

押江苏卷第 16 题

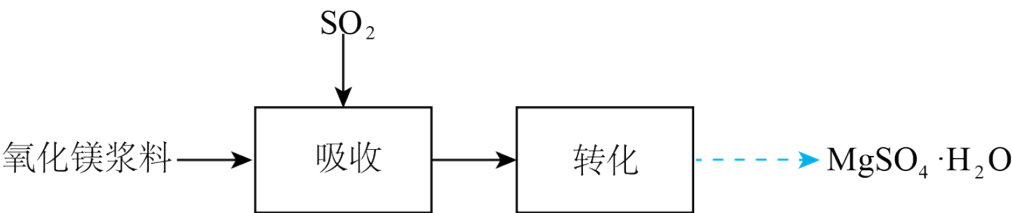
化学实验综合

命题探究

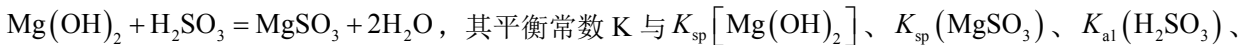
核心考点	考情统计	考向预测	备考策略
化学实验综合	2023 · 江苏卷, 16 2022 · 江苏卷, 16 2021 · 江苏卷, 17	以物质制备为背景, 综合考查实验操作、实验方案设计以及化学计算知识	1. 重点关注与化学计算、反应原理等其他模块交叉知识, 高考题经常综合考查; 2. 掌握滴定计算以及实验方案设计的解题方法

真题回顾

1. (2023 · 江苏卷, 16) 实验室模拟“镁法工业烟气脱硫”并制备 $\text{MgSO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$, 其实验过程可表示为



(1) 在搅拌下向氧化镁浆料中匀速缓慢通入 SO_2 气体, 生成 MgSO_3 , 反应为



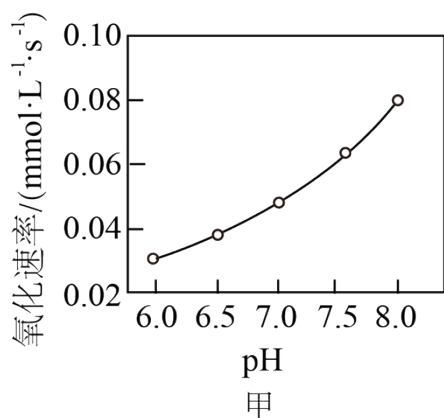
$K_{\text{a2}}(\text{H}_2\text{SO}_3)$ 的代数关系式为 $K = \underline{\hspace{2cm}}$; 下列实验操作一定能提高氧化镁浆料吸收 SO_2 效率的有

(填序号)。

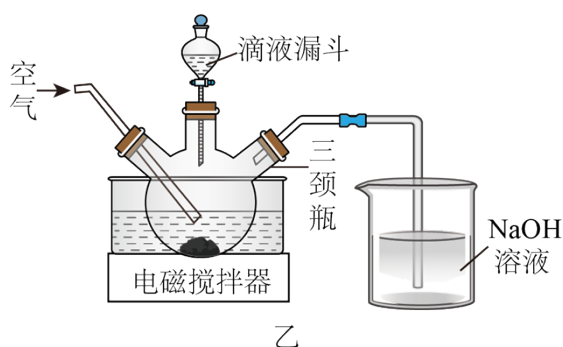
- A. 水浴加热氧化镁浆料
- B. 加快搅拌速率
- C. 降低通入 SO_2 气体的速率

D. 通过多孔球泡向氧化镁浆料中通 SO_2

(2) 在催化剂作用下 MgSO_3 被 O_2 氧化为 MgSO_4 。已知 MgSO_3 的溶解度为 $0.57\text{g}(20^\circ\text{C})$ ， O_2 氧化溶液中 SO_3^{2-} 的离子方程式为_____；在其他条件相同时，以负载钴的分子筛为催化剂，浆料中 MgSO_3 被 O_2 氧化的速率随 pH 的变化如题图甲所示。在 $\text{pH}=6\sim 8$ 范围内，pH 增大，浆料中 MgSO_3 的氧化速率增大，其主要原因是_____。



(3) 制取 $\text{MgSO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ 晶体。在如题图乙所示的实验装置中，搅拌下，使一定量的 MgSO_3 浆料与 H_2SO_4 溶液充分反应。 MgSO_3 浆料与 H_2SO_4 溶液的加料方式是_____；补充完整制取 $\text{MgSO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ 晶体的实验方案向含有少量 Fe^{3+} 、 Al^{3+} 的 MgSO_4 溶液中，_____。(已知： Fe^{3+} 、 Al^{3+} 在 $\text{pH} \geq 5$ 时完全转化为氢氧化物沉淀；室温下从 MgSO_4 饱和溶液中结晶出 $\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ ， $\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ 在 $150\sim 170^\circ\text{C}$ 下干燥得到 $\text{MgSO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ ，实验中需要使用 MgO 粉末)



【答案】(1)
$$\frac{K_{\text{sp}}[\text{Mg}(\text{OH})_2] \times K_{\text{a1}}(\text{H}_2\text{SO}_3) \times K_{\text{a2}}(\text{H}_2\text{SO}_3)}{K_{\text{sp}}(\text{MgSO}_3) \times K_{\text{w}}^2}$$

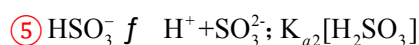
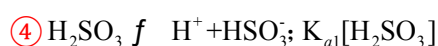
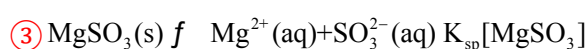
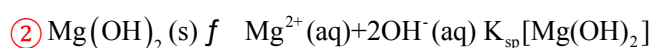
BD

(2) $2\text{SO}_3^{2-} + \text{O}_2 \xrightarrow{\text{催化剂}} 2\text{SO}_4^{2-}$ pH 增大，抑制 SO_3^{2-} 的水解，反应物 SO_3^{2-} 的浓度增大，故可加快氧化速率

