. 图①装置可用于制取并收集氨气
- B. 图②操作可排出盛有 KMnO_4 溶液滴定管尖嘴内的气泡
- C. 图③操作俯视刻度线定容会导致所配溶液浓度偏大

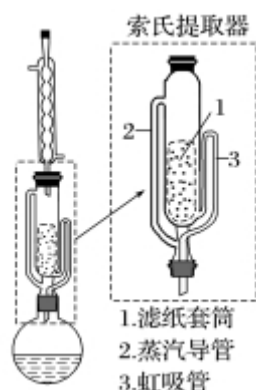
D. 图④装置盐桥中阳离子向 ZnSO_4 溶液中迁移

答案 C

解析 氯化铵受热分解生成氨气和氯化氢,遇冷又化合生成氯化铵,则直接加热氯化铵无法制得氨气,故 A 错误;高锰酸钾溶液具有强氧化性,会腐蚀橡胶管,所以高锰酸钾溶液应盛放在酸式滴定管中,故 B 错误;配制一定物质的量浓度的溶液时,俯视刻度线定容会使溶液的体积偏小,导致所配溶液浓度偏大,故 C 正确;由图可知,锌电极为原电池的负极,铜为正极,盐桥中阳离子向硫酸铜溶液中迁移,故 D 错误。

3.特殊实验装置

(1) 索氏提取器

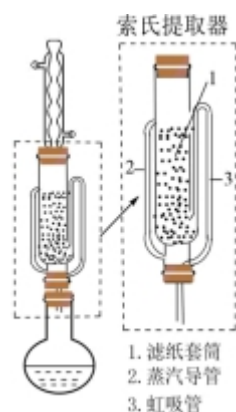


该装置常作为有机物的萃取装置,其优点是使用溶剂少,可连续萃取(萃取效率高),加热前还要加几粒沸石。



NaBH_4 易溶于异丙胺,实验室分离 NaBH_4 和 CH_3ONa 的固体混合物装置如图所示。实验时将 NaBH_4 和 CH_3ONa 混合物放入滤纸套筒 1 中,烧瓶中装入异丙胺(沸点 33°C)。

下列说法错误的是



- A. 与常规萃取相比,索氏提取器的优点是使用溶剂少,可连续萃取
- B. 萃取完全后, NaBH_4 在索氏提取器中
- C. 提取过程中不可选用明火直接加热
- D. 不可用盐酸代替异丙胺进行实验

【答案】B

【分析】索氏提取器中 3 为蒸汽导管，2 为虹吸管，异丙胺受热蒸发，蒸汽沿导管 3 上升至球形冷凝管，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，据此作答。

【详解】A. 根据图示装置，与常规的萃取相比，索氏提取器中当萃取液液面达到虹吸管顶端时，经虹吸管返回烧瓶，萃取后萃取液异丙胺可循环连续萃取，萃取液使用较少，萃取效率高，故 A 正确；

B. NaBH_4 易溶于异丙胺， CH_3ONa 难溶于异丙胺，异丙胺溶解 NaBH_4 后经过滤纸套筒 1 流回圆底烧瓶中，所以萃取完全后， NaBH_4 在圆底烧瓶中，故 B 错误；

C. 异丙胺的沸点不高，受热易蒸发，具有可燃性，所以提取过程中不可选用明火直接加热，宜用水浴加热法，故 C 正确；

D. NaBH_4 具有强还原性，能与盐酸或水发生归中反应生成氢气，并且 CH_3ONa 溶于水、能与盐酸反应，所以实验过程中不可用盐酸代替异丙胺，故 D 正确；

故选 B。

(2) 减压过滤

也称抽滤，可加速过滤，并使沉淀抽吸得较干燥，但不宜过滤胶状沉淀和颗粒太小的沉淀。



循环水真空泵使吸滤瓶内减压，由于瓶内与布氏漏斗液面上形成压力差，因而加快了过滤速度；布氏漏斗上有许多小孔，滤纸应剪成比漏斗的内径略小，但又能把瓷孔全部盖住的大小。用少量水润湿滤纸，开泵，减压使滤纸与漏斗贴紧，然后开始过滤。当停止吸滤时，需先拔掉连接吸滤瓶和泵的橡胶管，再关泵，以防倒吸。为了防止倒吸现象，一般在吸滤瓶和泵之间，装上一个安全瓶。



