

模板 01 物质制备和提纯类实验

本节导航

识 · 题型解读 考情分析+命题预测/技巧解读

明 · 模板构建 答题模板+技巧点拨

技法 01 实验仪器及使用方法

技法 02 物质分离和提纯方法

技法 03 实验装置和实验方案的分析评价

技法 04 物质制备流程及解题思路

通 · 模板运用 真题示例+模板答题+变式训练



题型解读

该类试题常以制备某无机物或某有机物为背景进行设计。考查常见仪器的正确使用、物质间的反应、物质分离、提纯的基本操作、实验方案的评价与设计、实验安全及事故处理方法等。涉及装置的选择、仪器的连接顺序、物质的纯化、尾气的处理等等。试题综合性强，信息量大，覆盖面较广。旨在考查考生化学实验与探究的能力及科学探究与创新意识的核心素养。



模板构建



答题模板

第一步: 明确实验目的和原理	实验原理可以从题给的化学情境(或题目所给的实验目的)并结合元素化合物的有关知识获取, 在此基础上, 依据可靠、简捷性、安全性的原则, 确定符合实验目的、要求的实验方案。
第二步: 理清操作顺序	根据由实验原理所确定的实验方案中的实验过程, 确定实验操作的方法和步骤, 把握各实验步骤的要点, 理清实验操作的先后顺序。
第三步: 分析装置或流程作用	若题目中给出装置图, 在分析解答过程中, 要认真细致地分析图中的各部分装置, 并结合实验目的和原理, 确定它们在实验中的作用。
第四步: 得出实验结论	在定性实验的基础上研究量的关系, 根据实验现象和记录的数据, 对实验数据进行筛选, 通过分析、计算、推理等确定有关样品含量及化学式。



技巧点拨

技法 01 实验仪器及使用方法

1. 仪器的连接



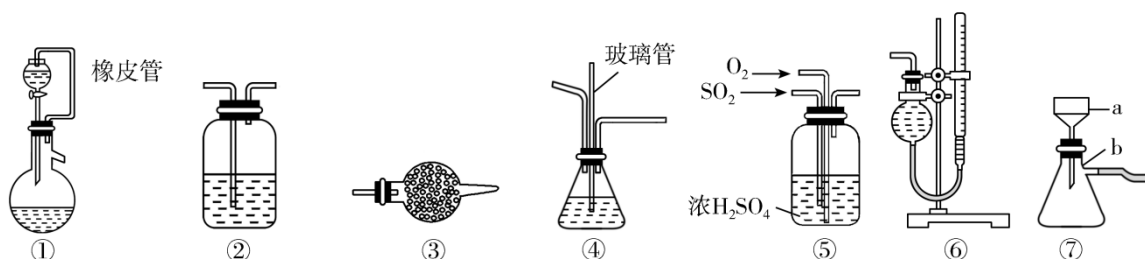
总体原则：“自下而上，从左到右”。

量气装置应：“短”进“长”出

洗气装置应：“长”进“短”出

干燥管应：“大”进“小”出

2. 常用实验装置分析



①中橡皮管的作用：平衡压强，使液体能顺利滴下；降低液体体积对气体体积测量的干扰。

②作用：干燥或除去气体中的杂质。

③作用：干燥气体或吸收气体；防止空气中二氧化碳、水蒸气对实验有干扰。

④作用：安全瓶，防止瓶内压强过大。

⑤作用：混合气体；干燥气体；通过观察气泡速率控制流量。

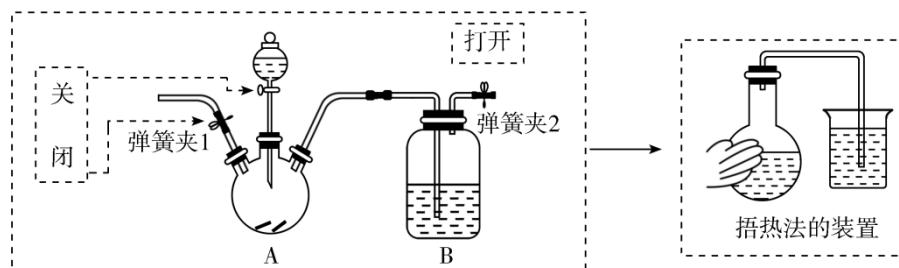
⑥作用：测量气体体积。读数时注意：装置冷却到室温，上下移动量气管使两液面高度一致，平视量气管内凹液面最低处读出数值。