(3) 用滴液漏斗向盛有 MgSO_3 浆料的三颈烧瓶中缓慢滴加硫酸溶液

分批加入少量氧化镁粉末，搅拌，直至用 pH 试纸测得 $\text{pH} \geq 5$ ，过滤；将滤液蒸发浓缩、降温至室温结晶，过滤，所得晶体在 $150 \sim 170^\circ\text{C}$ 干燥。

【解析】本实验的目的是为了制取 $\text{MgSO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ ，首先在搅拌下向氧化镁浆料中匀速缓慢通入 SO_2 气体，生成 MgSO_3 ，然后使一定量的 MgSO_3 浆料与 H_2SO_4 溶液充分反应生成硫酸镁，在硫酸镁的溶液中加入氧化镁调节溶液的 pH 除去三价铁和三价铝，将滤液蒸发浓缩、降温至室温结晶，过滤，所得晶体在 $150 \sim 170^\circ\text{C}$ 干燥即可得到 $\text{MgSO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ 。(1) 已知下列反应：① $\text{Mg}(\text{OH})_2 + \text{H}_2\text{SO}_3 = \text{MgSO}_3 + 2\text{H}_2\text{O}$ K



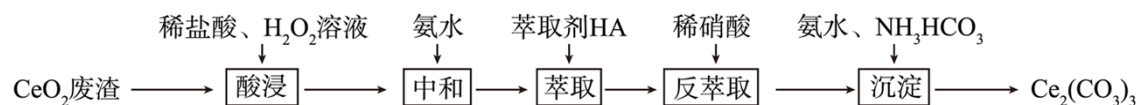
根据盖斯定律，①=②-③+④+⑤-⑥ $\times 2$ ，故 $K = \frac{K_{\text{sp}}[\text{Mg}(\text{OH})_2] \times K_{\text{a1}}(\text{H}_2\text{SO}_3) \times K_{\text{a2}}(\text{H}_2\text{SO}_3)}{K_{\text{sp}}(\text{MgSO}_3) \times K_{\text{w}}^2}$ ；加热可加快

反应速率，但温度升高， SO_2 在水中溶解度降低，且会导致 H_2SO_3 受热分解，不一定能提高吸收 SO_2 效率，A 错误；加快搅拌速率，可以使反应物充分接触，提高吸收 SO_2 效率，B 正确；降低通入 SO_2 气体的速率， SO_2 可与 MgO 浆料充分接触，但会降低反应速率，不一定能提高吸收 SO_2 效率，C 错误；多孔球泡可以让 SO_2 与 MgO 浆料充分接触，能提高吸收 SO_2 效率，D 正确；故选 BD。(2) 根据题意， O_2 氧化溶液中的 SO_3^{2-} ，

SO_3^{2-} 被氧化为 SO_4^{2-} ， 1mol O_2 氧化 2mol SO_3^{2-} ，故 O_2 氧化溶液中 SO_3^{2-} 的离子方程式为： $2\text{SO}_3^{2-} + \text{O}_2 \xrightarrow{\text{催化剂}} 2\text{SO}_4^{2-}$ ；

pH 增大，抑制 SO_3^{2-} 的水解，反应物 SO_3^{2-} 的浓度增大，故可加快氧化速率。(3) 在进行含固体物质的反应物与液体反应的实验时，应将含固体物质的反应物放在三颈瓶中，通过滴液漏斗滴加液体， H_2SO_4 溶液的滴加速率要慢，以免 H_2SO_4 过量；根据题意，首先需要调节 $\text{pH} \geq 5$ 以除去 Fe^{3+} 、 Al^{3+} 杂质，需要用到的试剂为 MgO 粉末，操作细节为分批加入少量 MgO 粉末，以免 pH 过高，不断搅拌进行反应直至检测到 $\text{pH} \geq 5$ ，然后过滤除去氢氧化铁、氢氧化铝沉淀；接着需要从溶液中得到 $\text{MgSO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ ，根据题目信息，室温下结晶只能得到 $\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ ，因此需要在 $150 \sim 170^\circ\text{C}$ 下干燥得到 $\text{MgSO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ ，操作细节为将滤液蒸发浓缩、降温至室温结晶，过滤，所得晶体在 $150 \sim 170^\circ\text{C}$ 干燥。

2. (2022·江苏卷, 16) 实验室以二氧化铈(CeO_2)废渣为原料制备 Cl^- 含量少的 $\text{Ce}_2(\text{CO}_3)_3$, 其部分实验过程如下:



(1)“酸浸”时 CeO_2 与 H_2O_2 反应生成 Ce^{3+} 并放出 O_2 , 该反应的离子方程式为_____。

(2)pH 约为 7 的 CeCl_3 溶液与 NH_4HCO_3 溶液反应可生成 $\text{Ce}_2(\text{CO}_3)_3$ 沉淀, 该沉淀中 Cl^- 含量与加料方式有关。

得到含 Cl^- 量较少的 $\text{Ce}_2(\text{CO}_3)_3$ 的加料方式为_____ (填序号)。

A. 将 NH_4HCO_3 溶液滴加到 CeCl_3 溶液中 B. 将 CeCl_3 溶液滴加到 NH_4HCO_3 溶液中

(3)通过中和、萃取、反萃取、沉淀等过程, 可制备 Cl^- 含量少的 $\text{Ce}_2(\text{CO}_3)_3$ 。已知 Ce^{3+} 能被有机萃取剂(简称 HA)萃取, 其萃取原理可表示为



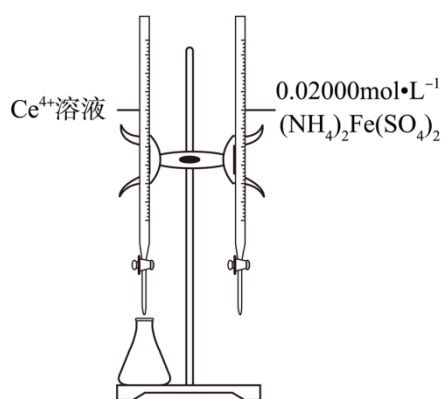
①加氨水“中和”去除过量盐酸, 使溶液接近中性。去除过量盐酸的目的是_____。