下列说法不正确的是

- A. 排出碱式滴定管尖嘴气泡时，向上弯曲橡皮管，然后挤压玻璃球，排出气泡
- B. 当有 Cl^- 存在时，铝表面的氧化膜易被破坏，因此铝制容器不宜用来腌制咸菜
- C. 减压过滤不宜用于过滤胶状沉淀，是因为沉淀颗粒太小易形成一层密实沉淀
- D. 某些强氧化剂(如氯酸钾、高锰酸钾)及其混合物不能研磨，否则可能引起爆炸

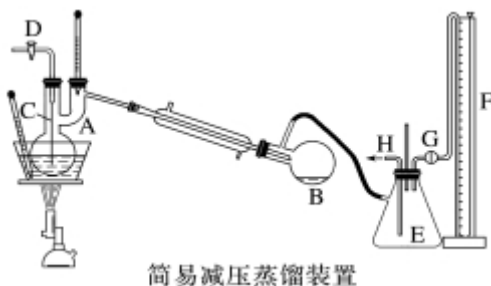
【答案】C

【详解】A. 排出碱式滴定管尖嘴气泡时，将胶管弯曲使玻璃尖嘴斜向上，用两指捏住胶管，轻轻挤压玻璃珠，使溶液从尖嘴流出，从而溶液充满尖嘴，排除气泡，A 正确；
B. 氧化铝为致密的结构，但氯离子存在时，结构被破坏，所以含盐腌制品不宜直接放在铝制容器中，B 正确；
C. 减压过滤不宜过滤胶状沉淀，是因为其胶状颗粒太小容易透过滤纸，C 错误；
D. 强氧化剂(如氯酸钾、高锰酸钾)及其混合物进行研磨时，物质之间可能会发生剧烈的氧化还原反应，发生爆炸，D 正确；

综上所述答案为 C。

(3) 减压蒸馏

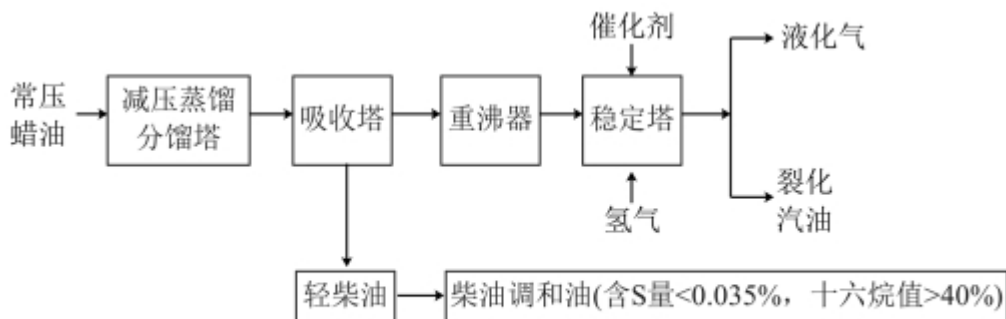
可在较低温度下得到高沸点物质。一些有机物加热到其正常沸点附近时，会由于温度过高而发生氧化、分解或聚合等反应，使其无法在常压下蒸馏，减压蒸馏是分离和提纯有机化合物的常用方法之一。减压蒸馏装置主要由蒸馏、抽气(减压)、安全保护和测压四部分组成。



