

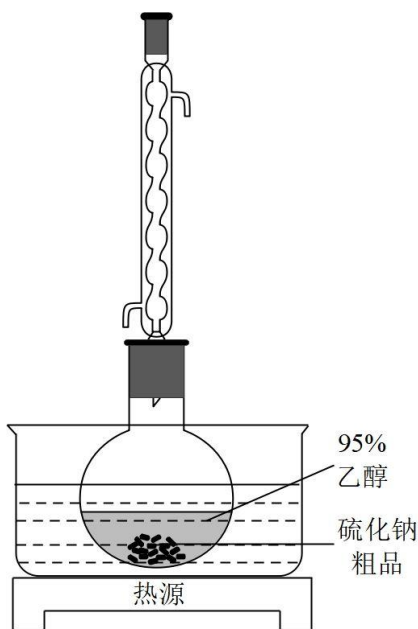
专题 13 化学实验综合探究题

【2022 年】

1. (2022·全国甲卷) 硫化钠可广泛用于染料、医药行业。工业生产的硫化钠粗品中常含有一定量的煤灰及重金属硫化物等杂质。硫化钠易溶于热乙醇，重金属硫化物难溶于乙醇。实验室中常用 95%乙醇重结晶纯化硫化钠粗品。回答下列问题：

(1) 工业上常用芒硝($\text{Na}_2\text{SO}_4 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$)和煤粉在高温下生产硫化钠，同时生成 CO ，该反应的化学方程式为_____。

(2) 溶解回流装置如图所示，回流前无需加入沸石，其原因是_____。回流时，烧瓶内气雾上升高度不宜超过冷凝管高度的 $\frac{1}{3}$ 。若气雾上升过高，可采取的措施是_____。



(3) 回流时间不宜过长，原因是_____。回流结束后，需进行的操作有①停止加热 ②关闭冷凝水 ③移去水浴，正确的顺序为_____ (填标号)。

A. ①②③ B. ③①② C. ②①③ D. ①③②

(4) 该实验热过滤操作时，用锥形瓶而不能用烧杯接收滤液，其原因是_____。过滤除去的杂质为_____。若滤纸上析出大量晶体，则可能的原因是_____。

(5) 滤液冷却、结晶、过滤，晶体用少量_____洗涤，干燥，得到 $\text{Na}_2\text{S} \cdot x\text{H}_2\text{O}$ 。

2. (2022·全国乙卷) 二草酸合铜(II)酸钾($\text{K}_2[\text{Cu}(\text{C}_2\text{O}_4)_2]$)可用于无机合成、功能材料制备。实验室制备二草酸合铜(II)酸钾可采用如下步骤：

I.取已知浓度的 CuSO_4 溶液，搅拌下滴加足量 NaOH 溶液，产生浅蓝色沉淀。加热，沉淀转变成黑色，过滤。

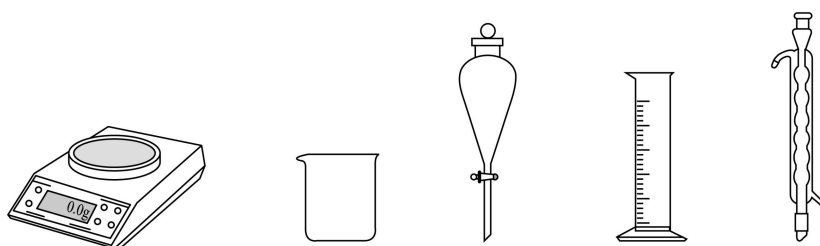
II.向草酸($\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4$)溶液中加入适量 K_2CO_3 固体，制得 KHC_2O_4 和 $\text{K}_2\text{C}_2\text{O}_4$ 混合溶液。

III.将II的混合溶液加热至 $80\text{--}85^\circ\text{C}$ ，加入I中的黑色沉淀。全部溶解后，趁热过滤。

IV.将III的滤液用蒸汽浴加热浓缩，经一系列操作后，干燥，得到二草酸合铜(II)酸钾晶体，进行表征和分析。

回答下列问题：

(1)由 $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ 配制I中的 CuSO_4 溶液，下列仪器中不需要的是_____ (填仪器名称)。



(2)长期存放的 $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ 中，会出现少量白色固体，原因是_____。

(3)I中的黑色沉淀是_____ (写化学式)。

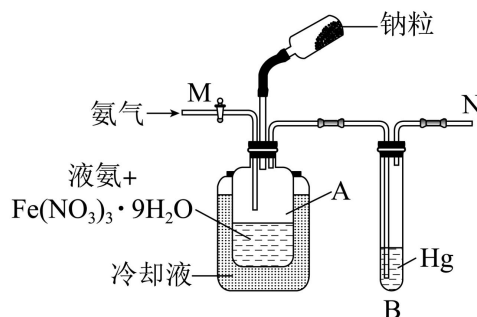
(4)II中原料配比为 $n(\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4):n(\text{K}_2\text{CO}_3)=1.5:1$ ，写出反应的化学方程式_____。

(5)II中，为防止反应过于剧烈而引起喷溅，加入 K_2CO_3 应采取_____的方法。

(6)III中应采用_____进行加热。

(7)IV中“一系列操作”包括_____。

3. (2022·浙江卷)氨基钠(NaNH_2)是重要的化学试剂，实验室可用下图装置(夹持、搅拌、尾气处理装置已省略)制备。



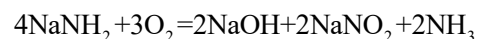
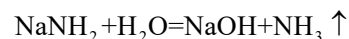
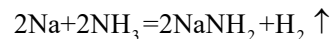
简要步骤如下：

I.在瓶A中加入100mL液氨和0.05g $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ ，通入氨气排尽密闭体系中空气，搅拌。

II.加入 5g 钠粒, 反应, 得 NaNH_2 粒状沉积物。

III.除去液氨, 得产品 NaNH_2 。

已知: NaNH_2 几乎不溶于液氨, 易与水、氧气等反应。



请回答:

(1) $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3\cdot 9\text{H}_2\text{O}$ 的作用是_____; 装置 B 的作用是_____。

(2)步骤I, 为判断密闭体系中空气是否排尽, 请设计方案_____。

(3)步骤II, 反应速率应保持在液氨微沸为宜。为防止速率偏大, 可采取的措施有_____。

(4)下列说法不正确的是_____。

A. 步骤I中, 搅拌的目的是使 $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3\cdot 9\text{H}_2\text{O}$ 均匀地分散在液氨中

B. 步骤II中, 为判断反应是否已完成, 可在 N 处点火, 如无火焰, 则反应已完成

C. 步骤III中, 为避免污染, 应在通风橱内抽滤除去液氨, 得到产品 NaNH_2

D. 产品 NaNH_2 应密封保存于充满干燥氮气的瓶中

(5)产品分析: 假设 NaOH 是产品 NaNH_2 的唯一杂质, 可采用如下方法测定产品 NaNH_2 纯度。从下列选项中选择最佳操作并排序_____。

准确称取产品 NaNH_2 xg $\rightarrow$ () $\rightarrow$ () $\rightarrow$ () $\rightarrow$ 计算

a.准确加入过量的水

b.准确加入过量的 HCl 标准溶液

c.准确加入过量的 NH_4Cl 标准溶液

d.滴加甲基红指示剂(变色的 pH 范围 4.4~6.2)

e.滴加石蕊指示剂(变色的 pH 范围 4.5~8.3)

f.滴加酚酞指示剂(变色的 pH 范围 8.2~10.0)

g.用 NaOH 标准溶液滴定

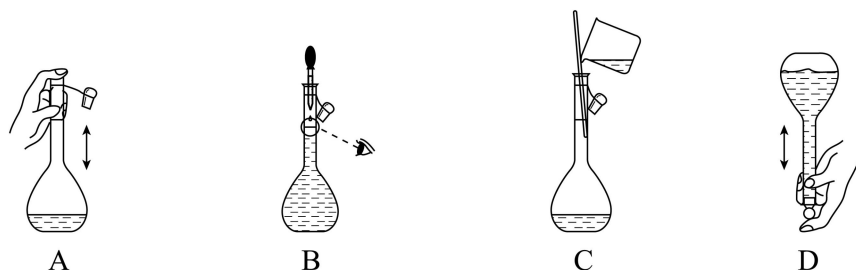
h.用 NH_4Cl 标准溶液滴定

i.用 HCl 标准溶液滴定

4. (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°C 时, HAc 的 $K_a = 1.75 \times 10^{-5} = 10^{-4.76}$ 。

(1) 配制 250 mL $0.1 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$ 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 250 mL 容量瓶的操作, 正确的是 _____。



(3) 某小组研究 25°C 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: $a = \underline{\hspace{2cm}}$, $b = \underline{\hspace{2cm}}$ 。

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 20.00mLHAc 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 20.00mLHAc 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。

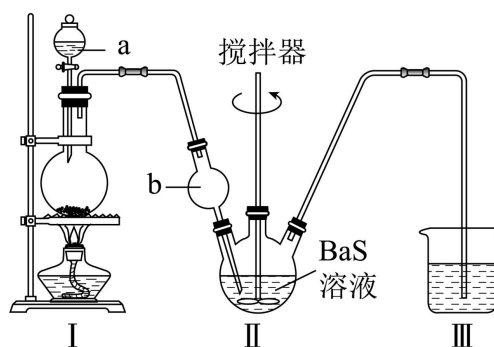
(6)根据 K_a 可以判断弱酸的酸性强弱。写出一种无机弱酸及其用途_____。

5. (2022·湖南卷) 某实验小组以 BaS 溶液为原料制备 $\text{BaCl}_2\cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ，并用重量法测定产品中 $\text{BaCl}_2\cdot 2\text{H}_2\text{O}$ 的含量。设计了如下实验方案：

可选用试剂：NaCl 晶体、BaS 溶液、浓 H_2SO_4 、稀 H_2SO_4 、 CuSO_4 溶液、蒸馏水

步骤 1. $\text{BaCl}_2\cdot 2\text{H}_2\text{O}$ 的制备

按如图所示装置进行实验，得到 BaCl_2 溶液，经一系列步骤获得 $\text{BaCl}_2\cdot 2\text{H}_2\text{O}$ 产品。



步骤 2，产品中 $\text{BaCl}_2\cdot 2\text{H}_2\text{O}$ 的含量测定

①称取产品 0.5000g，用 100mL 水溶解，酸化，加热至近沸；

②在不断搅拌下，向①所得溶液逐滴加入热的 $0.100\text{mol}\cdot\text{L}^{-1}\text{H}_2\text{SO}_4$ 溶液，