⑦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。

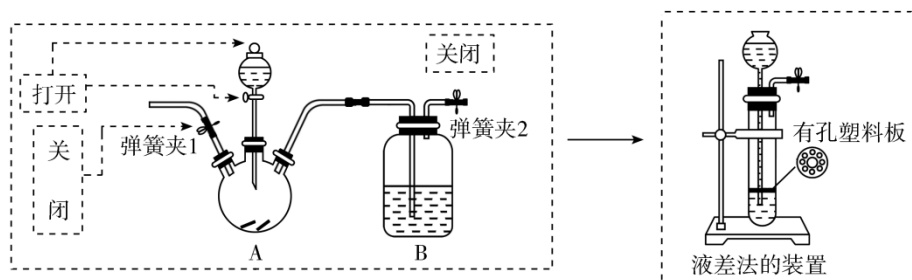
3. 装置中气压原理的运用

(1) 装置的气密性检查

① 热胀冷缩模型

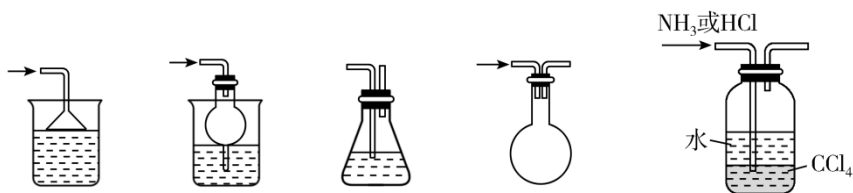


② 液面差法模型



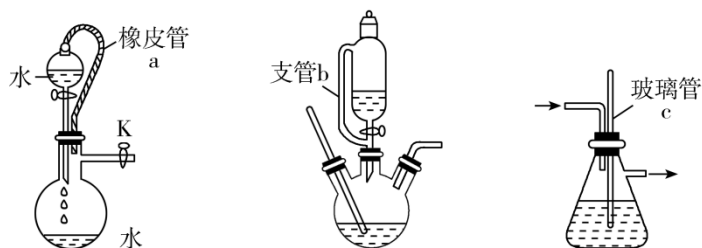
(2)防倒吸和平衡气压

①常见的防倒吸装置



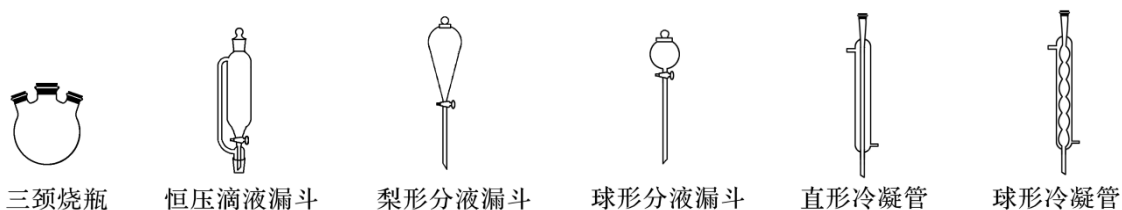
②常见平衡气压的措施

图中橡皮管 a、支管 b、玻璃管 c 都有平衡气压的作用。

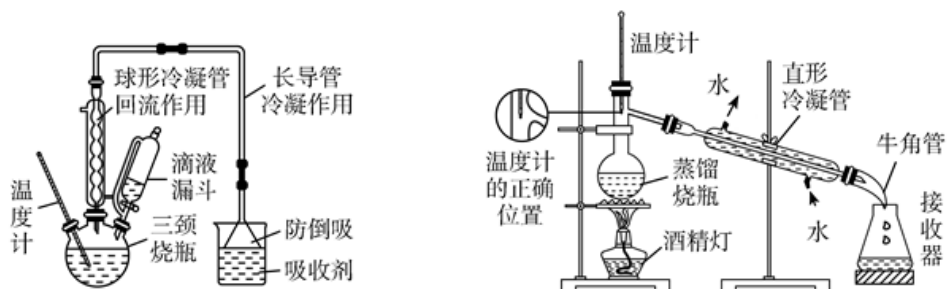


4. 有机物制备常用仪器及用途

(1)常用仪器



(2)有机制备实验典型反应装置和蒸馏装置



①有机化合物易挥发，反应中通常采用冷凝回流装置，以提高原料的利用率和产物的产率。

②

有机反应通常都是可逆反应，且易发生副反应，因此常使价格较低的反应物过量，以提高另一反应物的转化率和产物的产率，同时在实验中需要控制反应条件，以减少副反应的发生。

③根据产品与杂质的性质特点，选择合适的分离、提纯方法。

技法 02 物质分离和提纯方法

1. 物质的分离与提纯的“四原则”和“三必须”

(1)四原则：

①不增，不得引入新杂质；②不减，尽量不减少被提纯的物质；③易分，使被提纯或分离的物质跟其他物质易分离；④复原，被提纯的物质要易被复原。

(2)三必须：①除杂试剂必须过量；②过量试剂必须除尽(除去过量试剂带入的新杂质，同时注意加入试剂的顺序)；③选择最佳的除杂途径。