A—克氏蒸馏烧瓶；B—接收器；C—毛细管；D—螺旋夹；E—缓冲用的吸滤瓶；F—水银压力计；G—三通旋塞；H—导管。



石油常压蒸馏得蜡油($C_{18} \sim C_{30}$)，经催化裂化过程制备汽油及其他产品的工艺流程简图如下：



常压蒸馏蜡油($C_{18} \sim C_{30}$)催化裂化制汽油工艺流程简图

下列说法正确的是

- A. 减压蒸馏能够提高蒸馏温度，使产品更加快速蒸出
- B. 稳定塔中加氢的目的是为了提高裂化汽油中烯烃的含量

C. 轻柴油需脱硫和加氢转化为柴油调和油,其主要目的是降低含 S 量及提高十六烷值

D. 使用重沸器时可通入足量空气将原料气吹出,从而提高转化率

【答案】C

【详解】

A. 减压蒸馏的目的为降低熔沸点,能加快馏分蒸出速率,但不能提高蒸馏温度, A 错误;

B. 催化加氢的目的为降低不饱和度,从而降低了裂化汽油中烯烃的含量, B 错误;

C. 脱硫的目的为降低柴油燃烧时的污染,催化加氢后柴油中十六烷含量上升才能作柴油调和油, C 正确;

D. 将空气通入重沸器,有爆炸的可能, D 错误;

故答案选 C。

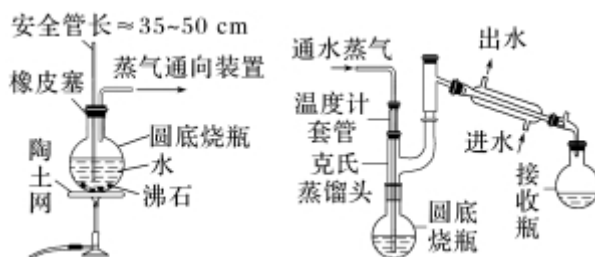
(4) 水蒸气蒸馏

a.原理

许多不溶于水或微溶于水的有机化合物,无论是固体还是液体,只要在 $100\text{ }^{\circ}\text{C}$ 左右具有一定的蒸气压,即有一定的挥发性时,若与水在一起加热就能与水同时蒸馏出来,这就称为水蒸气蒸馏。利用水蒸气蒸馏可把这些化合物同其他挥发性更低的物质分开而达到分离提纯的目的。水蒸气蒸馏也是从动植物中提取芳香油等天然产物最常用的方法之一。

b.装置

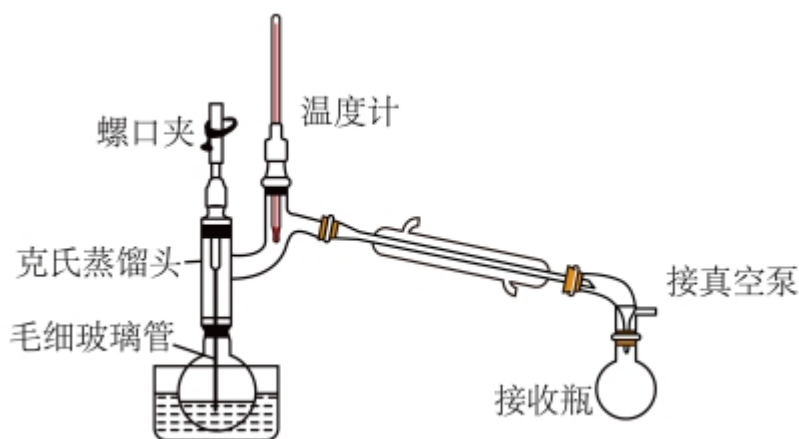
水蒸气蒸馏的装置一般由蒸气发生器和蒸馏装置两部分组成。这两部分在连接部分要尽可能紧凑,以防蒸气在通过长的管道后部分冷凝成水而影响水蒸气蒸馏的效率。



CH_4 和 Cl_2 混合气体在光照下反应生成四种氯代物,其沸点如表所示:

氯代物	CH_3Cl	CH_2Cl_2	CHCl_3	CCl_4
沸点/ $^{\circ}\text{C}$	-24.2	39.8	61.2	76

利用下图所示装置对上述氯代物进行分离,下列叙述正确的是



- A. 毛细玻璃管可以用沸石或玻璃棒替代 B. 克氏蒸馏头的作用是减少液体进入冷凝管
- C. 收集氯仿时温度计指示温度为 39.8°C D. 四氯化碳中一定混有另外三种氯代物