③沉淀完全后， 60°C 水浴 40 分钟，经过滤、洗涤、烘干等步骤，称量白色固体，质量为 0.4660g 。

回答下列问题：

(1)I是制取_____气体的装置，在试剂 a 过量并微热时，发生主要反应的化学方程式为_____；

(2)I中 b 仪器的作用是_____；III中的试剂应选用_____；

(3)在沉淀过程中，某同学在加入一定量热的 H_2SO_4 溶液后，认为沉淀已经完全，判断沉淀已完全的方法是_____；

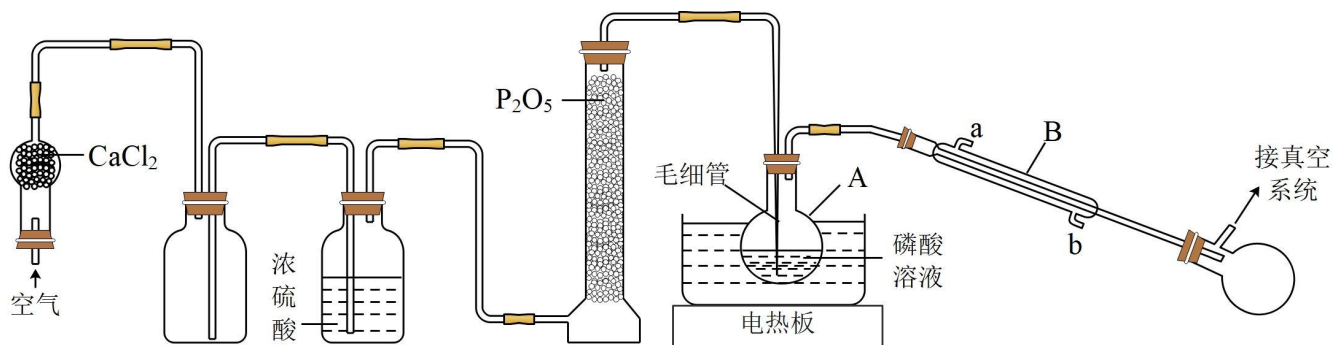
(4)沉淀过程中需加入过量的 H_2SO_4 溶液，原因是_____；

(5)在过滤操作中，下列仪器不需要用到的是_____ (填名称)；



(6)产品中 $\text{BaCl}_2\cdot 2\text{H}_2\text{O}$ 的质量分数为_____ (保留三位有效数字)。

6. (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。

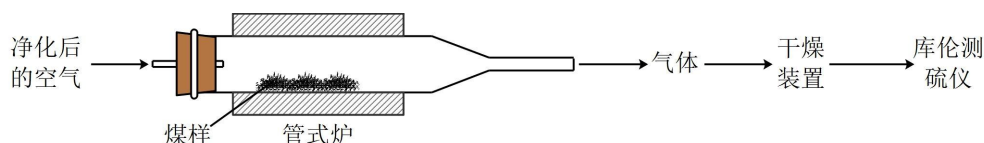
(6)过滤磷酸晶体时，除了需要干燥的环境外，还需要控制温度为_____ (填标号)。

A. $<20^{\circ}\text{C}$ B. $30\sim35^{\circ}\text{C}$ C. $42\sim100^{\circ}\text{C}$

(7)磷酸中少量的水极难除去的原因是_____。

7. (2022·北京卷)煤中硫的存在形态分为有机硫和无机硫(CaSO_4 、硫化物及微量单质硫等)。

库仑滴定法是常用的快捷检测煤中全硫含量的方法。其主要过程如下图所示。



已知：在催化剂作用下，煤在管式炉中燃烧，出口气体主要含 O_2 、 CO_2 、 H_2O 、 N_2 、 SO_2 。

(1)煤样需研磨成细小粉末，其目的是_____。

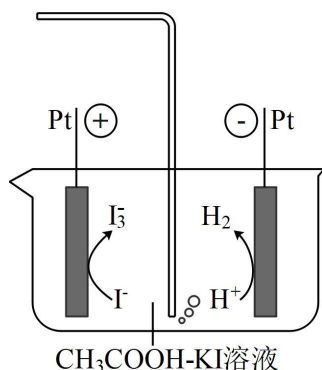
(2)高温下，煤中 CaSO_4 完全转化为 SO_2 ，该反应的化学方程式为_____。

(3)通过干燥装置后，待测气体进入库仑测硫仪进行测定。

已知：库仑测硫仪中电解原理示意图如下。检测前，电解质溶液中 $\frac{c(\text{I}_3)}{c(\text{I}^-)}$ 保持定值时，电解池

不工作。待测气体进入电解池后， SO_2 溶解并将 I_3 还原，测硫仪便立即自动进行电解到 $\frac{c(\text{I}_3)}{c(\text{I}^-)}$ 又

回到原定值，测定结束，通过测定电解消耗的电量可以求得煤中含硫量。



① SO_2 在电解池中发生反应的离子方程式为_____。

②测硫仪工作时电解池的阳极反应式为_____。

(4)煤样为 $a\text{g}$ ，电解消耗的电量为 x 库仑，煤样中硫的质量分数为_____。

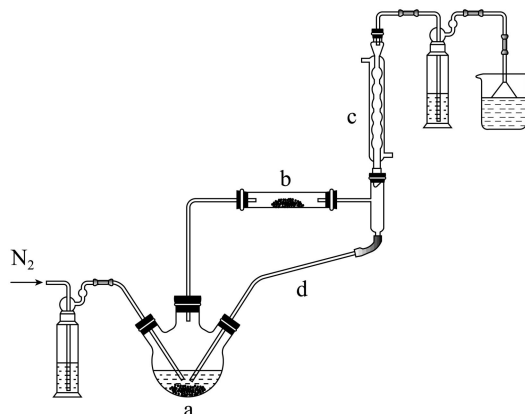
已知：电解中转移 1mol 电子所消耗的电量为 96500 库仑。

(5)条件控制和误差分析。

①测定过程中,需控制电解质溶液pH,当 $\text{pH}<1$ 时,非电解生成的 I_3^- 使得测得的全硫含量偏小,生成 I_3^- 的离子方程式为_____。

②测定过程中,管式炉内壁上有 SO_3 残留,测得全硫量结果为_____。(填“偏大”或“偏小”)

8. (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:

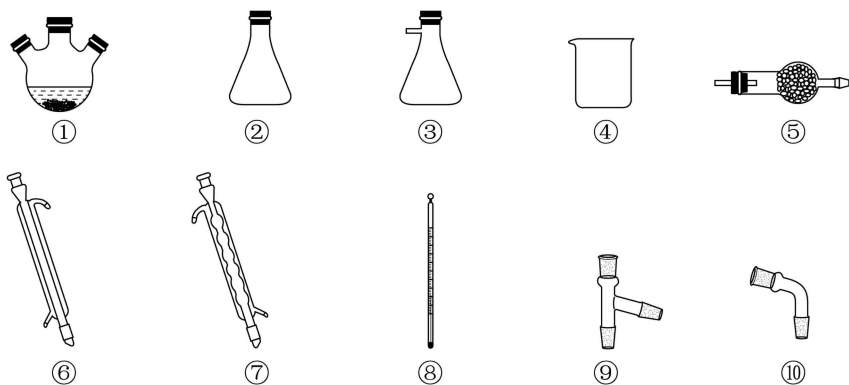
实验I:称取 $m_1\text{g}$ 样品,用足量稀硫酸溶解后,用 $c\text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ 标准溶液滴定 Fe^{2+} 达终点时消耗 $V\text{mL}$ (滴定过程中 $\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-}$ 转化为 Cr^{3+} , Cl^- 不反应)。

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 $m_2\text{g}$ 。

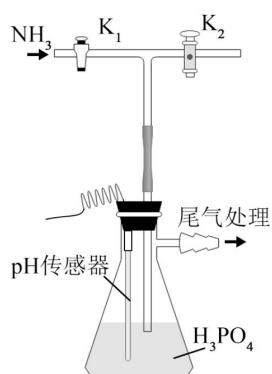
则 $n=$ _____;下列情况会导致n测量值偏小的是_____ (填标号)。

- 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 $\text{TiO}_2 + \text{CCl}_4 \rightleftharpoons \text{TiCl}_4 + \text{CO}_2$ 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_____。



9. (2022·海南卷) 磷酸氢二铵 $[(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4]$ 常用于干粉灭火剂。某研究小组用磷酸吸收氢气制备 $(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$, 装置如图所示(夹持和搅拌装置已省略)。



回答问题:

- (1) 实验室用 $\text{NH}_4\text{Cl}(\text{s})$ 和 $\text{Ca}(\text{OH})_2(\text{s})$ 制备氨气的化学方程式为_____。
- (2) 现有浓 H_3PO_4 质量分数为 85%, 密度为 1.7g/mL 。若实验需 $100\text{mL } 1.7\text{mol/L}$ 的 H_3PO_4 溶液, 则需浓 H_3PO_4 _____ mL (保留一位小数)。
- (3) 装置中活塞 K_2 的作用为_____。实验过程中, 当出现_____现象时, 应及时关闭 K_1 , 打开 K_2 。
- (4) 当溶液 pH 为 8.0~9.0 时, 停止通 NH_3 , 即可制得 $(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$ 溶液。若继续通入 NH_3 , 当 $\text{pH} > 10.0$ 时, 溶液中 OH^- 、_____和_____(填离子符号)浓度明显增加。
- (5) 若本实验不选用 pH 传感器, 还可选用_____作指示剂, 当溶液颜色由_____变为_____时, 停止通 NH_3 。

【2021 年】

1. (2021·全国甲卷)胆矾($\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$)易溶于水,难溶于乙醇。某小组用工业废铜焙烧得到的CuO(杂质为氧化铁及泥沙)为原料与稀硫酸反应制备胆矾,并测定其结晶水的含量。回答下列问题:

(1)制备胆矾时,用到的实验仪器除量筒、酒精灯、玻璃棒、漏斗外,还必须使用的仪器有_____ (填标号)。

A. 烧杯 B. 容量瓶 C. 蒸发皿 D. 移液管

(2)将CuO加入到适量的稀硫酸中,加热,其主要反应的化学方程式为_____,与直接用废铜和浓硫酸反应相比,该方法的优点是_____。

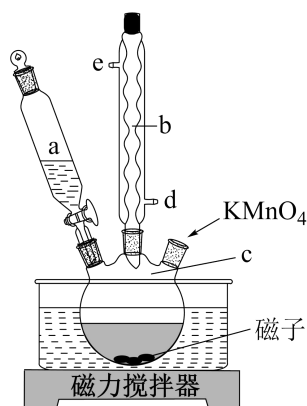
(3)待CuO完全反应后停止加热,边搅拌边加入适量 H_2O_2 ,冷却后用 $\text{NH}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$ 调pH为3.5~4,再煮沸10min,冷却后过滤。滤液经如下实验操作:加热蒸发、冷却结晶、_____,乙醇洗涤、_____,得到胆矾。其中,控制溶液pH为3.5~4的目的是_____,煮沸10min的作用是_____。

(4)结晶水测定:称量干燥坩埚的质量为 m_1 ,加入胆矾后总质量为 m_2 ,将坩埚加热至胆矾全部变为白色,置于干燥器中冷至室温后称量,重复上述操作,最终总质量恒定为 m_3 。根据实验数据,胆矾分子中结晶水的个数为_____(写表达式)。

(5)下列操作中,会导致结晶水数目测定值偏高的是_____ (填标号)。

①胆矾未充分干燥 ②坩埚未置于干燥器中冷却 ③加热时有少胆矾迸溅出来

2. (2021·全国乙卷)氧化石墨烯具有稳定的网状结构,在能源、材料等领域有着重要的应用前景,通过氧化剥离石墨制备氧化石墨烯的一种方法如下(装置如图所示):



I.将浓 H_2SO_4 、 NaNO_3 、石墨粉末在 c 中混合,置于冰水浴中,剧烈搅拌下,分批缓慢加入 KMnO_4 粉末,塞好瓶口。

II.转至油浴中, 35°C 搅拌 1 小时,缓慢滴加一定量的蒸馏水。升温至 98°C 并保持 1 小时。

III.转移至大烧杯中,静置冷却至室温。加入大量蒸馏水,而后滴加 H_2O_2 至悬浊液由紫色变为土黄色。

IV.离心分离,稀盐酸洗涤沉淀。

V.蒸馏水洗涤沉淀。

VI.冷冻干燥,得到土黄色的氧化石墨烯。

回答下列问题:

(1)装置图中,仪器 a、c 的名称分别是____、____,仪器 b 的进水口是____(填字母)。

(2)步骤I中,需分批缓慢加入 KMnO_4 粉末并使用冰水浴,原因是_____。

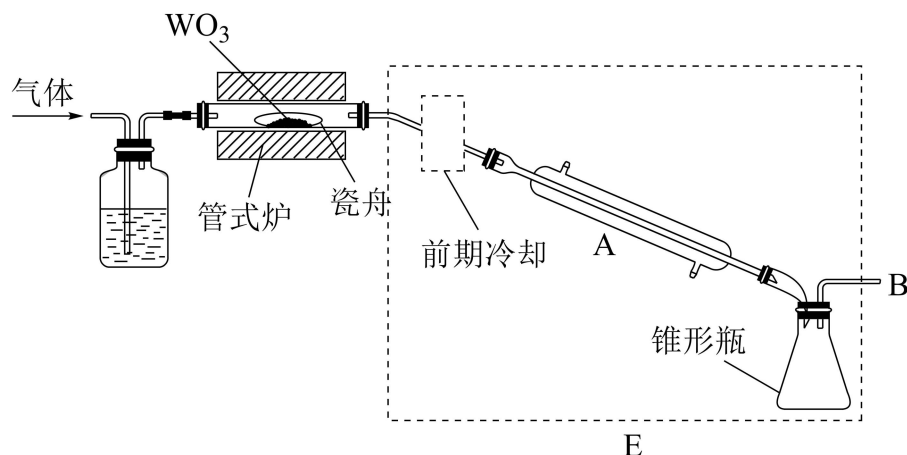
(3)步骤II中的加热方式采用油浴,不使用热水浴,原因是_____。

(4)步骤III中, H_2O_2 的作用是_____(以离子方程式表示)。

(5)步骤IV中,洗涤是否完成,可通过检测洗出液中是否存在 SO_4^{2-} 来判断。检测的方法是_____。

(6)步骤V可用 pH 试纸检测来判断 Cl^- 是否洗净,其理由是_____。

3. (2021·山东卷)六氯化钨(WCl_6)可用作有机合成催化剂,熔点为 283°C ,沸点为 340°C ,易溶于 CS_2 ,极易水解。实验室中,先将三氧化钨(WO_3)还原为金属钨(W)再制备 WCl_6 ,装置如图所示(夹持装置略)。回答下列问题:



(1)检查装置气密性并加入 WO_3 。先通 N_2 ，其目的是___；一段时间后，加热管式炉，改通 H_2 ，对 B 处逸出的 H_2 进行后续处理。仪器 A 的名称为___，证明 WO_3 已被完全还原的现象是___。

(2) WO_3 完全还原后，进行的操作为：①冷却，停止通 H_2 ；②以干燥的接收装置替换 E；③在 B 处加装盛有碱石灰的干燥管；④.....；⑤加热，通 Cl_2 ；⑥.....。碱石灰的作用是___；操作④是___，目的是___。

(3)利用碘量法测定 WCl_6 产品纯度，实验如下：

①称量：将足量 CS_2 (易挥发)加入干燥的称量瓶中，盖紧称重为 $m_1\text{g}$ ；开盖并计时 1 分钟，盖紧称重为 $m_2\text{g}$ ；再开盖加入待测样品并计时 1 分钟，盖紧称重为 $m_3\text{g}$ ，则样品质量为___g(不考虑空气中水蒸气的干扰)。

②滴定：先将 WCl_6 转化为可溶的 Na_2WO_4 ，通过 IO_3^- 离子交换柱发生反应：

$\text{WO}_4^{2-} + \text{Ba}(\text{IO}_3)_2 = \text{BaWO}_4 + 2\text{IO}_3^-$ ；交换结束后，向所得含 IO_3^- 的溶液中加入适量酸化的 KI 溶液，

发生反应： $\text{IO}_3^- + 5\text{I}^- + 6\text{H}^+ = 3\text{I}_2 + 3\text{H}_2\text{O}$ ；反应完全后，用 $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 标准溶液滴定，发生反应：

$\text{I}_2 + 2\text{S}_2\text{O}_3^{2-} = 2\text{I}^- + \text{S}_4\text{O}_6^{2-}$ 。滴定达终点时消耗 $\text{cmol}\cdot\text{L}^{-1}$ 的 $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 溶液 $V\text{mL}$ ，则样品中 WCl_6 (摩尔质量为 $M\text{g}\cdot\text{mol}^{-1}$)的质量分数为___。称量时，若加入待测样品后，开盖时间超过 1 分钟，则滴定时消耗 $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 溶液的体积将___(填“偏大”“偏小”或“不变”)，样品中 WCl_6 质量分数的测定值将___(填“偏大”“偏小”或“不变”)。

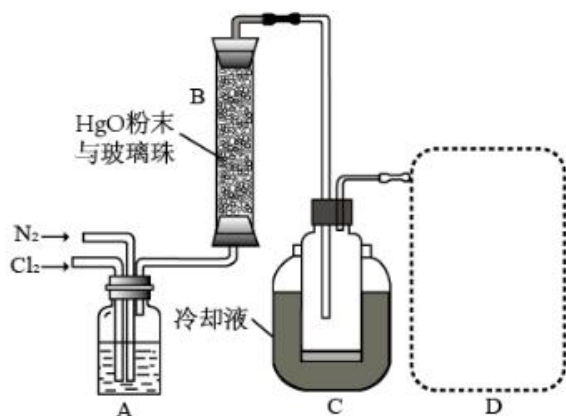
4. (2021·浙江卷) Cl_2O 是很好的氯化剂，实验室用如图装置(夹持仪器已省略)制备高纯 Cl_2O 。已知：

① $\text{HgO} + 2\text{Cl}_2 = \text{HgCl}_2 + \text{Cl}_2\text{O}$ ，合适反应温度为 $18\sim 25^\circ\text{C}$ ；副反应： $2\text{HgO} + 2\text{Cl}_2 \triangleq 2\text{HgCl}_2 + \text{O}_2$ 。

②常压下， Cl_2 沸点 -34.0°C ，熔点 -101.0°C ； Cl_2O 沸点 2.0°C ，熔点 -120.6°C 。

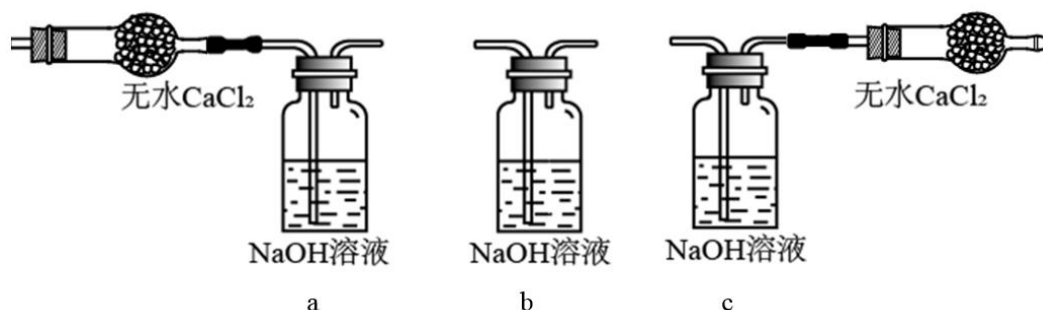
③ $\text{Cl}_2\text{O} + \text{H}_2\text{O} \rightleftharpoons 2\text{HClO}$ ， Cl_2O 在 CCl_4 中的溶解度远大于其在水中的溶解度。

请回答：



(1)①装置 A 的作用是去除原料气中的少量水分，可用的试剂是_____。

②将上图中装置组装完整，虚框 D 中应选用_____。



(2)有关反应柱 B，须进行的操作是_____。

- A. 将 HgO 粉末热处理除水分、增加表面积后填入反应柱
- B. 调控进入反应柱的混合气中 Cl_2 和 N_2 的比例
- C. 调控混合气从下口进入反应柱的流速
- D. 将加热带缠绕于反应柱并加热

(3)装置 C，冷却液的温度通常控制在 $-80\sim-60^\circ\text{C}$ 。反应停止后，温度保持不变，为减少产品中的 Cl_2 含量，可采用的方法是_____。

(4)将纯化后的 Cl_2O 产品气化，通入水中得到高纯度 Cl_2O 的浓溶液，于阴凉暗处贮存。当需要 Cl_2O 时，可将 Cl_2O 浓溶液用 CCl_4 萃取分液，经气化重新得到。

针对萃取分液，从下列选项选择合适操作(操作不能重复使用)并排序：

c→_____→_____→e→d→f→_____。

a.检查旋塞、玻璃塞处是否漏水

b.将溶液和 CCl_4 转入分液漏斗

c.涂凡士林

d.旋开旋塞放气

e.倒转分液漏斗，小心振摇

f.经几次振摇并放气后，将分液漏斗置于铁架台上静置

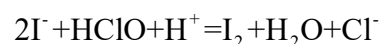
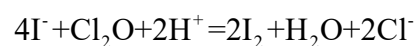
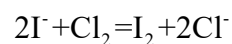
g.打开旋塞，向锥形瓶放出下层液体

h.打开旋塞，待下层液体完全流出后，关闭旋塞，将上层液体倒入锥形瓶

(5)产品分析：取一定量 Cl_2O 浓溶液的稀释液，加入适量 CCl_4 、过量 KI 溶液及一定量的稀

H_2SO_4 ，充分反应。用标准 $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 溶液滴定(滴定I)；再以酚酞为指示剂，用标准 NaOH 溶液

滴定(滴定II)。已知产生 I_2 的反应(不考虑 Cl_2 与水反应)：



实验数据如下表：

加入量 $n(\text{H}_2\text{SO}_4)/\text{mol}$	2.505×10^{-3}
滴定I测出量 $n(\text{I}_2)/\text{mol}$	2.005×10^{-3}
滴定II测出量 $n(\text{H}_2\text{SO}_4)/\text{mol}$	1.505×10^{-3}

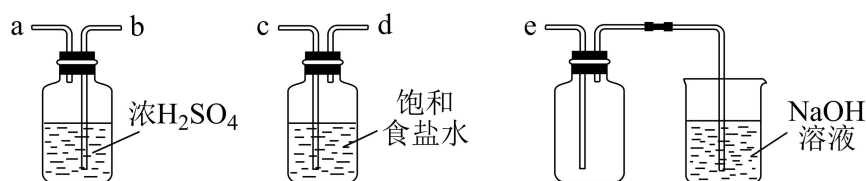
①用标准 $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 溶液滴定时，无需另加指示剂。判断滴定I到达终点的实验现象是_____。

②高纯度 Cl_2O 浓溶液中要求 $n(\text{Cl}_2\text{O})/n(\text{Cl}_2) \geq 99$ (Cl_2O 和 HClO 均以 Cl_2O 计)。结合数据分析所制备的 Cl_2O 浓溶液是否符合要求_____。

5. (2021·广东卷) 含氯物质在生产生活中有重要作用。1774 年，舍勒在研究软锰矿(主要成分是 MnO_2)的过程中，将它与浓盐酸混合加热，产生了一种黄绿色气体。1810 年，戴维确认这是一种新元素组成的单质，并命名为 chlorine(中文命名“氯气”)。

(1)实验室沿用舍勒的方法制取 Cl_2 的化学方程式为_____。

(2)实验室制取干燥 Cl_2 时，净化与收集 Cl_2 所需装置的接口连接顺序为_____。



(3)某氯水久置后不能使品红溶液褪色，可推测氯水中_____已分解。检验此久置氯水中 Cl^- 存在的操作及现象是_____。

(4)某合作学习小组进行以下实验探究。

①实验任务。通过测定溶液电导率，探究温度对 AgCl 溶解度的影响。

②查阅资料。电导率是表征电解质溶液导电能力的物理量。温度一定时，强电解质稀溶液的电导率随溶液中离子浓度的增大而增大；离子浓度一定时，稀溶液电导率随温度的升高而增大。