②反萃取的目的是将有机层 Ce^{3+} 转移到水层。使 Ce^{3+} 尽可能多地发生上述转移, 应选择的实验条件或采取的实验操作有_____ (填两项)。

③与“反萃取”得到的水溶液比较, 过滤 $\text{Ce}_2(\text{CO}_3)_3$ 溶液的滤液中, 物质的量减小的离子有_____ (填化学式)。

(4)实验中需要测定溶液中 Ce^{3+} 的含量。已知水溶液中 Ce^{4+} 可用准确浓度的 $(\text{NH}_4)_2\text{Fe}(\text{SO}_4)_2$ 溶液滴定。以苯代邻氨基苯甲酸为指示剂, 滴定终点时溶液由紫红色变为亮黄色, 滴定反应为 $\text{Fe}^{2+} + \text{Ce}^{4+} = \text{Fe}^{3+} + \text{Ce}^{3+}$ 。请

补充完整实验方案: ①准确量取 25.00mL Ce^{3+} 溶液 [$c(\text{Ce}^{3+})$ 约为 $0.2\text{mol}\cdot\text{L}^{-1}$], 加氧化剂将 Ce^{3+} 完全氧化并去除多余氧化剂后, 用稀硫酸酸化, 将溶液完全转移到 250mL 容量瓶中后定容; ②按规定操作分别将 $0.02000\text{mol}\cdot\text{L}^{-1}(\text{NH}_4)_2\text{Fe}(\text{SO}_4)_2$ 和待测 Ce^{4+} 溶液装入如图所示的滴定管中: ③_____。



【答案】(1) $2\text{CeO}_2 + \text{H}_2\text{O}_2 + 6\text{H}^+ = 2\text{Ce}^{3+} + \text{O}_2\uparrow + 4\text{H}_2\text{O}$

(2)B

(3) 降低溶液中氢离子的浓度，促进碳酸氢根离子的电离，增大溶液中碳酸根离子的浓度 酸性条件，多次萃取 Ce^{3+}

(4)从左侧滴定管中放出一定体积的待测 Ce^{4+} 溶液，加入指示剂苯代邻氨基苯甲酸，用

$0.02000\text{mol}\cdot\text{L}^{-1}(\text{NH}_4)_2\text{Fe}(\text{SO}_4)_2$ 来滴定，当滴入最后半滴标准液时，溶液由紫红色变为亮黄色，即达到滴定终点，记录标准液的体积

【解析】首先用稀盐酸和过氧化氢溶液酸浸二氧化铈废渣，得到三价铈，加入氨水调节 pH 后用萃取剂萃取其中的三价铈，增大三价铈浓度，之后加入稀硝酸反萃取其中的三价铈，再加入氨水和碳酸氢铵制备产物。

(1)根据信息反应物为 CeO_2 与 H_2O_2 ，产物为 Ce^{3+} 和 O_2 ，根据电荷守恒和元素守恒可知其离子方程式为：

$2\text{CeO}_2 + \text{H}_2\text{O}_2 + 6\text{H}^+ = 2\text{Ce}^{3+} + \text{O}_2\uparrow + 4\text{H}_2\text{O}$ 。(2)反应过程中保持 CeCl_3 少量即可得到含 Cl^- 量较少的 $\text{Ce}_2(\text{CO}_3)_3$ ，故

选 B。(3)①增大碳酸根离子的浓度有助于生成产物，故答案为：降低溶液中氢离子的浓度，促进碳酸氢根离子的电离，增大溶液中碳酸根离子的浓度；②根据萃取原理可知，应选择的实验条件是酸性条件，为了使 Ce^{3+} 尽可能多地发生上述转移，可以采用多次萃取；③“反萃取”得到的水溶液中含有浓度较大的 Ce^{3+} ，过滤后溶液中 Ce^{3+} 离子浓度较小，故答案为： Ce^{3+} 。(4)

应该用标准液滴定待测 Ce^{4+} 溶液，用苯代邻氨基苯甲酸作指示剂，故答案为：从左滴定管中放出一定体积的待测 Ce^{4+} 溶液，加入指示剂苯代邻氨基苯甲酸，用 $0.02000\text{mol}\cdot\text{L}^{-1}(\text{NH}_4)_2\text{Fe}(\text{SO}_4)_2$ 来滴定，当滴入最后半滴标准液时，溶液由紫红色变为亮黄色，即达到滴定终点，记录标准液的体积。

3. (2021·江苏卷，17) 以软锰矿粉(含 MnO_2 及少量 Fe、Al、Si、Ca、Mg 等的氧化物)为原料制备电池级 MnO_2 。

(1)浸取。将一定量软锰矿粉与 Na_2SO_3 、 H_2SO_4

溶液中的一种配成悬浊液，加入到三颈瓶中(图 1)，70℃下通过滴液漏斗缓慢滴加另一种溶液，充分反应，过滤。滴液漏斗中的溶液是___； MnO_2 转化为 Mn^{2+} 的离子方程式为___。

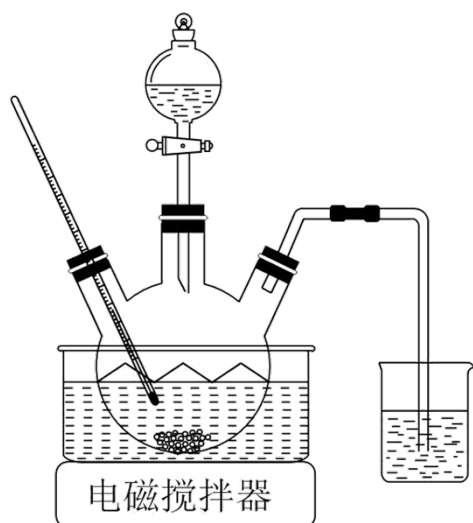


图 1

(2)除杂。向已经除去 Fe、Al、Si 的 MnSO_4 溶液(pH 约为 5)中加入 NH_4F 溶液，溶液中的 Ca^{2+} 、 Mg^{2+} 形成氟化物沉淀。若沉淀后上层清液中 $c(\text{F}^-)=0.05\text{mol}\cdot\text{L}^{-1}$ ，则 $\frac{c(\text{Ca}^{2+})}{c(\text{Mg}^{2+})}=___$ 。 [$K_{\text{sp}}(\text{MgF}_2)=5\times 10^{-11}$ ， $K_{\text{sp}}(\text{CaF}_2)=5\times 10^{-9}$]