【答案】B

【详解】A. 毛细玻璃管进入少量空气，在液体中形成气化中心，起平衡气压、防暴沸作用，同时兼作搅拌，而玻璃棒只起搅拌作用，沸石只能防暴沸，选项 A 错误；

B. 相比普通蒸馏装置，克氏蒸馏头能减少因沸腾导致液体进入冷凝管的可能性，选项 B 正确；

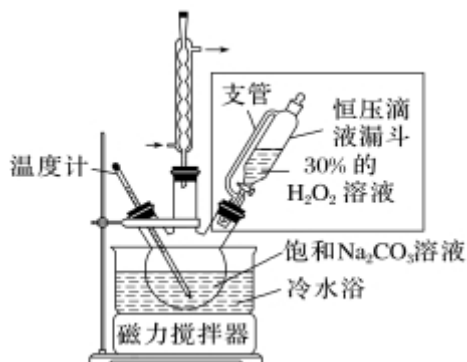
C. 氯仿是三氯甲烷的俗名，蒸馏时温度控制在 $61.2^{\circ}\text{C} \leq T < 76^{\circ}\text{C}$ 内，选项 C 错误；

D. 根据沸点差异，四氯化碳中可能混有三氯甲烷，不会混有一氯甲烷，选项 D 错误；

答案选 B。

(5) 恒压滴液漏斗

操作原理：通过支管保证液面上下的压强一致，从而使得液体能够顺利流下。一般的漏斗流下液体时，如果下方容器是封闭的，流出的液体会挤占原有气体的空间，导致容器内的压强不断增加，压强作用在漏斗内的液体上会提供向上的推力，使得液体不能流下。因此一般的(长颈、分液)漏斗容易导致液体难以流出(堵塞)。装置示意图如图所示。

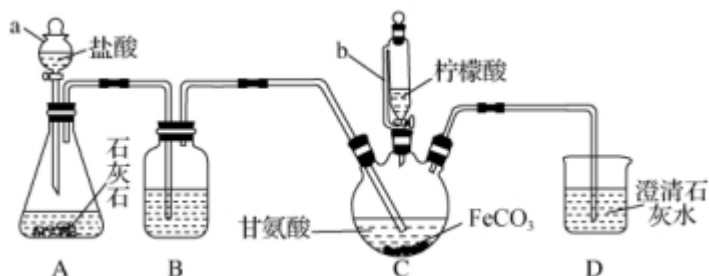


使用对象：一般在封闭体系中用恒压漏斗，比如绝大部分的有机合成实验，因其有机溶剂易挥发、需要隔绝空气(氧气)等。恒压滴液漏斗在上述实验中与烧瓶(或其他反应容器)紧密连接(一般都为标准磨口)

，漏斗也要用塞子密封。此外，因恒压滴液漏斗是合成实验的常规仪器，均为标准磨口，连接方便，一些不需要封闭或条件宽松的滴加过程(比如滴加水)，也常用恒压滴液漏斗。

 定点突破

实验室用 FeCO_3 和甘氨酸($\text{NH}_2\text{CH}_2\text{COOH}$)制备甘氨酸亚铁,实验装置如图所示。下列说法错误的是



- A. 盐酸、石灰石可分别用稀硫酸和碳酸氢钠代替
- B. 装置 B 中的试剂应选用饱和 NaHCO_3 溶液
- C. 实验时澄清石灰水变浑浊后方可打开 b 恒压滴液漏斗的旋塞
- D. 装置 D 的作用是尾气处理

【答案】D

【详解】A. 装置 A 是制备 CO_2 的装置，可以用稀硫酸与碳酸氢钠反应制取 CO_2 ，区别于稀硫酸与碳酸钙，因产生的硫酸钙微溶而不能用于制备 CO_2 气体，A 正确；