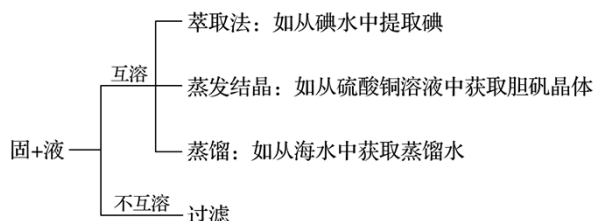
2. 方法的选择

(1)物理方法

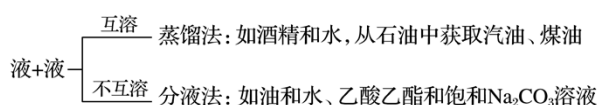
(1)“固+固”混合物的分离(提纯)



(2)“固+液”混合物的分离(提纯)



(3)“液+液”混合物的分离(提纯)



(2)化学方法

沉淀法	将杂质转化为沉淀，如 NaCl 溶液(BaCl_2)
气化法	将杂质转化为气体，如 NaCl 溶液(Na_2CO_3)
热分解法	加热使不稳定的物质分解除去，如 NaCl(NH_4Cl)
杂转纯法	将杂质转化为需要提纯的物质，如 CO_2 (HCl)
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 Fe^{2+} (Cu^{2+})
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提纯，如 Mg(Al)
电解法	利用电解原理除去杂质，如粗铜的电解精炼

调 pH 法	加入试剂来调节溶液的 pH，使溶液中的某成分沉淀而分离，如 $\text{CuCl}_2(\text{FeCl}_3)$
--------	--

技法 03 实验装置和实验方案的分析评价

1. 基本实验方案的分析评价

原理正确	设计实验方案要根据化学变化规律和实验原理，确保原理正确
操作可行	设计实验方案，特别是实验操作要具有可操作性
装置简单	设计实验时，如果能用多套实验装置进行操作，在条件允许的前提下，应选择最简单的实验装置，选择最简单的实验步骤
经济合理	原料一般要求廉价易得
安全环保	实验所选药品尽量无毒，实验过程要安全且不造成环境污染