25℃时， $K_{\text{sp}}(\text{AgCl})=1.8 \times 10^{-10}$ 。

③提出猜想。

猜想 a：较高温度的 AgCl 饱和溶液的电导率较大。

猜想 b： AgCl 在水中的溶解度 $s(45^\circ\text{C}) > s(35^\circ\text{C}) > s(25^\circ\text{C})$ 。

④设计实验、验证猜想。取试样I、II、III(不同温度下配制的 AgCl 饱和溶液)，在设定的测试温度下，进行表中实验1~3，记录数据。

实验序号	试样	测试温度/℃	电导率/($\mu\text{S}/\text{cm}$)
1	I: 25℃的 AgCl 饱和溶液	25	A_1
2	II: 35℃的 AgCl 饱和溶液	35	A_2
3	III: 45℃的 AgCl 饱和溶液	45	A_3

⑤数据分析、交流讨论。25℃的 AgCl 饱和溶液中， $c(\text{Cl}^-)=$ _____mol/L。

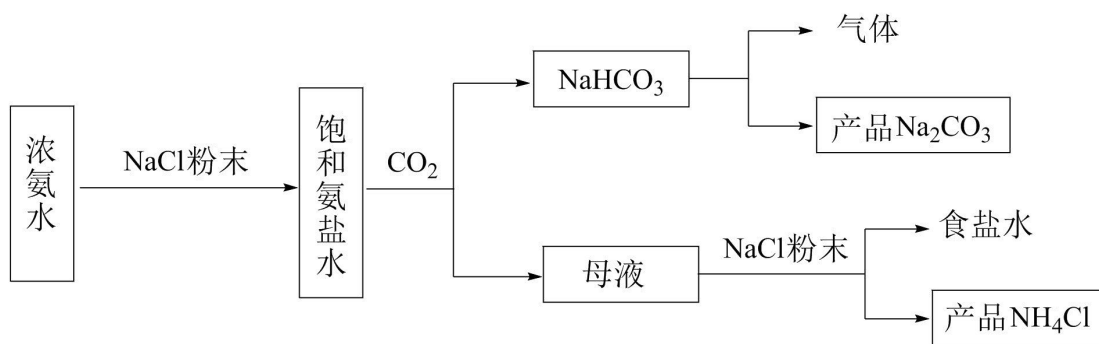
实验结果为 $A_3 > A_2 > A_1$ 。小组同学认为，此结果可以证明③中的猜想 a 成立，但不足以证明猜想 b 成立。结合②中信息，猜想 b 不足以成立的理由有_____。

⑥优化实验。小组同学为进一步验证猜想b，在实验1~3的基础上完善方案，进行实验4和5。
请在答题卡上完成表中内容。

实验序号	试样	测试温度/°C	电导率/($\mu\text{S}/\text{cm}$)
4	I	_____	B_1
5	_____	_____	B_2

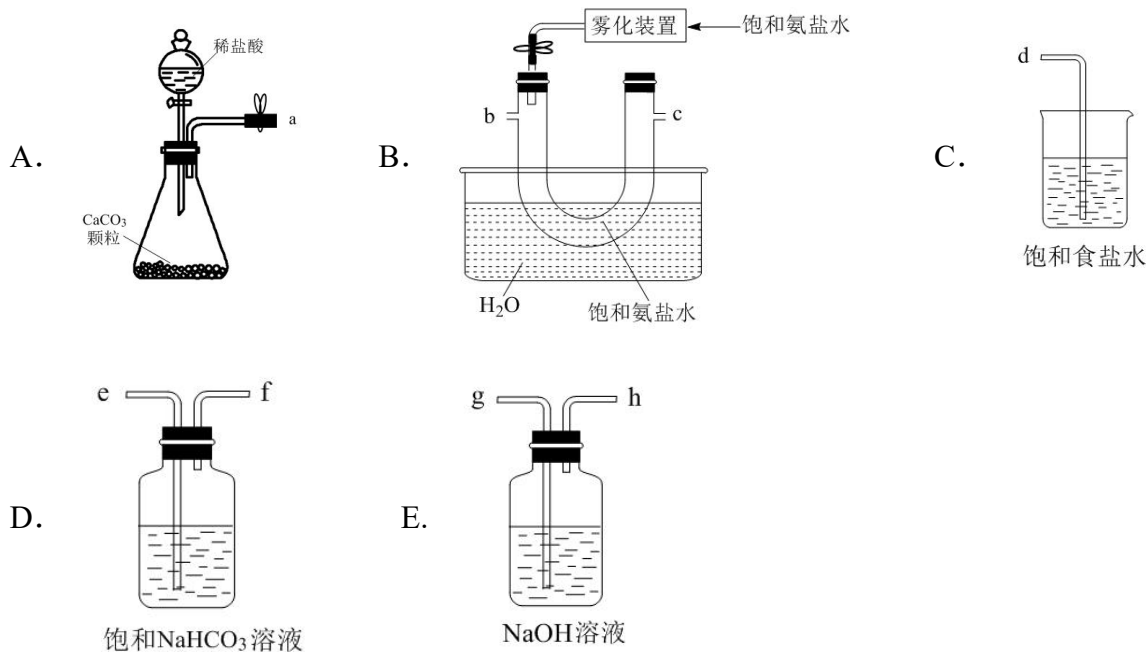
⑦实验总结。根据实验1~5的结果，并结合②中信息，小组同学认为猜想b也成立。猜想b成立的判断依据是_____。

6. (2021·河北卷) 化工专家侯德榜发明的侯氏制碱法为我国纯碱工业和国民经济发展做出了重要贡献，某化学兴趣小组在实验室中模拟并改进侯氏制碱法制备 NaHCO_3 ，进一步处理得到产品 Na_2CO_3 和 NH_4Cl ，实验流程如图：



回答下列问题：

(1)从A~E中选择合适的仪器制备 NaHCO_3 ，正确的连接顺序是___(按气流方向，用小写字母表示)。为使A中分液漏斗内的稀盐酸顺利滴下，可将分液漏斗上部的玻璃塞打开或___。



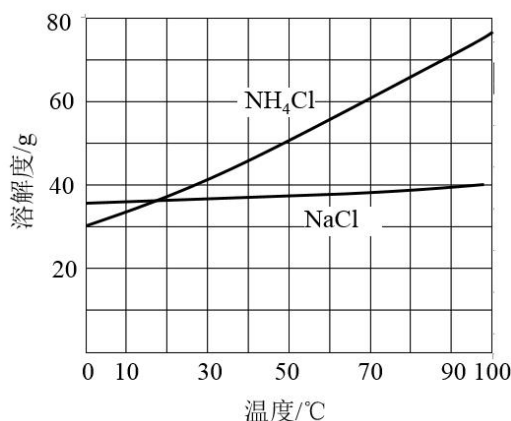
(2)B 中使用雾化装置的优点是__。

(3)生成 NaHCO_3 的总反应的化学方程式为__。

(4)反应完成后，将 B 中 U 形管内的混合物处理得到固体 NaHCO_3 和滤液：

①对固体 NaHCO_3 充分加热，产生的气体先通过足量浓硫酸，再通过足量 Na_2O_2 ， Na_2O_2 增重 0.14g，则固体 NaHCO_3 的质量为__g。

②向滤液中加入 NaCl 粉末，存在 $\text{NaCl}(\text{s}) + \text{NH}_4\text{Cl}(\text{aq}) \rightarrow \text{NaCl}(\text{aq}) + \text{NH}_4\text{Cl}(\text{s})$ 过程。为使 NH_4Cl 沉淀充分析出并分离，根据 NaCl 和 NH_4Cl 溶解度曲线，需采用的操作为__、__、洗涤、干燥。

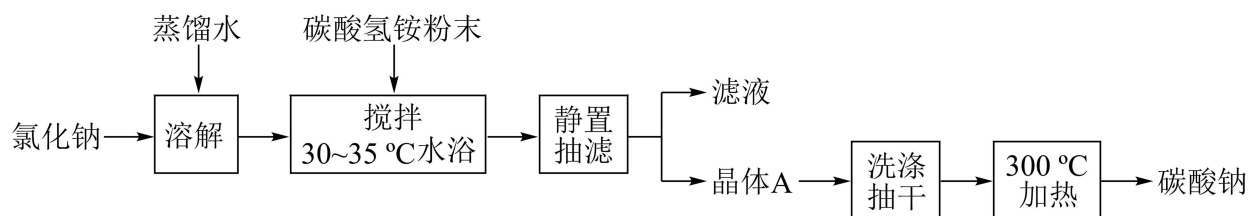


(5)无水 NaHCO_3 可作为基准物质标定盐酸浓度.称量前，若无水 NaHCO_3 保存不当，吸收了一定量水分，用其标定盐酸浓度时，会使结果__(填标号)。

A. 偏高 B. 偏低 不变

7. (2021·湖南卷) 碳酸钠俗称纯碱, 是一种重要的化工原料。以碳酸氢铵和氯化钠为原料制备碳酸钠, 并测定产品中少量碳酸氢钠的含量, 过程如下:

步骤 I. Na_2CO_3 的制备



步骤II. 产品中 NaHCO_3 含量测定

- ①称取产品 2.500g, 用蒸馏水溶解, 定容于 250mL 容量瓶中;
- ②移取 25.00mL 上述溶液于锥形瓶, 加入 2 滴指示剂 M, 用 $0.1000\text{mol}\cdot\text{L}^{-1}$ 盐酸标准溶液滴定, 溶液由红色变至近无色(第一滴定终点), 消耗盐酸 $V_1\text{mL}$;
- ③在上述锥形瓶中再加入 2 滴指示剂 N, 继续用 $0.1000\text{mol}\cdot\text{L}^{-1}$ 盐酸标准溶液滴定至终点(第二滴定终点), 又消耗盐酸 $V_2\text{mL}$;
- ④平行测定三次, V_1 平均值为 22.45, V_2 平均值为 23.51。

已知: (i) 当温度超过 35°C 时, NH_4HCO_3 开始分解。

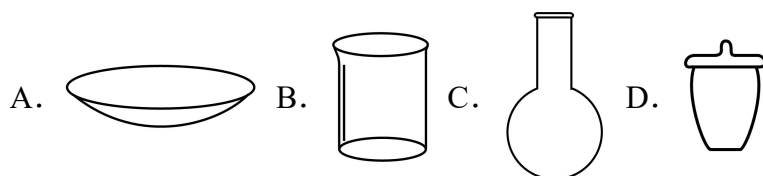
(ii) 相关盐在不同温度下的溶解度表 ($\text{g}/100\text{gH}_2\text{O}$)

温度/ $^\circ\text{C}$	0	10	20	30	40	50	60
NaCl	35.7	35.8	36.0	36.3	36.6	37.0	37.3
NH_4HCO_3	11.9	15.8	21.0	27.0			
NaHCO_3	6.9	8.2	9.6	11.1	12.7	14.5	16.4
NH_4Cl	29.4	33.3	37.2	41.4	45.8	50.4	55.2

回答下列问题:

(1) 步骤 I 中晶体 A 的化学式为_____, 晶体 A 能够析出的原因是_____;

(2)步骤 I 中“300℃加热”所选用的仪器是_____ (填标号);



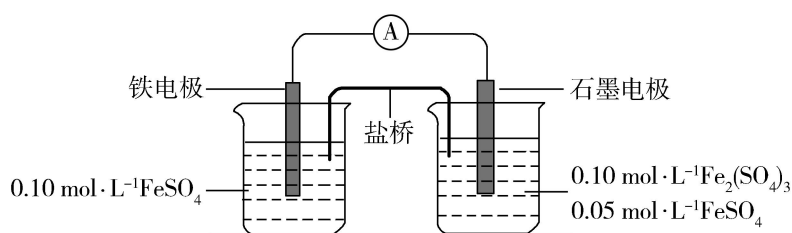
(3)指示剂 N 为_____, 描述第二滴定终点前后颜色变化_____;