B. 装置 B 的作用是除去 CO_2 中的 HCl 气体, 选用饱和 NaHCO_3 溶液, B 正确;

C. A 装置制备 CO_2 的目的是排净装置内的空气, 防止 Fe^{2+} 被氧化, 澄清石灰水变浑浊, 说明已经排净装置内的空气, 可以打开 b 的旋塞, C 正确;

D. 装置 D 中澄清石灰水的作用一是检验装置内空气是否排净, 二是水封, 防止外界的空气进入反应装置将 Fe^{2+} 氧化, D 错误。

故选: D。



04 实验方案的设计与评价

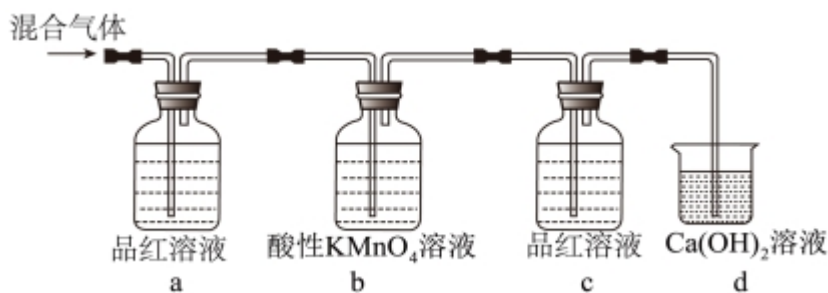
1. 常见气体的检验

气体	检验方法或思路
O ₂	使带火星的木条复燃
NO	在空气中立即变成红棕色
CO	点燃时火焰呈淡蓝色，燃烧产物可使澄清石灰水变浑浊；或将气体通过灼热的 CuO，CuO 由黑色变成红色，且气体产物可使澄清石灰水变浑浊

CO ₂	无色无味的气体且能使澄清石灰水变浑浊，继续通入又可变澄清；使燃着的木条熄灭
SO ₂	无色有刺激性气味的气体且能使品红溶液褪色，加热后又恢复红色；使酸性高锰酸钾溶液褪色
NO ₂	通入水中得到无色溶液并产生气泡，液面上方有红棕色气体产生，水溶液显酸性；使湿润的淀粉-KI 试纸变蓝
Cl ₂	使湿润的淀粉-KI 试纸变蓝
HCl	使湿润的蓝色石蕊试纸变红；靠近浓氨水时冒白烟；将气体通入 AgNO ₃ 溶液中有白色沉淀生成
NH ₃	使湿润的红色石蕊试纸变蓝；使酚酞溶液变红；靠近浓盐酸时冒白烟
CH ₂ =CH ₂	点燃有明亮的火焰，并伴有黑烟，燃烧产物能使澄清石灰水变浑浊；能使酸性高锰酸钾溶液、溴水、溴的四氯化碳溶液褪色



检验碳粉与浓硫酸反应产生气体的装置和所加药品如下，下列叙述不正确的是（ ）



- A. a 中品红溶液褪色，说明混合气体中有 SO₂
- B. b 中 KMnO₄ 溶液的作用是除去 SO₂
- C. b 中发生反应的离子方程式为： $5\text{SO}_2 + 4\text{H}^+ + 2\text{MnO}_4^- = 5\text{SO}_4^{2-} + 2\text{H}_2\text{O} + 2\text{Mn}^{2+}$
- D. c 中品红溶液不褪色，d 中 Ca(OH)₂ 溶液变浑浊，说明混合物中存在 CO₂