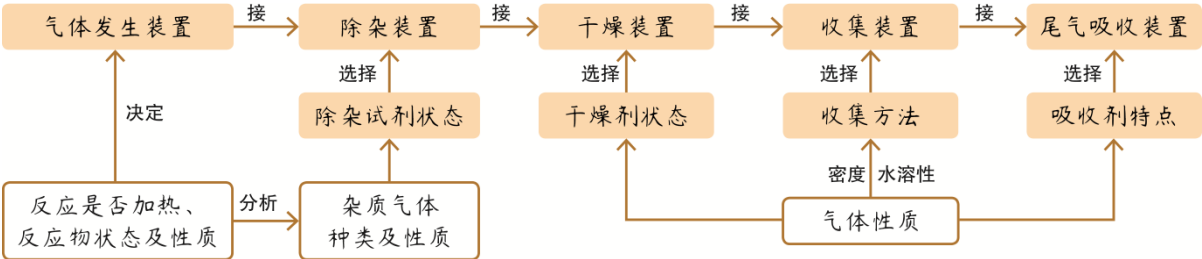
2. 基本实验装置的分析评价

明确目的及原理	审清题中每个选项所给实验目的，分析其实验原理或化学反应的正确性
分析所选试剂及添加顺序	分析所选试剂及添加顺序能否达到实验目的
分析仪器的选用及使用	分析仪器的选择能否达到实验目的或仪器的操作是否正确
分析现象及结论	分析实验现象与结论、原理是否匹配

技法 04 物质制备流程及解题思路

1. 无机物制备实验流程及解题思路

(1) 无机物制备实验流程



(2) 无机物制备实验解题思路

①明确物质制备原理：进行物质制备实验设计前必须先认真审题，明确要制备的物质，弄清题目有哪些新信息，综合学过的知识，通过类比、分析、迁移，从而明确制备原理。

②选择实验仪器与实验试剂：根据制备的物质的性质、需要的反应条件，选择合理的实验仪器和试剂。例如：制备的物质具有强烈的腐蚀性，就不能选用橡胶管连接实验仪器；若反应条件是加热，且温度不超过 $100\text{ }^{\circ}\text{C}$ ，就可以选择水浴加热装置。

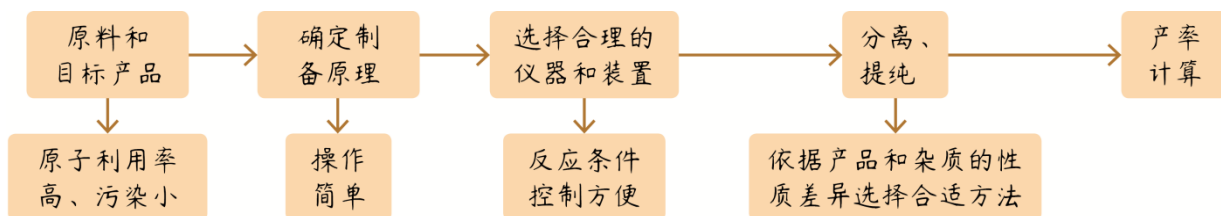
③

设计物质制备步骤：根据物质制备的原理以及所选用的实验仪器和试剂，设计出合理的实验装置和实验操作步骤，实验步骤应完整、简明。考生应该具备识别典型的实验仪器装置图的能力，这是评价实验方案的能力之一。

④检验制备物质的纯度：采用可行的方法对制备的物质进行检验，确定实验是否成功。

2. 无机物制备实验流程及解题思路

(1)有机物制备实验流程



(2)有机物制备实验解题思路

①根据题给信息，初步判定物质性质：

有机物制备一般会给出相应的信息，通常会以表格的形式给出，表格中的数据主要是有机化合物的密度、沸点和在水中的溶解性，在分析这些数据时，要多进行横向和纵向地比较，密度主要是与水比较，沸点主要是表中各物质的比较，溶解性主要是判断溶还是不溶。主要根据这些数据选择分离、提纯的方法。