(4)产品中 NaHCO_3 的质量分数为_____(保留三位有效数字);

(5)第一滴定终点时, 某同学俯视读数, 其他操作均正确, 则 NaHCO_3 质量分数的计算结果_____ (填“偏大”“偏小”或“无影响”)。

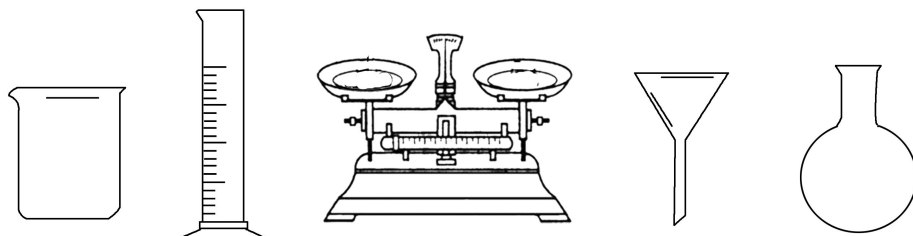
【2020 年】

1. (2020·新课标I) 为验证不同化合价铁的氧化还原能力, 利用下列电池装置进行实验。



回答下列问题:

(1) 由 $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ 固体配制 $0.10 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1} \text{FeSO}_4$ 溶液, 需要的仪器有药匙、玻璃棒、_____ (从下列图中选择, 写出名称)。



(2) 电池装置中, 盐桥连接两电极电解质溶液。盐桥中阴、阳离子不与溶液中的物质发生化学反应, 并且电迁移率(u^∞)应尽可能地相近。根据下表数据, 盐桥中应选择_____作为电解质。

阳离子	$u^\infty \times 10^8 / (\text{m}^2 \cdot \text{s}^{-1} \cdot \text{V}^{-1})$	阴离子	$u^\infty \times 10^8 / (\text{m}^2 \cdot \text{s}^{-1} \cdot \text{V}^{-1})$
Li^+	4.07	HCO_3^-	4.61
Na^+	5.19	NO_3^-	7.40
Ca^{2+}	6.59	Cl^-	7.91
K^+	7.62	SO_4^{2-}	8.27

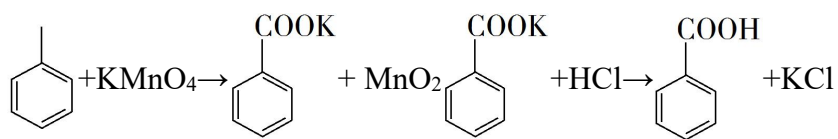
(3) 电流表显示电子由铁电极流向石墨电极。可知，盐桥中的阳离子进入_____电极溶液中。

(4) 电池反应一段时间后，测得铁电极溶液中 $c(\text{Fe}^{2+})$ 增加了 $0.02 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$ 。石墨电极上未见 Fe 析出。可知，石墨电极溶液中 $c(\text{Fe}^{2+}) = \underline{\hspace{2cm}}$ 。

(5) 根据 (3)、(4) 实验结果，可知石墨电极的电极反应式为_____，铁电极的电极反应式为_____。因此，验证了 Fe^{2+} 氧化性小于_____，还原性小于_____。

(6) 实验前需要对铁电极表面活化。在 FeSO_4 溶液中加入几滴 $\text{Fe}_2(\text{SO}_4)_3$ 溶液，将铁电极浸泡一段时间，铁电极表面被刻蚀活化。检验活化反应完成的方法是_____。

2. (2020·新课标II) 苯甲酸可用作食品防腐剂。实验室可通过甲苯氧化制苯甲酸，其反应原理简示如下：



名称	相对分子质量	熔点/ $^{\circ}\text{C}$	沸点/ $^{\circ}\text{C}$	密度/ $(\text{g} \cdot \text{mL}^{-1})$	溶解性
甲苯	92	-95	110.6	0.867	不溶于水，易溶于乙醇
苯甲	122	122.4(100 $^{\circ}\text{C}$ 左)	248	——	微溶于冷水，易

酸		右开始升华)			溶于乙醇、热水
---	--	--------	--	--	---------

实验步骤：

(1) 在装有温度计、冷凝管和搅拌器的三颈烧瓶中加入 1.5 mL 甲苯、100 mL 水和 4.8 g(约 0.03 mol)高锰酸钾，慢慢开启搅拌器，并加热回流至回流液不再出现油珠。

(2) 停止加热，继续搅拌，冷却片刻后，从冷凝管上口慢慢加入适量饱和亚硫酸氢钠溶液，并将反应混合物趁热过滤，用少量热水洗涤滤渣。合并滤液和洗涤液，于冰水浴中冷却，然后用浓盐酸酸化至苯甲酸析出完全。将析出的苯甲酸过滤，用少量冷水洗涤，放在沸水浴上干燥。称量，粗产品为 1.0 g。

(3) 纯度测定：称取 0.122 g 粗产品，配成乙醇溶液，于 100 mL 容量瓶中定容。每次移取 25.00 mL 溶液，用 $0.01000 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$ 的 KOH 标准溶液滴定，三次滴定平均消耗 21.50 mL 的 KOH 标准溶液。

回答下列问题：

(1) 根据上述实验药品的用量，三颈烧瓶的最适宜规格为_____ (填标号)。

A. 100 mL B. 250 mL C. 500 mL D. 1000 mL

(2) 在反应装置中应选用_____ 冷凝管(填“直形”或“球形”)，当回流液不再出现油珠即可判断反应已完成，其判断理由是

_____。

(3) 加入适量饱和亚硫酸氢钠溶液的目的是_____；该步骤亦可用草酸在酸性条件下处理，请用反应的离子方程式表达其原理

_____。

(4) “用少量热水洗涤滤渣”一步中滤渣的主要成分是_____。

(5) 干燥苯甲酸晶体时，若温度过高，可能出现的结果是

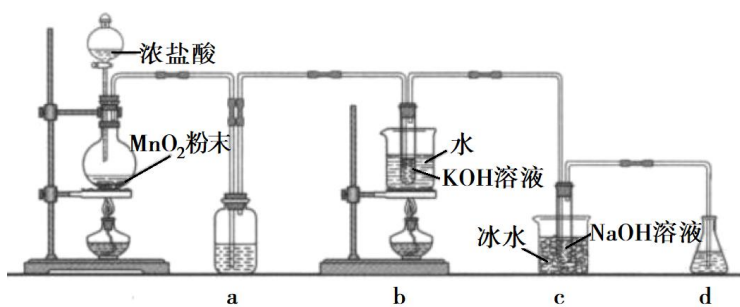
_____。

(6) 本实验制备的苯甲酸的纯度为_____；据此估算本实验中苯甲酸的产率最接近于_____ (填标号)。

A. 70% B. 60% C. 50% D. 40%

(7) 若要得到纯度更高的苯甲酸，可通过在水中_____的方法提纯。

3. (2020·新课标Ⅲ) 氯可形成多种含氧酸盐，广泛应用于杀菌、消毒及化工领域。实验室中利用下图装置(部分装置省略)制备 KClO_3 和 NaClO ，探究其氧化还原性质。



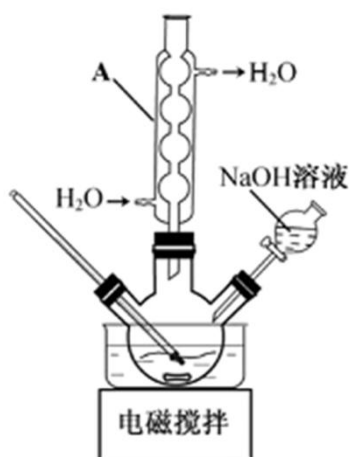
回答下列问题：

- (1) 盛放 MnO_2 粉末的仪器名称是_____，a 中的试剂为_____。
- (2) b 中采用的加热方式是_____，c 中化学反应的离子方程式是_____，采用冰水浴冷却的目的是_____。
- (3) d 的作用是_____，可选用试剂_____ (填标号)。
- A. Na_2S B. NaCl C. $\text{Ca}(\text{OH})_2$ D. H_2SO_4
- (4) 反应结束后，取出 b 中试管，经冷却结晶，_____，_____，干燥，得到 KClO_3 晶体。
- (5) 取少量 KClO_3 和 NaClO 溶液分别置于 1 号和 2 号试管中，滴加中性 KI 溶液。1 号试管溶液颜色不变。2 号试管溶液变为棕色，加入 CCl_4 振荡，静置后 CCl_4 层显_____色。可知该条件下 KClO_3 的氧化能力_____ NaClO (填“大于”或“小于”)。

4. (2020·江苏卷) 羟基乙酸钠易溶于热水，微溶于冷水，不溶于醇、醚等有机溶剂。制备少量羟基乙酸钠的反应为



实验步骤如下：



步骤 1: 如图所示装置的反应瓶中, 加入 40g 氯乙酸、50mL 水, 搅拌。逐步加入 40%NaOH 溶液, 在 95℃继续搅拌反应 2 小时, 反应过程中控制 pH 约为 9。

步骤 2: 蒸出部分水至液面有薄膜, 加少量热水, 趁热过滤。滤液冷却至 15℃, 过滤得粗产品。

步骤 3: 粗产品溶解于适量热水中, 加活性炭脱色, 分离掉活性炭。

步骤 4: 将去除活性炭后的溶液加到适量乙醇中, 冷却至 15℃以下, 结晶、过滤、干燥, 得羟基乙酸钠。

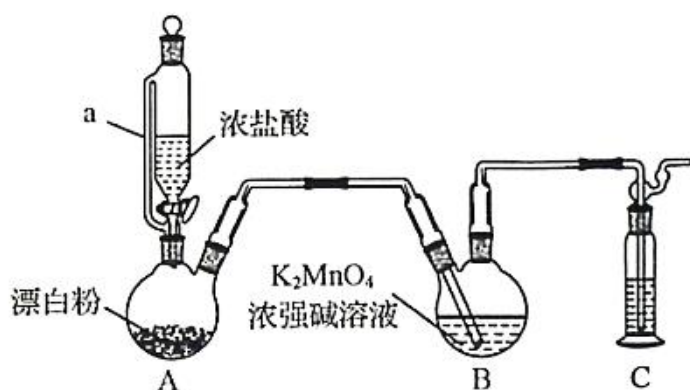
(1) 步骤 1 中, 如图所示的装置中仪器 A 的名称是_____; 逐步加入 NaOH 溶液的目是_____。

(2) 步骤 2 中, 蒸馏烧瓶中加入沸石或碎瓷片的目的是_____。

(3) 步骤 3 中, 粗产品溶解于过量水会导致产率_____(填“增大”或“减小”); 去除活性炭的操作名称是_____。

(4) 步骤 4 中, 将去除活性炭后的溶液加到适量乙醇中的目的是_____。

5. (2020·山东卷) 某同学利用 Cl_2 氧化 K_2MnO_4 制备 KMnO_4 的装置如下图所示(夹持装置略):



已知: 锰酸钾(K_2MnO_4)在浓强碱溶液中可稳定存在, 碱性减弱时易发生反应:



回答下列问题:

(1) 装置 A 中 a 的作用是_____; 装置 C 中的试剂为_____; 装置 A 中制备 Cl_2 的化学方程为_____。

(2) 上述装置存在一处缺陷, 会导致 KMnO_4 产率降低, 改进的方法是_____。

(3) KMnO_4 常作氧化还原滴定的氧化剂, 滴定时应将 KMnO_4 溶液加入_____ (填“酸式”或“碱式”) 滴定管中; 在规格为 50.00 mL 的滴定管中, 若 KMnO_4 溶液起始读数为 15.00 mL, 此时滴定管中 KMnO_4 溶液的实际体积为_____ (填标号)。