(3)制备 MnCO_3 。在搅拌下向 $100\text{mL}1\text{mol}\cdot\text{L}^{-1}\text{MnSO}_4$ 溶液中缓慢滴加 $1\text{mol}\cdot\text{L}^{-1}\text{NH}_4\text{HCO}_3$ 溶液，过滤、洗涤、干燥，得到 MnCO_3 固体。需加入 NH_4HCO_3 溶液的体积约为___。

(4)制备 MnO_2 。 MnCO_3 经热解、酸浸等步骤可制备 MnO_2 。 MnCO_3 在空气气流中热解得到三种价态锰的氧化物，锰元素所占比例($\frac{\text{某价态锰的氧化物中锰元素质量}}{\text{锰元素总质量}}\times 100\%$)随热解温度变化的曲线如图 2 所示。已知：

MnO 与酸反应生成 Mn^{2+} ； Mn_2O_3 氧化性强于 Cl_2 ，加热条件下 Mn_2O_3 在酸性溶液中转化为 MnO_2 和 Mn^{2+} 。

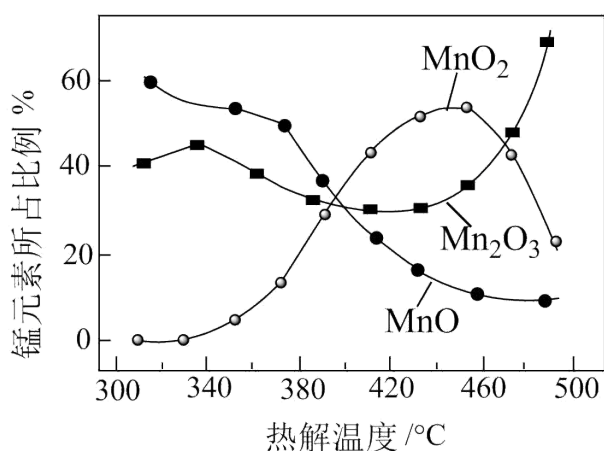


图 2

为获得较高产率的 MnO_2 ，请补充实验方案：取一定量 MnCO_3

置于热解装置中，通空气气流，___，固体干燥，得到 MnO_2 。(可选用的试剂： $1\text{mol}\cdot\text{L}^{-1}\text{H}_2\text{SO}_4$ 溶液、 $2\text{mol}\cdot\text{L}^{-1}\text{HCl}$ 溶液、 BaCl_2 溶液、 AgNO_3 溶液)。

【答案】(1) H_2SO_4 溶液 $\text{MnO}_2+\text{SO}_3^{2-}+2\text{H}^+=\text{Mn}^{2+}+\text{SO}_4^{2-}+\text{H}_2\text{O}$

(2)100

(3)200mL

(4)加热到 450°C 充分反应一段时间，将固体冷却后研成粉末，边搅拌边加入一定量 $1\text{mol}\cdot\text{L}^{-1}$ 稀 H_2SO_4 ，加热，充分反应后过滤，洗涤，直到取最后一次洗涤滤液加盐酸酸化的 $0.1\text{mol}\cdot\text{L}^{-1}\text{BaCl}_2$ 溶液不变浑浊

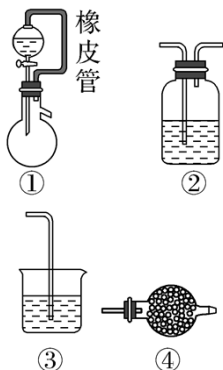
【解析】(1)若三颈瓶中先加入硫酸溶液，向其中滴加 Na_2SO_3 溶液则易生成 SO_2 导致 Na_2SO_3 的利用率减小，故滴液漏斗中的溶液是 H_2SO_4 溶液； MnO_2 被亚硫酸根还原为 Mn^{2+} 的离子方程式为： $\text{MnO}_2+\text{SO}_3^{2-}+2\text{H}^+=\text{Mn}^{2+}+\text{SO}_4^{2-}+\text{H}_2\text{O}$ 。(2)

$\frac{c(\text{Ca}^{2+})}{c(\text{Mg}^{2+})}=\frac{K_{\text{sp}}(\text{CaF}_2)}{K_{\text{sp}}(\text{MgF}_2)}=\frac{1\times 10^{-9}}{1\times 10^{-11}}=100$ 。(3)该反应的化学方程式 $2\text{NH}_4\text{HCO}_3+\text{MnSO}_4=\text{MnCO}_3+$

$(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4+\text{H}_2\text{O}+\text{CO}_2\uparrow$ ，由方程式可知 NH_4HCO_3 与 MnSO_4 的物质的量之比为 2：1，需加入 NH_4HCO_3 溶液的体积约为 200mL。(4)根据图像在 450°C 左右 MnO_2 占比最高，所以加热到 450°C 最佳， MnO 与酸反应生成 Mn^{2+} ，故用酸除 MnO ， Mn_2O_3 氧化性强于 Cl_2 ，用盐酸会发生氧化还原生产氯气。因此，该实验方案可补充为：加热到 450°C 充分反应一段时间后，将固体冷却后研成粉末，向其中边搅拌边加入一定量 $1\text{mol}\cdot\text{L}^{-1}$ 稀 H_2SO_4 ，加热，充分反应后过滤，洗涤，直到取最后一次洗涤滤液加盐酸酸化的 $0.1\text{mol}\cdot\text{L}^{-1}\text{BaCl}_2$ 溶液不变浑浊。

解题秘籍

1. 典型实验装置的作用

实验装置	主要作用
	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的作用：干燥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；防止空气中二氧化碳、水蒸气对实验的影响



	⑥的作用：混合气体；干燥气体；通过观察气泡速率控制流量
	⑦的作用：测量气体体积。读数时注意：装置冷却到室温，上下移动量气管使两液面高度一致，平视量气管内凹液面最低处读出数值
	⑧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. 物质检验和鉴别类的答题规范