②注意仪器名称和作用：

所给的装置图中有一些不常见的仪器，要明确这些仪器的作用。

③关注有机反应条件：

大多数有机反应副反应较多，且为可逆反应，因此设计有机物制备实验方案时，要注意控制反应条件，尽可能选择步骤少、副产物少的反应；由于副产物多，所以需要进行除杂、净化。另外，若为两种有机物参加的可逆反应，应考虑多加一些价廉的有机物，以提高另一种有机物的转化率和生成物的产率。



模板运用



真题示例

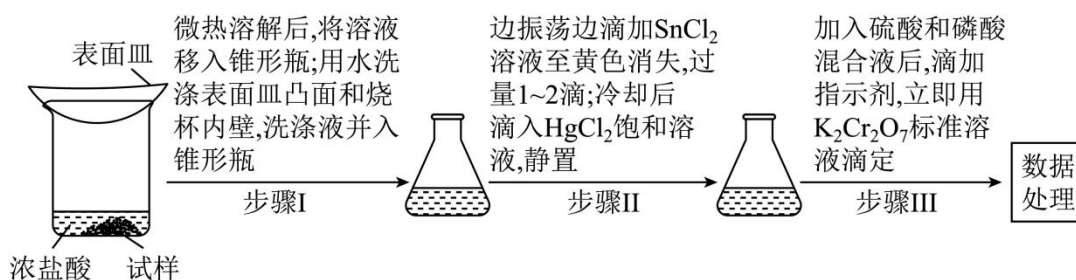
1. (2024·安徽卷) 测定铁矿石中铁含量的传统方法是 $\text{SnCl}_2\text{-HgCl}_2\text{-K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ 滴定法。研究小组用该方法测定质量为 $a\text{ g}$ 的某赤铁矿试样中的铁含量。

【配制溶液】

① $c\text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ 标准溶液。

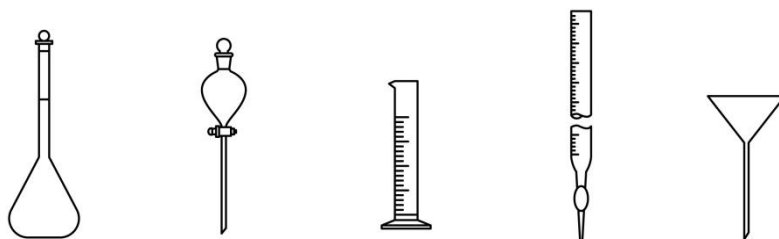
② SnCl_2 溶液：称取 $6\text{ g SnCl}_2\cdot 2\text{H}_2\text{O}$ 溶于 20 mL 浓盐酸，加水至 100 mL ，加入少量锡粒。

【测定含量】按下图所示(加热装置略去)操作步骤进行实验。



已知：氯化铁受热易升华；室温时 HgCl_2 ，可将 Sn^{2+} 氧化为 Sn^{4+} 。难以氧化 Fe^{2+} ； $\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-}$ 可被 Fe^{2+} 还原为 Cr^{3+} 。回答下列问题：

(1)下列仪器在本实验中必须用到的有_____ (填名称)。



(2)结合离子方程式解释配制 SnCl_2 溶液时加入锡粒的原因：_____。

(3)步骤 I 中“微热”的原因是_____。

(4)步探 III 中，若未“立即滴定”，则会导致测定的铁含量_____ (填“偏大”“偏小”或“不变”)。

(5)若消耗 $c \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1} \text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ 标准溶液 $V \text{ mL}$ ，则 $a \text{ g}$ 试样中 Fe 的质量分数为_____ (用含 a 、 c 、 V 的代数式表示)。

(6) SnCl_2 - TiCl_3 - KMnO_4 滴定法也可测定铁的含量，其主要原理是利用 SnCl_2 和 TiCl_3 将铁矿石试样中 Fe^{3+} 还原为 Fe^{2+} ，再用 KMnO_4 标准溶液滴定。