A. 15.00 mL B. 35.00 mL C. 大于 35.00 mL D. 小于 15.00 mL

(4) 某 $\text{FeC}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ 样品中可能含有的杂质为 $\text{Fe}_2(\text{C}_2\text{O}_4)_3$ 、 $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$, 采用 KMnO_4 滴定法测定该样品的组成, 实验步骤如下:

I. 取 $m\text{g}$ 样品于锥形瓶中, 加入稀 H_2SO_4 溶解, 水浴加热至 75°C 。用 $c\text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$ 的 KMnO_4 溶液趁热滴定至溶液出现粉红色且 30s 内不褪色, 消耗 KMnO_4 溶液 $V_1\text{mL}$ 。

II. 向上述溶液中加入适量还原剂将 Fe^{3+} 完全还原为 Fe^{2+} , 加入稀 H_2SO_4 酸化后, 在 75°C 继续用 KMnO_4 溶液滴定至溶液出现粉红色且 30s 内不褪色, 又消耗 KMnO_4 溶液 $V_2\text{mL}$ 。

样品中所含 $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ($M=126\text{g} \cdot \text{mol}^{-1}$) 的质量分数表达式为_____。

下列关于样品组成分析的说法, 正确的是_____ (填标号)。

A. $\frac{V_1}{V_2}=3$ 时, 样品中一定不含杂质

B. $\frac{V_1}{V_2}$ 越大, 样品中 $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ 含量一定越高

C. 若步骤 I 中滴入 KMnO_4 溶液不足, 则测得样品中 Fe 元素含量偏低

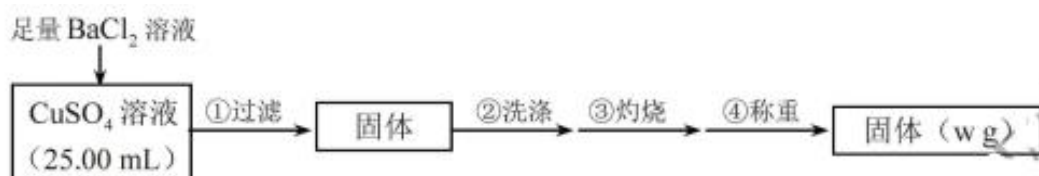
D. 若所用 KMnO_4 溶液实际浓度偏低, 则测得样品中 Fe 元素含量偏高

6. (2020·天津卷) 为测定 CuSO_4 溶液的浓度, 甲、乙两同学设计了两个方案。回答下列问题:

I. 甲方案

实验原理: $\text{CuSO}_4 + \text{BaCl}_2 = \text{BaSO}_4 \downarrow + \text{CuCl}_2$

实验步骤:



(1) 判断 SO_4^{2-} 沉淀完全的操作为_____。

(2) 步骤②判断沉淀是否洗净所选用的试剂为_____。

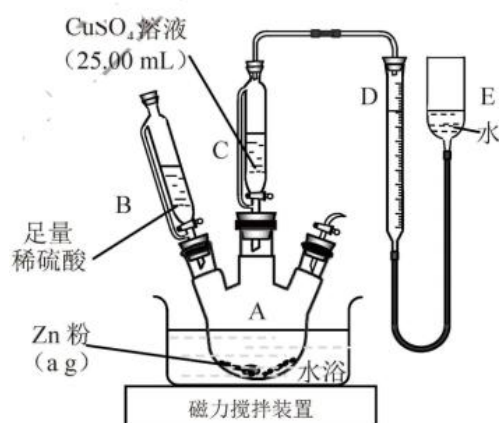
(3) 步骤③灼烧时盛装样品的仪器名称为_____。

(4) 固体质量为 $w\text{g}$, 则 $c(\text{CuSO}_4)=$ _____ $\text{mol}\cdot\text{L}^{-1}$ 。

(5) 若步骤①从烧杯中转移沉淀时未洗涤烧杯, 则测得 $c(\text{CuSO}_4)$ _____ (填“偏高”、“偏低”或“无影响”)。

II. 乙方案

实验原理: $\text{Zn}+\text{CuSO}_4=\text{ZnSO}_4+\text{Cu}$, $\text{Zn}+\text{H}_2\text{SO}_4=\text{ZnSO}_4+\text{H}_2\uparrow$



实验步骤:

①按右图安装装置(夹持仪器略去)

②.....

③在仪器 A、B、C、D、E...中加入图示的试剂

④调整 D、E 中两液面相平, 使 D 中液面保持在 0 或略低于 0 刻度位置, 读数并记录。

⑤将 CuSO_4 溶液滴入 A 中搅拌, 反应完成后, 再滴加稀硫酸至体系不再有气体产生

⑥待体系恢复到室温, 移动 E 管, 保持 D、E 中两液面相平, 读数并记录

⑦处理数据

(6) 步骤②为_____。

(7) 步骤⑥需保证体系恢复到室温的原因是_____ (填序号)。

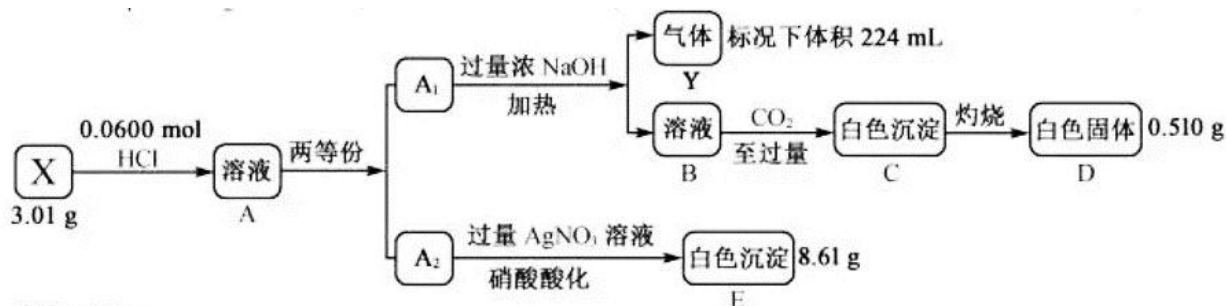
a. 反应热受温度影响 b. 气体密度受温度影响 c. 反应速率受温度影响

(8) Zn 粉质量为 $a\text{g}$, 若测得 H_2 体积为 $b\text{mL}$, 已知实验条件下 $\rho(\text{H}_2)=d\text{g}\cdot\text{L}^{-1}$, 则 $c(\text{CuSO}_4)$ _____ $\text{mol}\cdot\text{L}^{-1}$ (列出计算表达式)。

(9) 若步骤⑥E 管液面高于 D 管, 未调液面即读数, 则测得 $c(\text{CuSO}_4)$ _____ (填“偏高”、“偏低”或“无影响”)。

(10) 是否能用同样的装置和方法测定 MgSO_4 溶液的浓度: _____ (填“是”或“否”)。

7. (2020·浙江卷) I. 化合物X由四种短周期元素组成, 加热X, 可产生使湿润的红色石蕊试纸变蓝的气体Y, Y为纯净物; 取3.01gX, 用含HCl 0.0600 mol的盐酸完全溶解得溶液A, 将溶液A分成A₁和A₂两等份, 完成如下实验(白色沉淀C可溶于NaOH溶液):



请回答:

(1) 组成X的四种元素是N、H和_____(填元素符号), X的化学式是_____。

(2) 溶液B通入过量CO₂得到白色沉淀C的离子方程式是_____。

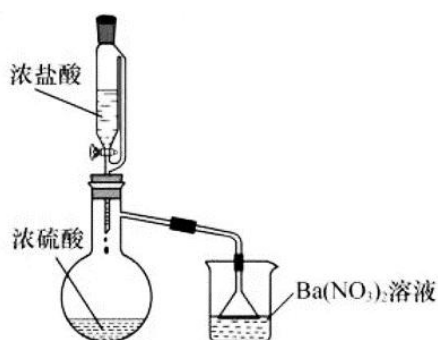
(3) 写出一个化合反应(用化学方程式或离子方程式表示)_____。

要求同时满足:

①其中一种反应物的组成元素必须是X中除N、H外的两种元素;

②反应原理与“ $\text{HCl} + \text{NH}_3 = \text{NH}_4\text{Cl}$ ”相同。

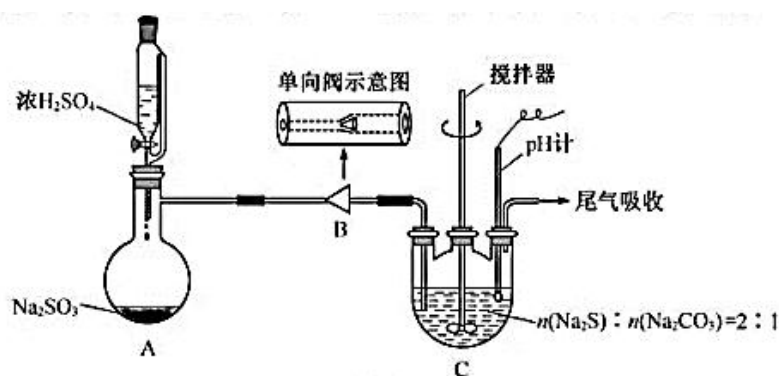
II. 某兴趣小组为验证浓硫酸的性质进行实验, 如图。实验中观察到的现象有: 锥形瓶内有白雾, 烧杯中出现白色沉淀。请回答:



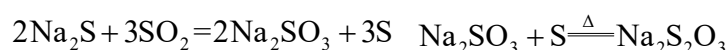
(1) 将浓硫酸和浓盐酸混合可产生HCl气体的原因是_____。

(2) 烧杯中出现白色沉淀的原因是_____。

8. (2020·浙江卷) 硫代硫酸钠在纺织业等领域有广泛应用。某兴趣小组用下图装置制备 $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ 。



合成反应: $\text{SO}_2 + \text{Na}_2\text{CO}_3 = \text{Na}_2\text{SO}_3 + \text{CO}_2$



滴定反应: $\text{I}_2 + 2\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 = 2\text{NaI} + \text{Na}_2\text{S}_4\text{O}_6$

已知: $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ 易溶于水, 难溶于乙醇, 50°C 开始失结晶水。

实验步骤:

I. $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 制备: 装置 A 制备的 SO_2 经过单向阀通入装置 C 中的混合溶液, 加热、搅拌, 至溶液 pH 约为 7 时, 停止通入 SO_2 气体, 得产品混合溶液。

II. 产品分离提纯: 产品混合溶液经蒸发浓缩、冷却结晶、过滤洗涤、干燥, 得到 $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ 产品。

III. 产品纯度测定: 以淀粉作指示剂, 用 $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ 产品配制的溶液滴定碘标准溶液至滴定终点, 计算 $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ 含量。

请回答:

(1) 步骤 I: 单向阀的作用是_____; 装置 C 中的反应混合溶液 pH 过高或过低将导致产率降低, 原因是_____。

(2) 步骤 II: 下列说法正确的是_____。

- A 快速蒸发溶液中水分, 可得较大晶体颗粒
- B 蒸发浓缩至溶液表面出现晶膜时, 停止加热
- C 冷却结晶后的固液混合物中加入乙醇可提高产率
- D 可选用冷的 Na_2CO_3 溶液作洗涤剂

(3) 步骤 III

① 滴定前, 有关滴定管的正确操作为(选出正确操作并按序排列):