(1)离子的检验

单一离子检验	取试样→加水溶解→加.....试剂 $\xrightarrow{\text{除干扰}}$ $\xrightarrow{\text{分离}}$ 加.....检验试剂→观察现象→得出结论
	以 SO_4^{2-} 的检验为例：取少量溶液于试管中，加入足量稀盐酸，无明显现象，再加入 BaCl_2 溶液，若有白色沉淀产生，则证明有 SO_4^{2-}
多种离子检验	取少量溶液于两支试管中，分别加入.....试剂，现象是.....的是.....物质；取少量溶液于两支试管中，分别加入.....试剂，现象是.....继续加入.....试剂，现象是.....的是.....物质
	检验某溶液中既含有 Fe^{2+} 又含有 Fe^{3+} 的方法：分别取少量溶液于两支试管中，向其中一支试管中滴加几滴 KSCN 溶液，溶液显血红色，则证明溶液中含有 Fe^{3+} ，再向另一支试管中滴加几滴铁氰化钾 $[\text{K}_3\text{Fe}(\text{CN})_6]$ 溶液，有蓝色沉淀生成，则证明溶液中含有 Fe^{2+}

(2)固体的检验

答题模板	①取少许固体样品于两支试管中，加水溶解，分别再加入.....试剂(微热/振荡)，现象是.....的是.....物质
	②取少许固体样品于试管中，加水溶解，把样品分为两等份，一份加.....试剂，现象是.....的是.....物质，另一份加.....试剂，现象是.....的是.....物质
实例	榴石矿石可以看作 CaO 、 FeO 、 Fe_2O_3 、 Al_2O_3 、 SiO_2 组成。试设计实验证明榴石矿中含有 FeO (试剂任选，说明实验操作与现象)：取矿石少许于试管中，加稀硫酸充分反应后，向其中滴加酸性高锰酸钾溶液，若紫色褪去，则证明矿石中含有 FeO (不能加盐酸溶解)

(3)气体检验

单一气体检验	将气体通入(或通过) $\rightarrow$ 试剂[$\times\times\times$ 溶液(或 $\times\times$ 固体)] $\rightarrow$ 描述现象 $\rightarrow$ 得出结论
混合气体的检验	检验气体甲 $\rightarrow$ 除去气体甲 $\rightarrow$ 确定气体甲已除尽 $\rightarrow$ 检验气体乙
实例	以“ CO_2 气体检验”为例：将无色无味的气体通入澄清石灰水中，若溶液变浑浊，则证明该气体是 CO_2
微点拨	①水蒸气最先检验；②有干扰的气体先检验；③关键词：如“少量”“除尽”等

(4)物质的鉴别

固体	①分别取固体分置于两支试管中加热或加入.....试剂，现象是.....的是.....物质 ②分别取固体分置于两支试管中溶于水形成溶液，加.....试剂，现象是.....的是.....物质
溶液	①分别取两溶液分置于两支试管中，分别加入.....试剂，现象是.....的是.....物质 ②分别取两溶液分置于两支试管中，分别加入.....试剂，现象是.....继续加入.....试剂，现象是.....的是.....物质
气体	取适量.....溶液于两支洁净试管中，分别通入两种气体，能使.....(试剂).....(现象)的是.....气体，不能使.....(试剂).....(现象)的是.....气体 鉴别 SO ₂ 和 CO ₂ ：取适量品红溶液于两洁净的试管中，分别通入两气体，能使品红溶液褪色的是 SO ₂ 气体，不能使品红溶液褪色的是 CO ₂

3. 化学实验中常见操作的目的、作用或原因

- (1)沉淀水洗的目的：除去××杂质(可溶于水)
- (2)沉淀用乙醇洗涤的目的：a.减小固体的溶解损失；b.除去固体表面吸附的杂质；c.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)控制溶液 pH 的目的：防止××离子水解；防止××离子沉淀；确保××离子沉淀完全；防止××物质溶解等
- (5)“趁热过滤”后，有时先向滤液中加入少量水，加热至沸腾，然后再“冷却结晶”出目标产物的原因：稀释溶液，防止降温过程中杂质析出，提高产品的纯度
- (6)加过量 A 试剂的原因：使 B 物质反应完全或提高 B 物质的转化率等
- (7)加入氧化性试剂的目的：使××(还原性)物质转化为××物质
- (8)温度不高于××℃的原因：温度过低反应速率较慢，温度过高××物质(如 H₂O₂、浓硝酸、NH₄HCO₃ 等)分解或××物质(如浓硝酸、浓盐酸)挥发或××物质(如 Na₂SO₃ 等)氧化或促进××物质(如 AlCl₃ 等)水解。
- (9)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
- (10)蒸发、反应时的气体氛围：抑制××离子的水解(如蒸发 AlCl₃ 溶液得无水 AlCl₃ 时需在 HCl 气流中进行，加热 MgCl₂·6H₂O 得 MgCl₂ 时需在 HCl 气流中进行等)
- (11)配制某溶液时事先煮沸水的原因：除去溶解在水中的氧气，防止某物质被氧化
- (12)反应容器中和大气相通的玻璃管的作用：指示容器中压强大小，避免反应容器中压强过大
- (13)加热的目的：加快反应速率或促进平衡向某个方向(一般是有利于生成目标产物的方向)移动
- (14)用平衡移动原理解释某现象的原因：溶液中存在××平衡，该平衡是××(平衡反应的特点)，××(条件改变)使平衡向××方向移动，产生××现象

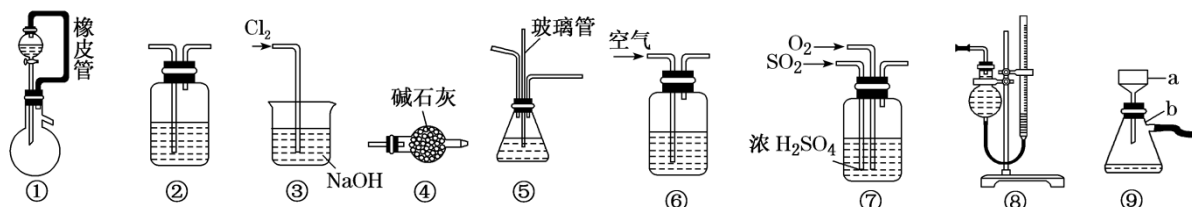
4. 化学实验中仪器或试剂作用

- (1)有机物制备装置中长导管(或冷凝管)的作用：冷凝回流、导气
- (2)有机物分离过程中加无水氯化钙的作用：干燥(除水)