①从环保角度分析，该方法相比于 SnCl_2 - HgCl_2 - $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ ，滴定法的优点是_____。

②为探究 KMnO_4 溶液滴定时， Cl^- 在不同酸度下对 Fe^{2+} 测定结果的影响，分别向下列溶液中加入 1 滴 $0.1 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1} \text{KMnO}_4$ 溶液，现象如下表：

	溶液	现象
空白实验	2mL $0.3 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1} \text{NaCl}$ 溶液 + 0.5mL 试剂 X	紫红色不褪去
实验 I	2mL $0.3 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1} \text{NaCl}$ 溶液 + 0.5 mL $0.1 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$ 硫酸	紫红色不褪去
实验 ii	2mL $0.3 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1} \text{NaCl}$ 溶液 + 0.5 mL $6 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$ 硫酸	紫红色明显变浅

表中试剂 X 为_____；根据该实验可得出的结论是_____。

【答案】(1)容量瓶、量筒

(2) Sn^{2+} 易被空气氧化为 Sn^{4+} ，离子方程式为 $2\text{Sn}^{2+} + \text{O}_2 + 4\text{H}^+ = 2\text{Sn}^{4+} + 2\text{H}_2\text{O}$ ，加入 Sn ，发生反应

$\text{Sn}^{4+} + \text{Sn} = 2\text{Sn}^{2+}$ ，可防止 Sn^{2+} 氧化

(3)增大 $\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ 的溶解度，促进其溶解

(4)偏小

(5) $\frac{33.6cV}{a}\%$

(6)更安全，对环境更友好 H_2O 酸性越强， KMnO_4 的氧化性越强， Cl^- 被 KMnO_4 氧化的可能性越大，对 Fe^{2+} 测定结果造成干扰的可能性越大，因此在 KMnO_4 标准液进行滴定时，要控制溶液的 pH 值

【第一步 明确实验目的和原理】测定铁矿石中铁含量的传统方法是 $\text{SnCl}_2\text{-HgCl}_2\text{-K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ 滴定法。研究小组用该方法测定质量为 $a\text{ g}$ 的某赤铁矿试样中的铁含量。