检漏→蒸馏水洗涤→()→()→()→()→()→开始滴定。

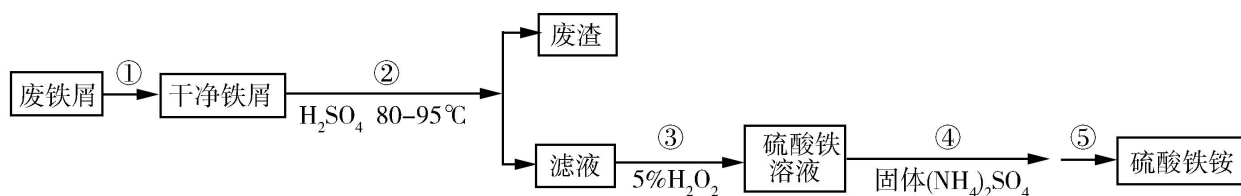
A 烘干 B 装入滴定液至零刻度以上 C 调整滴定液液面至零刻度或零刻度以下 D 用洗耳球吹出润洗液 E 排除气泡 F 用滴定液润洗 2 至 3 次 G 记录起始读数

②装标准碘溶液的碘量瓶(带瓶塞的锥形瓶)在滴定前应盖上瓶塞,目的是_____。

③滴定法测得产品中 $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ 含量为 100.5%, 则 $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ 产品中可能混有的物质是_____。

【2019 年】

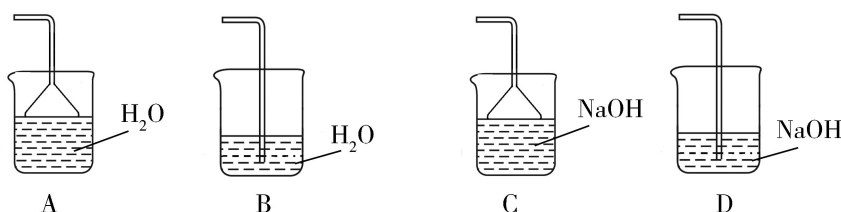
1. [2019·新课标I] 硫酸铁铵 $[\text{NH}_4\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot x\text{H}_2\text{O}]$ 是一种重要铁盐。为充分利用资源,变废为宝,在实验室中探究采用废铁屑来制备硫酸铁铵,具体流程如下:



回答下列问题:

(1) 步骤①的目的是去除废铁屑表面的油污,方法是_____。

(2) 步骤②需要加热的目的是_____, 温度保持80~95℃, 采用的合适加热方式是_____。铁屑中含有少量硫化物, 反应产生的气体需要净化处理, 合适的装置为_____ (填标号)。

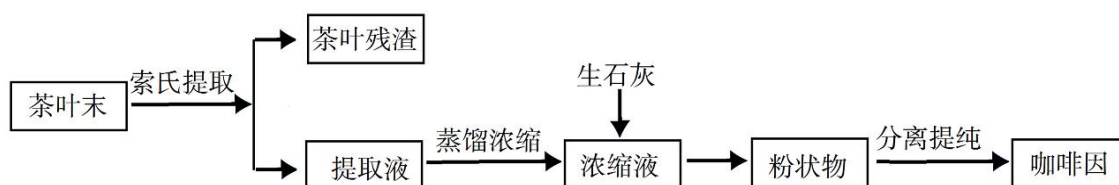


(3) 步骤③中选用足量的 H_2O_2 , 理由是_____。分批加入 H_2O_2 , 同时为了_____, 溶液要保持pH小于0.5。

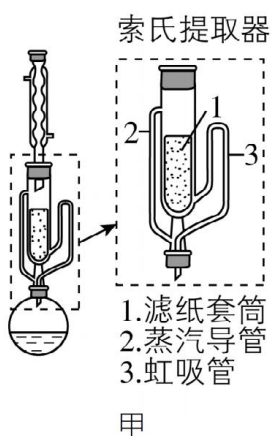
(4) 步骤⑤的具体实验操作有_____, 经干燥得到硫酸铁铵晶体样品。

(5) 采用热重分析法测定硫酸铁铵晶体样品所含结晶水数, 将样品加热到150℃时, 失掉1.5个结晶水, 失重5.6%。硫酸铁铵晶体的化学式为_____。

2. [2019·新课标II] 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，从而实现对茶叶末的连续萃取。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）。

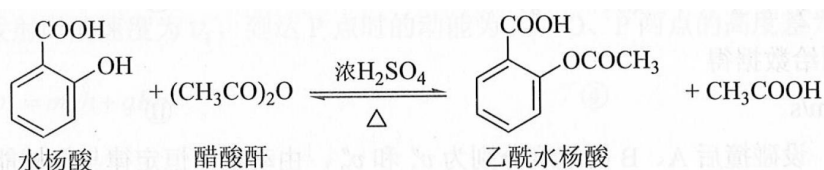
A. 直形冷凝管 B. 球形冷凝管 C. 接收瓶 D. 烧杯

(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_____。



3. [2019·新课标Ⅲ]乙酰水杨酸（阿司匹林）是目前常用药物之一。实验室通过水杨酸进行乙酰化制备阿司匹林的一种方法如下：



	水杨酸	醋酸酐	乙酰水杨酸
熔点/°C	157~159	-72~-74	135~138
相对密度/(g·cm ⁻³)	1.44	1.10	1.35
相对分子质量	138	102	180

实验过程：在100 mL锥形瓶中加入水杨酸6.9 g及醋酸酐10 mL，充分摇动使固体完全溶解。缓慢滴加0.5 mL浓硫酸后加热，维持瓶内温度在70 °C左右，充分反应。稍冷后进行如下操作。

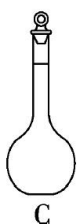
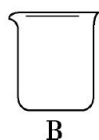
- ①在不断搅拌下将反应后的混合物倒入100 mL冷水中，析出固体，过滤。
- ②所得结晶粗品加入50 mL饱和碳酸氢钠溶液，溶解、过滤。
- ③滤液用浓盐酸酸化后冷却、过滤得固体。
- ④固体经纯化得白色的乙酰水杨酸晶体5.4 g。

回答下列问题：

（1）该合成反应中应采用_____加热。（填标号）

A. 热水浴 B. 酒精灯 C. 煤气灯 D. 电炉

（2）下列玻璃仪器中，①中需使用的有_____（填标号），不需使用的_____（填名称）。



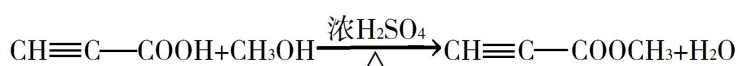
(3) ①中需使用冷水，目的是_____。

(4) ②中饱和碳酸氢钠的作用是_____，以便过滤除去难溶杂质。

(5) ④采用的纯化方法为_____。

(6) 本实验的产率是_____ %。

5. [2019·江苏卷]丙炔酸甲酯($\text{CH}\equiv\text{C}-\text{COOH}$)是一种重要的有机化工原料，沸点为103~105℃。实验室制备少量丙炔酸甲酯的反应为



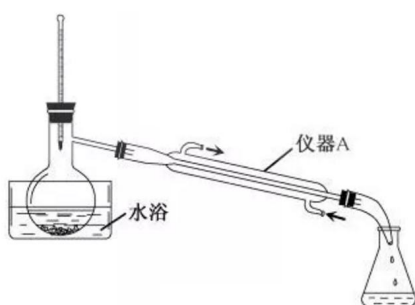
实验步骤如下：

步骤1：在反应瓶中，加入14 g丙炔酸、50 mL甲醇和2 mL浓硫酸，搅拌，加热回流一段时间。

步骤2：蒸出过量的甲醇（装置见下图）。

步骤3：反应液冷却后，依次用饱和NaCl溶液、5%Na₂CO₃溶液、水洗涤。分离出有机相。

步骤4：有机相经无水Na₂SO₄干燥、过滤、蒸馏，得丙炔酸甲酯。



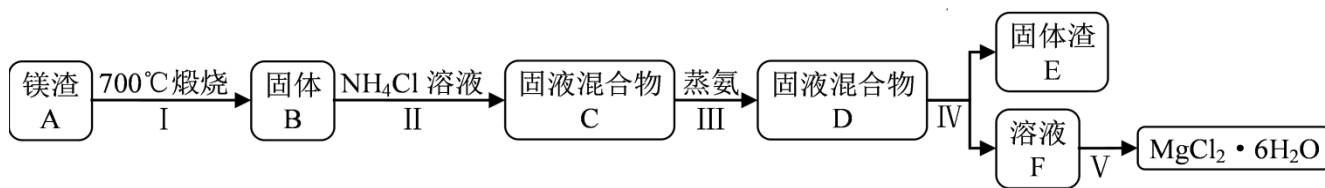
(1) 步骤1中，加入过量甲醇的目的是_____▲_____。

(2) 步骤2中，上图所示的装置中仪器A的名称是_____▲_____；蒸馏烧瓶中加入碎瓷片的目的是_____▲_____。

(3) 步骤3中，用5%Na₂CO₃溶液洗涤，主要除去的物质是_____▲_____；分离出有机相的操作名称为_____▲_____。

(4) 步骤4中，蒸馏时不能用水浴加热的原因是_____▲_____。

7. [2019·浙江4月选考]某兴趣小组在定量分析了镁渣[含有MgCO₃、Mg(OH)₂、CaCO₃、Al₂O₃、Fe₂O₃和SiO₂]中Mg含量的基础上，按如下流程制备六水合氯化镁(MgCl₂·6H₂O)。



相关信息如下：

- ①700℃只发生 MgCO_3 和 $\text{Mg}(\text{OH})_2$ 的分解反应。
- ② NH_4Cl 溶液仅与体系中的 MgO 反应，且反应程度不大。
- ③“蒸氨”是将氨从固液混合物中蒸出来，且须控制合适的蒸出量。

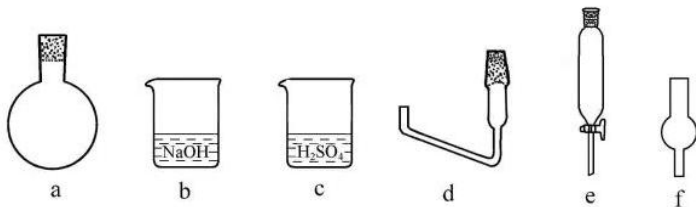
请回答：

(1) 下列说法正确的是_____。

- A. 步骤I，煅烧样品的容器可以用坩埚，不能用烧杯和锥形瓶
- B. 步骤III，蒸氨促进平衡正向移动，提高 MgO 的溶解量
- C. 步骤III，可以将固液混合物 C 先过滤，再蒸氨
- D. 步骤IV，固液分离操作可采用常压过滤，也可采用减压过滤

(2) 步骤III，需要搭建合适的装置，实现蒸氨、吸收和指示于一体(用硫酸溶液吸收氨气)。

①选择必须的仪器，并按连接顺序排列(填写代表仪器的字母，不考虑夹持和橡皮管连接)：热源→_____。



②为了指示蒸氨操作完成，在一定量硫酸溶液中加指示剂。请给出并说明蒸氨可以停止时的现象_____。

(3) 溶液 F 经盐酸酸化、蒸发、结晶、过滤、洗涤和低温干燥得到产品。取少量产品溶于水后发现溶液呈碱性。

①含有的杂质是_____。

②从操作上分析引入杂质的原因是_____。

(4) 有同学采用盐酸代替步骤II中的 NH_4Cl 溶液处理固体 B，然后除杂，制备 MgCl_2 溶液。

已知金属离子形成氢氧化物沉淀的 pH 范围：

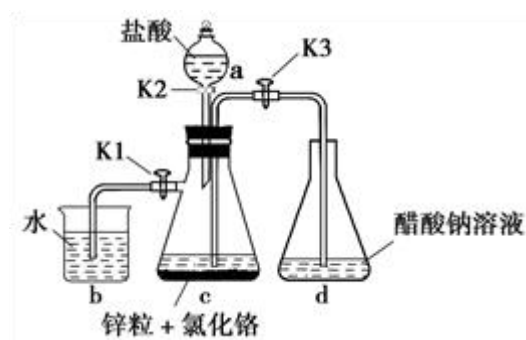
金属离子	pH	
	开始沉淀	完全沉淀
Al^{3+}	3.0	4.7
Fe^{3+}	1.1	2.8
Ca^{2+}	11.3	—
Mg^{2+}	8.4	10.9