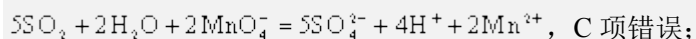
【答案】C

【分析】检验碳粉与浓硫酸反应产生气体，也就是检验二氧化硫与二氧化碳是否存在，二者均能使澄清石灰水变浑浊，因此先检验并除去二氧化硫再检验二氧化碳。

【详解】A. SO₂ 能使品红溶液褪色而 CO₂ 不能，当 a 中品红溶液褪色，说明混合气体中有 SO₂，A 项正确；

B. b 中的 KMnO₄ 溶液的作用是除去 SO₂，防止对后续二氧化碳的检验产生干扰，B 项正确；

C. 题中所给离子方程不符合元素守恒电荷守恒，b 中发生反应的离子方程式为：



D. c 中品红溶液不褪色，证明二氧化硫已被除尽，此时 d 中 Ca(OH)₂

溶液变浑浊，说明混合气体中存在 CO_2 ，D 项正确；

答案选 C。

【点睛】当二氧化碳与二氧化硫同时存在检验二者时，先检验二氧化硫并除尽，防止二氧化硫对二氧化碳的检验产生干扰，再检验二氧化碳。

2. 常见有机物的检验

有机物	检验方法或思路
卤代烃	首先加 NaOH 溶液并加热，再加稀硝酸中和碱液，最后滴加 AgNO_3 溶液
乙醇	可使有黑色氧化膜的灼热铜丝变得光亮(生成铜)，并产生有刺激性气味的气体(乙醛)；与金属钠能够平缓地反应，产生氢气
醛、葡萄糖	与银氨溶液(水浴加热)反应形成银镜；与新制的 $\text{Cu}(\text{OH})_2$ 悬浊液(加热)反应生成砖红色沉淀(Cu_2O)
羧酸	使紫色石蕊溶液变红；使蓝色石蕊试纸变红
酯	与滴有酚酞的稀 NaOH 溶液共热，红色逐渐消失
淀粉	溶液遇碘变为蓝色
蛋白质	灼烧，有烧焦羽毛的气味；加浓硝酸并微热，颜色变黄(含苯环结构的蛋白质用此法)



下列能达到实验目的的是

- A. 检验淀粉已经完全水解：淀粉溶液在稀硫酸存在下水浴加热一段时间，加适量氢氧化钠溶液使其呈碱性，再与银氨溶液混合加热，有光亮的银镜生成
- B. 证明 Y 中是否含有醛基：向 1 mL 1% 的 NaOH 溶液中加入 2 mL 2% 的 CuSO_4 溶液，振荡后再加入 0.5 mL 有机物 Y，加热，未出现砖红色沉淀
- C. 除去苯中的少量苯酚：加入 NaOH 溶液，振荡，静置分层后，用分液漏斗可分离出苯
- D. 检验 RX 是溴代烷：将 RX 与 NaOH 水溶液共热，经充分反应后冷却，向冷却液中加 AgNO_3 溶液，观察沉淀颜色

【答案】C

【详解】A. 由操作和现象可知，淀粉发生水解生成葡萄糖，要确定水解程度还需检验淀粉，由于没有进行淀粉的检验，因此无法证明水解是否完全，A 不符合题意；

B. 检验醛基应该在碱性溶液中，由于加入的 NaOH 溶液不足量，溶液显酸性，不能出现砖红色沉淀，因此不能据此判断 Y 中是否含有醛基，B 不符合题意；

C. 根据苯酚与 NaOH 溶液反应产生可溶于水的苯酚钠，而苯与水是互不相溶的两层液体物质除杂，因此向含有苯酚的苯中加入 NaOH

溶液，充分振荡，静置分层后，用分液漏斗可分离出上层液体即为苯层，C 符合题意；
D. 检验 RX 是溴代烷应该先将 RX 与 NaOH 水溶液共热，经充分反应后冷却，向冷却液中先加入硝酸酸化，使溶液显酸性，然后再加 AgNO_3 溶液，根据产生沉淀的颜色进行判断，以排出 Ag^+ 与 OH^- 反应产生 Ag_2O 沉淀的干扰，D 不符合题意；
故合理选项是 C。

3. 实验目的、操作、现象与结论常见的陷阱设置

根据下列实验操作及现象，判断所得结论是否正确，正确的打“√”，错误的打“×”。

(1) 逻辑陷阱

- ①用铂丝蘸取某溶液进行焰色试验，火焰呈黄色，则该溶液一定是钠盐溶液(×)
- ②向乙醇中加入浓硫酸，加热，溶液变黑，将产生的气体通入酸性 KMnO_4 溶液，溶液褪色，则该气体是乙烯(×)
- ③蘸有浓氨水的玻璃棒靠近溶液 X，有白烟产生，则 X 一定是浓盐酸(×)
- ④向某溶液中加入稀盐酸，产生的气体通入澄清石灰水中，石灰水变浑浊，则该溶液一定是碳酸盐或碳酸氢盐溶液(×)
- ⑤向两份蛋白质溶液中分别滴加饱和 NaCl 溶液和 CuSO_4 溶液，均有固体析出，则蛋白质均发生变性(×)
- ⑥向 Na_2CO_3 溶液中加入冰醋酸，将产生的气体直接通入苯酚钠溶液中，产生白色浑浊，则酸性：醋酸>碳酸>苯酚(×)