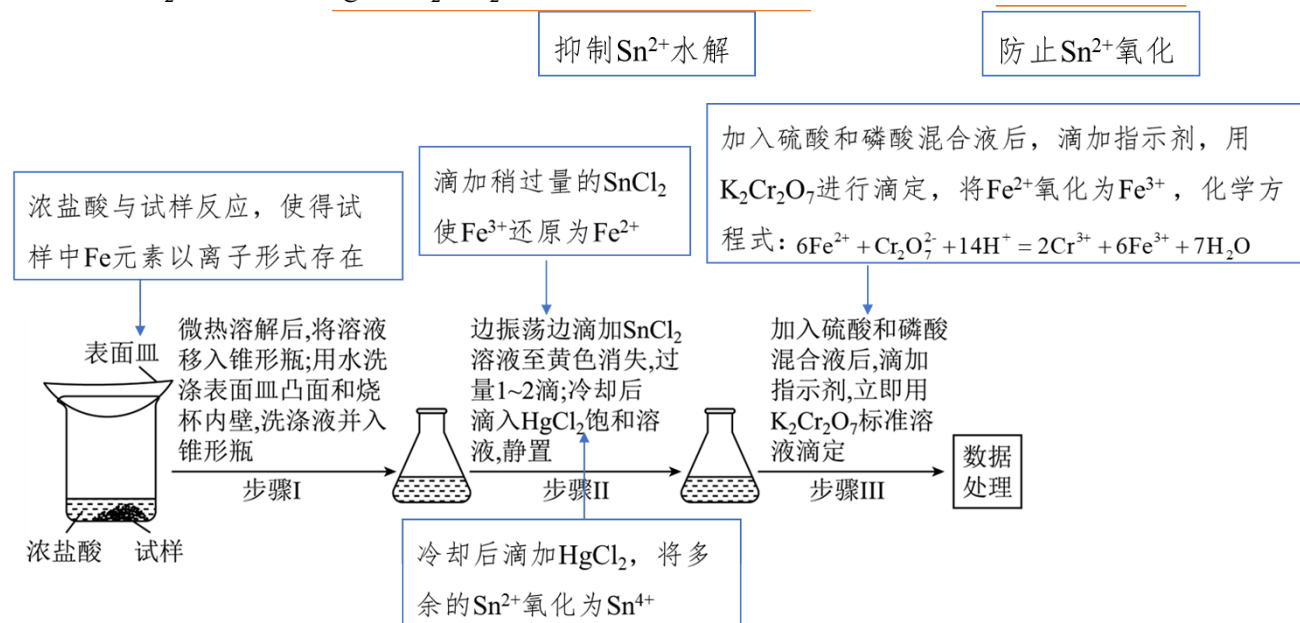
【第二步 理清操作顺序】

【配制溶液】配制 $c\text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ 标准溶液和 SnCl_2 溶液。

【测定含量】将样品中的 Fe 转化为 Fe^{2+} ，用滴定法测定 Fe 元素的含量。

【第三步 分析实验装置或流程作用】

SnCl_2 溶液：称取 6 g $\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ 溶于 20 mL 浓盐酸，加水至 100 mL ，加入少量锡粒。



【第四步 得出实验结论】

(1)配制 SnCl_2 溶液需要用到容量瓶和量筒，滴定需要用到酸式滴定管，但给出的为碱式滴定管，因此给出仪器中，本实验必须用到容量瓶、量筒；

(2) Sn^{2+} 易被空气氧化为 Sn^{4+} ，离子方程式为 $2\text{Sn}^{2+} + \text{O}_2 + 4\text{H}^+ = 2\text{Sn}^{4+} + 2\text{H}_2\text{O}$ ，加入 Sn ，发生反应

$\text{Sn}^{4+} + \text{Sn} = 2\text{Sn}^{2+}$ ，可防止 Sn^{2+} 氧化；

(3) 步骤 I 中“微热”是为了增大 $\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ 的溶解度，促进其溶解；

(4) 步骤 III 中，若未“立即滴定”， Fe^{2+} 易被空气中的 O_2 氧化为 Fe^{3+} ，导致测定的铁含量偏小；

(5) 根据方程式 $6\text{Fe}^{2+} + \text{Cr}_2\text{O}_7^{2-} + 14\text{H}^+ = 2\text{Cr}^{3+} + 6\text{Fe}^{3+} + 7\text{H}_2\text{O}$ 可得： $n(\text{Fe}^{2+}) = 6 \times n(\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-}) = 6 \times 10^{-3} \text{cVmol}$ ，

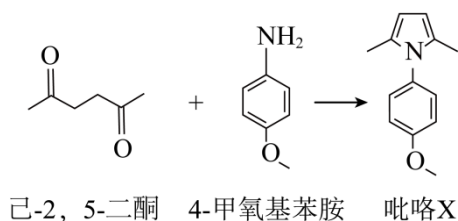
ag 试样中 Fe 元素的质量为 $6 \times 10^{-3} \text{cVmol} \times 56 \text{g/mol} = 0.336 \text{cVg}$ ，质量分数为 $\frac{0.336 \text{cVg}}{\text{ag}} \times 100\% = \frac{33.6 \text{cV}}{\text{a}} \%$

(6) ① $\text{SnCl}_2\text{-HgCl}_2\text{-K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ 方法中， HgCl_2 氧化 Sn^{2+} 的离子方程式为： $\text{Hg}^{2+} + \text{Sn}^{2+} = \text{Sn}^{4+} + \text{Hg}$ ，生成的 Hg