(3)固液加热型制气装置中恒压漏斗上的支管的作用: 保证反应容器(一般为圆底烧瓶)内压强与恒压漏斗内压强相等(平衡压强), 使恒压漏斗内的液体顺利滴下

(6)温度计的使用方法: 蒸馏时温度计的液泡置于蒸馏烧瓶的支管口处, 测定馏分的温度; 制乙烯时温度计的液泡置于反应液液面以下(不能接触瓶底), 测定反应液的温度

5. 常考实验装置作用汇总



①中橡皮管的作用: 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; 防止空气中二氧化碳、水蒸气对实验的影响

⑤的作用: 安全瓶, 防止瓶内压强过大

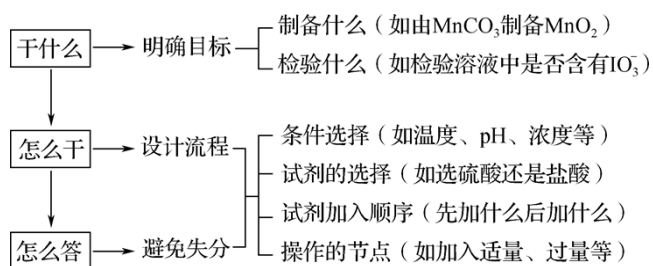
⑥的作用: 通除去某些成分的空气, 防止实验中产物受装置内残留空气的影响

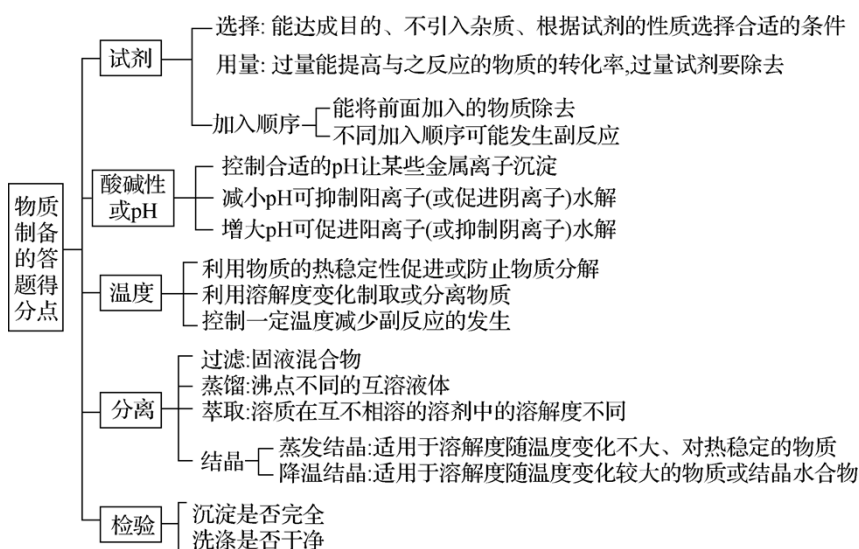
⑦的作用: 混合气体; 干燥气体; 通过观察气泡速率控制气体流量

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

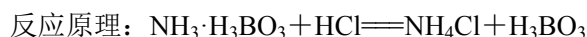
6. 实验设计方案解题模式





7. 滴定分析法的定量关系

(1) 凯氏定氮法



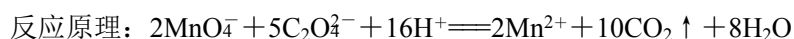
定量关系: $n(\text{N}) \approx n(\text{HCl})$

(2) K_2CrO_4 与 AgNO_3



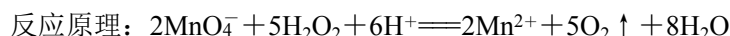
定量关系: $n(\text{Ag}^+) = 2n(\text{K}_2\text{CrO}_4)$

(3) KMnO_4 与 $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$



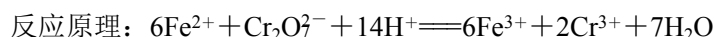
定量关系: $5n(\text{KMnO}_4) = 2n(\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4)$

(4) KMnO_4 与 H_2O_2



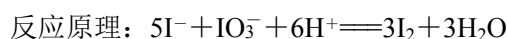
定量关系: $5n(\text{KMnO}_4) = 2n(\text{H}_2\text{O}_2)$

(5) $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ 与 Fe^{2+}



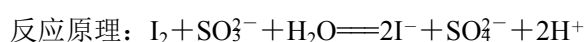
定量关系: $6n(\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7) = n(\text{Fe}^{2+})$

(6) KIO_3 与 I^-



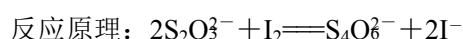
定量关系: $5n(\text{KIO}_3) = n(\text{I}^-)$

(7) I_2 与 SO_3^{2-}



定量关系: $n(\text{I}_2) = n(\text{SO}_3^{2-})$

(8) I_2 与 $\text{S}_2\text{O}_3^{2-}$

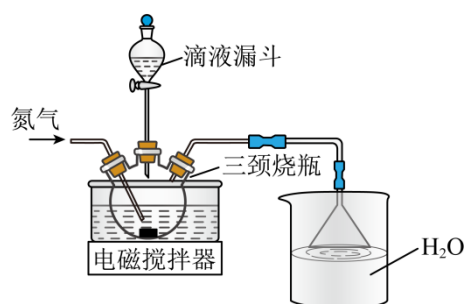


定量关系: $2n(\text{I}_2) = n(\text{S}_2\text{O}_3^{2-})$

押题预测

1. (2024·江苏连云港高三期中, 15) LiFePO_4 和 FePO_4 可以作为锂离子电池的正极材料。

(1) LiFePO_4 的制备。在氮气的氛围中, 将一定量的 $(\text{NH}_4)_2\text{Fe}(\text{SO}_4)_2$ 溶液与 H_3PO_4 、 LiOH 溶液中的一种混合, 然后加入到三颈烧瓶中(如图), 在搅拌下通过滴液漏斗缓慢滴加剩余的另一种溶液, 充分反应后, 过滤、洗涤、干燥得到粗产品。