(2) 条件陷阱

- ①向 NaCl 和 NaI 稀溶液中滴加少量 AgNO_3 溶液，先出现黄色沉淀，则 $K_{\text{sp}}(\text{AgCl}) > K_{\text{sp}}(\text{AgI})$ (×)
- ②先将硫代硫酸钠与硫酸两种溶液混合后再用水浴加热，观察出现浑浊所用的时间，探究温度对化学反应速率的影响(×)
- ③溴乙烷与 NaOH 溶液共热后，滴加 AgNO_3 溶液，未出现浅黄色沉淀，则溴乙烷未发生水解(×)
- ④在淀粉溶液中加入适量稀硫酸微热，向水解后的溶液中加入新制 $\text{Cu}(\text{OH})_2$ 悬浊液并加热，无砖红色沉淀，则说明淀粉未水解(×)

(3) 原理陷阱

- ①向溶液中滴加硝酸，再滴加 BaCl_2 溶液，有白色沉淀生成，则该溶液中一定含有 SO_4^{2-} (×)
- ②将 SO_2 气体通入 $\text{Ba}(\text{NO}_3)_2$ 溶液中，生成白色沉淀，则此沉淀是 BaSO_3 (×)
- ③将 SO_3 、 SO_2 气体通入 BaCl_2 溶液中，生成白色沉淀，则此沉淀是 BaSO_3 、 BaSO_4 (×)
- ④将 $\text{Fe}(\text{NO}_3)_2$ 样品溶于稀硫酸，滴加 KSCN 溶液，溶液变红，则 $\text{Fe}(\text{NO}_3)_2$

晶体已氧化变质

(×)

⑤向过氧化钠样品中滴加过量的盐酸，将生成的气体通入 BaCl_2 溶液，无白色沉淀生成，则样品未变质(×)

⑥将 SO_2 通入溴水(或碘水或酸性高锰酸钾溶液)，溴水褪色，则 SO_2 有漂白性(×)

⑦向 2 支盛有 2 mL 不同浓度 Na_2SO_3 溶液的试管中同时加入 1 mL 2% H_2O_2 溶液，观察实验现象，则可得浓度对反应速率的影响(×)

⑧向某溶液中先加入氯水或双氧水再滴加 KSCN 溶液，溶液显红色，则该溶液中一定含 Fe^{2+}

(×)



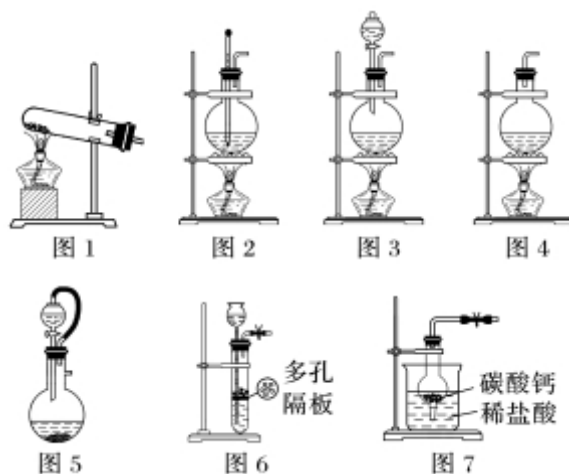
05 制备实验

1. 常见气体的制备

(1)气体制备的一般流程



(2)常见的气体发生装置



固体与液体在常温下反应制备气体的装置，如图 5，分液漏斗与烧瓶间的胶管能平衡气体压强，使液体顺利滴下，排出的气体体积不包括加入液体所占体积；如图 6、图 7，能随制随停，便于控制反应。

(3)常见的净化装置——用于除去气体中的杂质气体

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/416214152232010122>