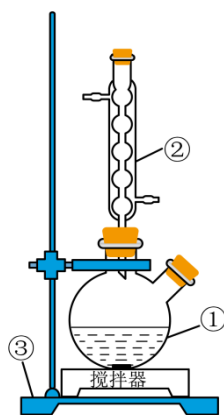
有剧毒，因此 $\text{SnCl}_2\text{-TiCl}_3\text{-KMnO}_4$ 相比于 $\text{SnCl}_2\text{-HgCl}_2\text{-K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ 的优点是：更安全，对环境更友好；

② 2mL $0.3 \text{mol} \cdot \text{L}^{-1} \text{NaCl}$ 溶液 + 0.5mL 试剂 X，为空白试验，因此 X 为 H_2O ；由表格可知，酸性越强， KMnO_4 的氧化性越强，Cl⁻ 被 KMnO_4 氧化的可能性越大，对 Fe^{2+} 测定结果造成干扰的可能性越大，因此在 KMnO_4 标准液进行滴定时，要控制溶液的 pH 值。

2. (2024·新课标卷) 吡咯类化合物在导电聚合物、化学传感器及药物制剂上有着广泛应用。一种合成 1-(4-甲氧基苯基)-2,5-二甲基吡咯(用吡咯 X 表示)的反应和方法如下：



实验装置如图所示，将 100 mmol 己-2,5-二酮(熔点： -5.5°C ，密度： $0.737 \text{g} \cdot \text{cm}^{-3}$)与 100 mmol 4-甲氧基苯胺(熔点： 57°C)放入①中，搅拌。



待反应完成后，加入 50% 的乙醇溶液，析出浅棕色固体。加热至 65°C ，至固体溶解，加入脱色剂，回

min, 趁热过滤。滤液静置至室温, 冰水浴冷却, 有大量白色固体析出。经过滤、洗涤、干燥得到产品。

回答下列问题:

- (1)量取己-2, 5-二酮应使用的仪器为_____ (填名称)。
- (2)仪器①用铁夹固定在③上, ③的名称是_____; 仪器②的名称是_____。
- (3)“搅拌”的作用是_____。
- (4)“加热”方式为_____。
- (5)使用的“脱色剂”是_____。
- (6)“趁热过滤”的目的是_____; 用_____洗涤白色固体。
- (7)若需进一步提纯产品, 可采用的方法是_____。

模板答题

【答案】 (1)酸式滴定管

(2)铁架台 球形冷凝管

(3)使固液充分接触, 加快反应速率

(4)水浴加热

(5)活性炭

(6)防止产品结晶损失, 提高产率 50%的乙醇溶液

(7)重结晶

【第一步 明确实验目的和原理】

合成 1-(4-甲氧基苯基)-2, 5-二甲基吡咯。

【第二步 理清操作顺序】

将100 mmol己-2, 5-二酮(熔点: -5.5°C , 密度: $0.737\text{g}\cdot\text{cm}^{-3}$)与100 mmol 4-甲氧基苯胺(熔点: 57°C)放入两颈烧瓶中。

待反应完成后, 加入50%的乙醇溶液, 析出浅棕色固体。

加热至 65°C , 至固体溶解, 加入脱色剂, 回流20 min, 趁热过滤。

滤液静置至室温, 冰水浴冷却, 有大量白色固体析出。经过滤、洗涤、干燥得到产品。

【第三步 分析实验装置或流程作用】

利用球形冷凝管进行冷凝回流提高原料利用率, 通过搅拌来提高反应速率

含杂质的产品

脱色剂为不溶于水和乙醇等溶剂的固体, 如: 活性炭。

趁热过滤, 使产品尽可能多地进入滤液。

【第四步 得出实验结论】

(1)己-2, 5-二酮的摩尔质量为 $114\text{g}\cdot\text{mol}^{-1}$, 根据题中所给数据可知, 所需己-2, 5-二酮的体积为

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/418075005055007045>