①滴液漏斗中的溶液是_____。

② $(\text{NH}_4)_2\text{Fe}(\text{SO}_4)_2$ 与 H_3PO_4 、 LiOH 反应得到 LiFePO_4 和 NH_4HSO_4 , 该反应的离子方程式为_____。

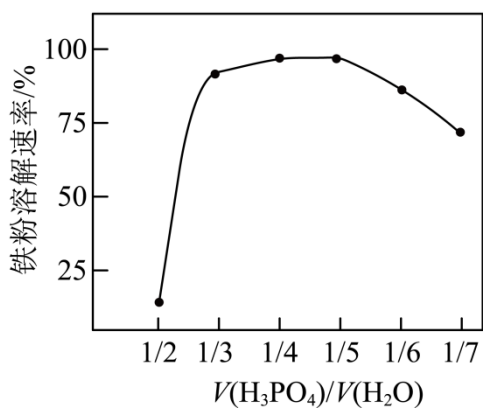
已知 $K_a(\text{HSO}_4^-) = 1.0 \times 10^{-2}$ 。

③在氮气氛围下, 粗产品经 150°C 干燥、高温焙烧, 即可得到锂离子电池的正极材料。焙烧时常向其中加入少量活性炭黑, 其主要目的是_____。

(2) FePO_4 的制备。取一定量比例的铁粉、磷酸、水放入容器中, 加热充分反应, 向反应后的溶液中加入一定量 H_2O_2 , 同时加入适量水调节 pH, 静置后过滤、洗涤、干燥得到 $\text{FePO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$, 高温煅烧

$\text{FePO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$, 即可得到 FePO_4 。

①其他条件不变时, 磷酸与水的混合比例对铁粉溶解速率的影响如图所示:



当 $\frac{1}{3} \leq \frac{V(\text{H}_3\text{PO}_4)}{V(\text{H}_2\text{O})} \leq \frac{1}{2}$ 时，随着水的比例增加，铁粉溶解速率迅速升高的原因是_____。

②为使反应过程中的 Fe^{2+} 完全被 H_2O_2 氧化，下列操作控制能达到目的的是_____ (填序号)。

- a. 用 $\text{Ca}(\text{OH})_2$ 调节溶液 $\text{pH} = 7$ b. 加热，使反应在较高温度下进行
c. 缓慢滴加 H_2O_2 溶液并搅拌 d. 加入适当过量的 H_2O_2 溶液

③将 $\text{Fe}_2(\text{SO}_4)_3$ 与 Na_2HPO_4 溶液混合可以得到 $\text{FePO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ 。设计以 $\text{Fe}_2(\text{SO}_4)_3$ 与 Na_2HPO_4 溶液为原料，补充完整制备 $\text{FePO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ 的实验方案：_____，干燥得到 $\text{FePO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ 。[实验中必须使用的试剂：盐酸、 BaCl_2 溶液， $\text{Fe}(\text{OH})_3$ 开始沉淀的 $\text{pH} = 2.7$]

【答案】(1) **LiOH 溶液** $\text{Fe}^{2+} + \text{Li}^+ + \text{OH}^- + \text{H}_3\text{PO}_4 + 2\text{SO}_4^{2-} = \text{LiFePO}_4 \downarrow + \text{H}_2\text{O} + 2\text{HSO}_4^-$ **改善成**
型后 LiFePO_4 的导电性能

(2) 当 $\frac{1}{3} \leq \frac{V(\text{H}_3\text{PO}_4)}{V(\text{H}_2\text{O})} \leq \frac{1}{2}$ 时，随着水的比例增加，促进了 H_3PO_4 的电离，使 $c(\text{H}^+)$ 显著增大，反应速率较快，同时反应放热也加快了反应速率 **cd** 在搅拌下向 $\text{Fe}_2(\text{SO}_4)_3$ 溶液中缓慢加入 Na_2HPO_4 溶液，控制溶液的 $\text{pH} < 2.7$ ，充分反应后，向上层清液中继续加入 Na_2HPO_4 溶液不再产生沉淀，静置后过滤，用蒸馏水洗涤沉淀 2~3 次，取最后一次洗涤后的滤液，滴加盐酸酸化的 BaCl_2 溶液，不再出现白色沉淀

【解析】(1) 硫酸亚铁铵在溶液中水解使溶液呈酸性，能与能与氢氧化锂溶液反应，则制备磷酸铁锂的实验操作为在氮气的氛围中，将一定量的硫酸亚铁铵溶液和磷酸溶液混合加入到三颈烧瓶中，在搅拌下通过滴液漏斗缓慢滴加氢氧化锂溶液，充分反应后，过滤、洗涤、干燥得到粗磷酸铁锂；①由分析可知，滴液漏斗中的溶液是氢氧化锂溶液；

②由分析可知，制备磷酸铁锂的反应为氢氧化锂溶液与硫酸亚铁铵、磷酸混合溶液反应生成磷酸铁锂、硫酸氢铵和水，反应的离子方程式为 $\text{Fe}^{2+} + \text{Li}^+ + \text{OH}^- + \text{H}_3\text{PO}_4 + 2\text{SO}_4^{2-} = \text{LiFePO}_4 \downarrow + \text{H}_2\text{O} + 2\text{HSO}_4^-$ ；③活性炭

黑能够导电，则在氮气氛围下，焙烧时向磷酸铁锂中加入少量活性炭黑的目的是改善成型后磷酸铁锂的导电性能。(2)由题意可知，制备磷酸铁的过程为取一定量比例的铁粉、磷酸、水放入容器中，加热充分反应制得磷酸亚铁，向反应后的溶液中加入一定量过氧化氢溶液，同时加入适量水调节 pH，将溶液中的磷酸亚铁氧化为二水磷酸铁沉淀，过滤、洗涤、干燥得到二水磷酸铁，高温煅烧二水磷酸铁得到磷酸铁；①磷酸

是三元中强酸，在溶液中分步电离出氢离子，向磷酸中加水时，磷酸在溶液中电离出氢离子，溶液中氢离子浓度增大，氢离子与铁生成亚铁离子的速率增大，且反应放出的热量，使反应温度增大，导致反应速率加快，所以当 $\frac{1}{3} \leq \frac{V(\text{H}_3\text{PO}_4)}{V(\text{H}_2\text{O})} \leq \frac{1}{2}$ 时，随着水的比例增加，铁粉溶解速率迅速升高，故答案为：当

$\frac{1}{3} \leq \frac{V(\text{H}_3\text{PO}_4)}{V(\text{H}_2\text{O})} \leq \frac{1}{2}$ 时，随着水的比例增加，促进了 H_3PO_4 的电离，使 $c(\text{H}^+)$ 显著增大，反应速率较快，同

时反应放热也加快了反应速率；②a. 用氢氧化钙调节溶液 pH 为 7，会使溶液中的亚铁离子转化为氢氧化亚铁沉淀，不利于亚铁离子的氧化，故错误；b. 加热，使反应在较高温度下进行，过氧化氢受热分解，过氧化氢浓度减小不利于亚铁离子的氧化，故错误；c. 缓慢滴加过氧化氢溶液并搅拌可以使反应物的接触面积增大，有利于亚铁离子完全氧化，故正确；d. 加入适当过量的过氧化氢溶液，有利于亚铁离子完全氧化，故正确；故选 cd；③由题给信息和所给试剂可知，以硫酸铁溶液和磷酸氢钠溶液为原料制备二水磷酸铁的实验方案为在搅拌下向硫酸铁溶液中缓慢加入磷酸氢钠溶液，控制溶液的 pH 小于 2.7，防止铁离子生成氢氧化铁沉淀，充分反应后，向上层清液中继续加入磷酸氢钠溶液不再产生沉淀，说明溶液中铁离子沉淀完全，静置后过滤，用蒸馏水洗涤沉淀 2~3 次，取最后一次洗涤后的滤液，滴加盐酸酸化的氯化钡溶液，不再出现白色沉淀，说明沉淀洗涤干净，干燥得到二水磷酸铁。

2. (2024·江苏常州第一中学高三期初检测，16) FeS 是一种黑色固体，常用作固体润滑剂、废水处理剂等。可通过高温合成法和均相沉淀法合成纳米 FeS 。

I. 高温合成法

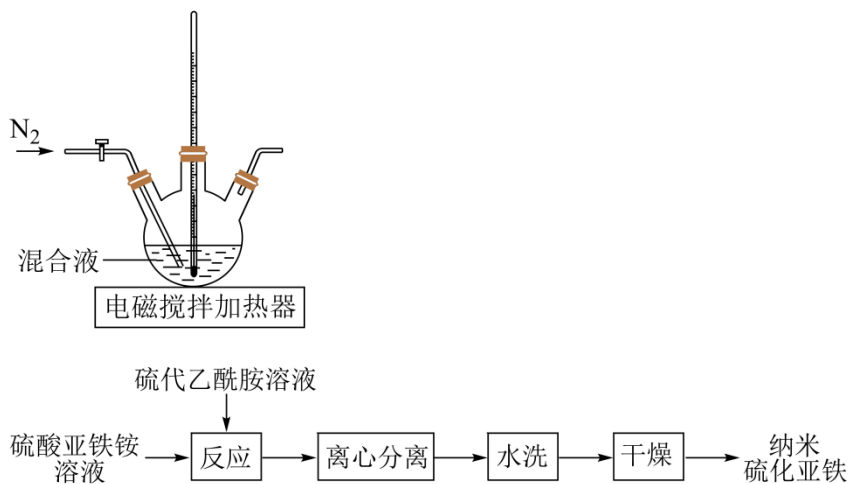
称取一定质量还原铁粉和淡黄色硫粉，充分混合后置于真空密闭石英管中。用酒精喷灯加热。加热过程中硫粉升华成硫蒸气，持续加热至反应完全，冷却，得纳米 FeS ，已知： S_8 蒸气为橙色， S_6 蒸气为红棕色。

(1)若用等质量的 S_8 和 S_6 分别与足量铁粉反应制取 FeS ，消耗 Fe 的质量比为_____。

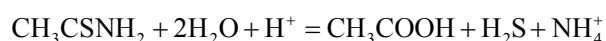
(2)能说明反应已进行完全的标志是_____。

II. 均相沉淀法

实验室以硫酸亚铁铵 $[(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4 \cdot \text{FeSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}]$ 和硫代乙酰胺 $(\text{CH}_3\text{CSNH}_2)$ 为主要原料合成纳米硫化亚铁的装置和流程如图所示：



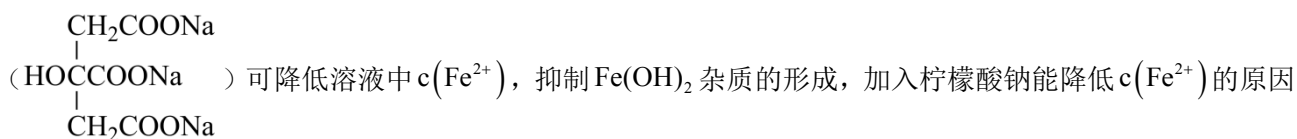
已知：硫代乙酰胺在酸性和碱性条件下均能水解，水解方程式如下所示：



(3)实验前通 N_2 排尽装置中空气的目的是_____；装混合液的仪器名称是_____。

(4)“反应”时，控制混合液pH约为9，温度为 70°C 。硫酸亚铁铵溶液和硫代乙酰胺溶液恰好反应时总反应的离子方程式为_____。

(5)该方法得到的产品中常混有少量 $\text{Fe}(\text{OH})_2$ 杂质。有研究表明，在混合液中添加少量柠檬酸钠



(6)实验所用硫酸亚铁铵 $[(\text{NH}_4)_2\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}]$ 可用铁粉为原料制备。请补充完整实验室制取硫酸亚铁铵晶体的实验过程：取 5.6g 充分洗净的铁粉，_____，低温烘干，得硫酸亚铁铵晶体。（必须使用的试剂： $2\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}\text{H}_2\text{SO}_4$ 溶液、无水乙醇、 $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ 固体）

【答案】(1)1: 1

(2)硫蒸气的颜色不变

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/598100004062006127>