请给出合理的操作排序(从下列操作中选取,按先后次序列出字母,操作可重复使用): 固体 B → a → () → () → () → () → () → () → MgCl_2 溶液 → 产品。

- a. 用盐酸溶解 b. 调 pH=3.0 c. 调 pH=5.0 d. 调 pH=8.5
e. 调 pH=11.0 f. 过滤 g. 洗涤

【2018 年】

1. (2018·全国卷I) 醋酸亚铬 $[(\text{CH}_3\text{COO})_2\text{Cr} \cdot \text{H}_2\text{O}]$ 为砖红色晶体,难溶于冷水,易溶于酸,在气体分析中用作氧气吸收剂。一般制备方法是先在封闭体系中利用金属锌作还原剂,将三价铬还原为二价铬;二价铬再与醋酸钠溶液作用即可制得醋酸亚铬。实验装置如图所示,回答下列问题:

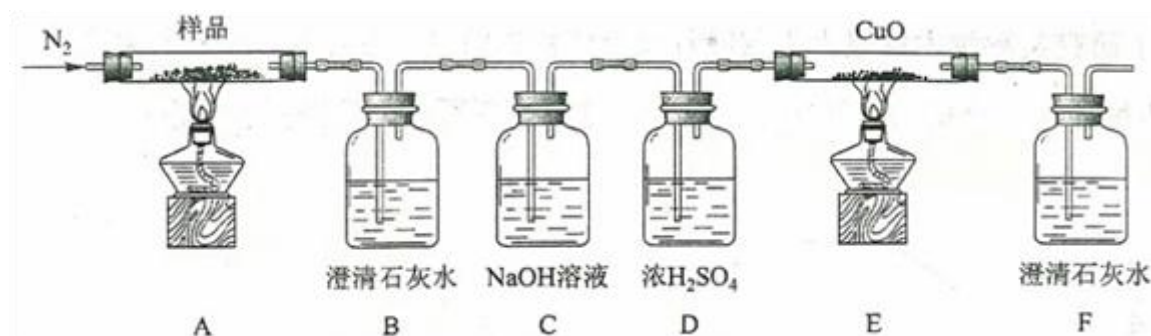


- (1) 实验中所用蒸馏水均需经煮沸后迅速冷却,目的是_____,仪器 a 的名称是_____。
- (2) 将过量锌粒和氯化铬固体置于 c 中,加入少量蒸馏水,按图连接好装置,打开 K1、K2,关闭 K3。
- ① c 中溶液由绿色逐渐变为亮蓝色,该反应的离子方程式为_____。
- ② 同时 c 中有气体产生,该气体的作用是_____。
- (3) 打开 K3,关闭 K1 和 K2。c 中亮蓝色溶液流入 d,其原因是_____; d 中析出砖红色沉淀,为使沉淀充分析出并分离,需采用的操作是_____、_____、洗涤、干燥。

(4) 指出装置 d 可能存在的缺点_____。2. (2018·全国卷 II) $K_3[Fe(C_2O_4)_3] \cdot 3H_2O$ (三草酸合铁酸钾) 为亮绿色晶体, 可用于晒制蓝图。回答下列问题:

(1) 晒制蓝图时, 用 $K_3[Fe(C_2O_4)_3] \cdot 3H_2O$ 作感光剂, 以 $K_3[Fe(CN)_6]$ 溶液为显色剂。其光解反应的化学方程式为: $2K_3[Fe(C_2O_4)_3] \xrightarrow{\text{光照}} 2FeC_2O_4 + 3K_2C_2O_4 + 2CO_2 \uparrow$; 显色反应的化学方程式为_____。

(2) 某小组为探究三草酸合铁酸钾的热分解产物, 按下图所示装置进行实验。



①通入氮气的目的是_____。

②实验中观察到装置 B、F 中澄清石灰水均变浑浊, 装置 E 中固体变为红色, 由此判断热分解产物中一定含有_____、_____。

③为防止倒吸, 停止实验时应进行的操作是_____。

④样品完全分解后, 装置 A 中的残留物含有 FeO 和 Fe_2O_3 , 检验 Fe_2O_3 存在的方法是: _____。

(3) 测定三草酸合铁酸钾中铁的含量。

①称量 m g 样品于锥形瓶中, 溶解后加稀 H_2SO_4 酸化, 用 c mol·L⁻¹ $KMnO_4$ 溶液滴定至终点。滴定终点的现象是_____。

②向上述溶液中加入过量锌粉至反应完全后, 过滤、洗涤, 将滤液及洗涤液全部收集到锥形瓶中。加稀 H_2SO_4 酸化, 用 c mol·L⁻¹ $KMnO_4$ 溶液滴定至终点, 消耗 $KMnO_4$ 溶液 V mL。该晶体中铁的质量分数的表达式为_____。

3. (2018·全国卷 III) 硫代硫酸钠晶体 ($Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O$, $M=248$ g·mol⁻¹) 可用作定影剂、还原剂。回答下列问题:

(1) 已知: $K_{sp}(BaSO_4)=1.1 \times 10^{-10}$, $K_{sp}(BaS_2O_3)=4.1 \times 10^{-5}$ 。市售硫代硫酸钠中常含有硫酸根杂质, 选用下列试剂设计实验方案进行检验:

试剂: 稀盐酸、稀 H_2SO_4 、 $BaCl_2$ 溶液、 Na_2CO_3 溶液、 H_2O_2 溶液

实验步骤	现象
①取少量样品，加入除氧蒸馏水	②固体完全溶解得无色澄清溶液
③_____	④_____，有刺激性气体产生
⑤静置，_____	⑥_____

(2) 利用 $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ 标准溶液定量测定硫代硫酸钠的纯度。测定步骤如下：

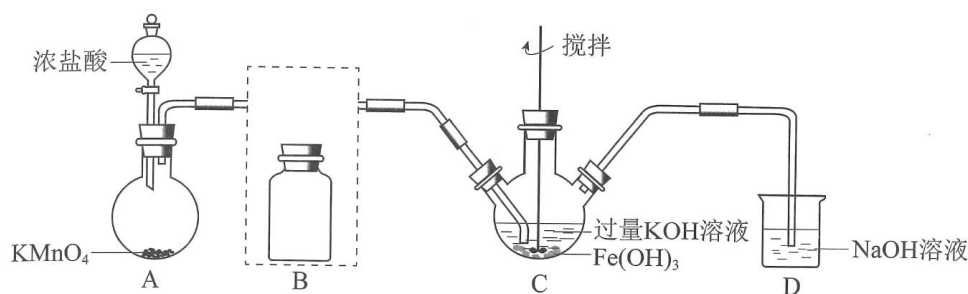
①溶液配制：称取 1.2000 g 某硫代硫酸钠晶体样品，用新煮沸并冷却的蒸馏水在_____中溶解，完全溶解后，全部转移至 100 mL 的_____中，加蒸馏水至_____。

②滴定：取 $0.00950 \text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$ 的 $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ 标准溶液 20.00 mL，硫酸酸化后加入过量 KI，发生反应： $\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-} + 6\text{I}^- + 14\text{H}^+ \rightleftharpoons 3\text{I}_2 + 2\text{Cr}^{3+} + 7\text{H}_2\text{O}$ 。然后用硫代硫酸钠样品溶液滴定至淡黄绿色，发生反应： $\text{I}_2 + 2\text{S}_2\text{O}_3^{2-} \rightleftharpoons \text{S}_4\text{O}_6^{2-} + 2\text{I}^-$ 。加入淀粉溶液作为指示剂，继续滴定，当溶液_____，即为终点。平行滴定 3 次，样品溶液的平均用量为 24.80 mL，则样品纯度为_____ % (保留 1 位小数)。

4. (2018·北京卷) 实验小组制备高铁酸钾 (K_2FeO_4) 并探究其性质。

资料： K_2FeO_4 为紫色固体，微溶于 KOH 溶液；具有强氧化性，在酸性或中性溶液中快速产生 O_2 ，在碱性溶液中较稳定。

(1) 制备 K_2FeO_4 (夹持装置略)



①A 为氯气发生装置。A 中反应方程式是_____ (锰被还原为 Mn^{2+})。

②将除杂装置 B 补充完整并标明所用试剂。_____

③C 中得到紫色固体和溶液。C 中 Cl_2 发生的反应有

$3\text{Cl}_2 + 2\text{Fe}(\text{OH})_3 + 10\text{KOH} \rightleftharpoons 2\text{K}_2\text{FeO}_4 + 6\text{KCl} + 8\text{H}_2\text{O}$ ，另外还有_____。

(2) 探究 K_2FeO_4 的性质

①取 C 中紫色溶液，加入稀硫酸，产生黄绿色气体，得溶液 a，经检验气体中含有 Cl_2 。为证明是否 K_2FeO_4 氧化了 Cl^- 而产生 Cl_2 ，设计以下方案：

方案I	取少量 a，滴加 KSCN 溶液至过量，溶液呈红色。
方案II	用 KOH 溶液充分洗涤 C 中所得固体，再用 KOH 溶液将 K_2FeO_4 溶出，得到紫色溶液 b。取少量 b，滴加盐酸，有 Cl_2 产生。

I. 由方案I中溶液变红可知 a 中含有_____离子，但该离子的产生不能判断一定是 K_2FeO_4 将 Cl^- 氧化，还可能由_____产生（用方程式表示）。

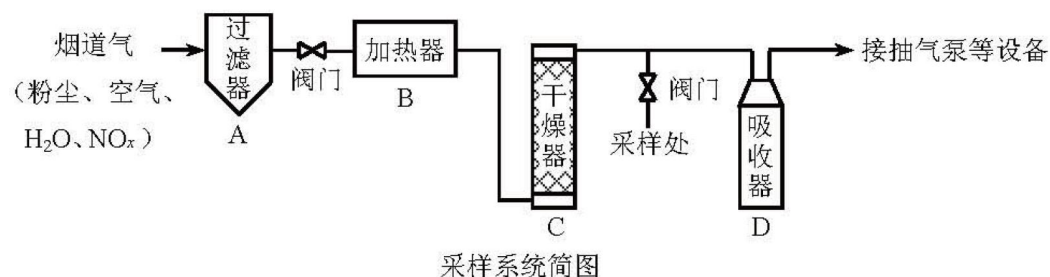
II. 方案II可证明 K_2FeO_4 氧化了 Cl^- 。用 KOH 溶液洗涤的目的是_____。

②根据 K_2FeO_4 的制备实验得出：氧化性 Cl_2 _____ FeO_4^{2-} （填“>”或“<”），而方案II实验表明， Cl_2 和 FeO_4^{2-} 的氧化性强弱关系相反，原因是_____。

③资料表明，酸性溶液中的氧化性 $FeO_4^{2-} > MnO_4^-$ ，验证实验如下：将溶液 b 滴入 $MnSO_4$ 和足量 H_2SO_4 的混合溶液中，振荡后溶液呈浅紫色，该现象能否证明氧化性 $FeO_4^{2-} > MnO_4^-$ 。若能，请说明理由；若不能，进一步设计实验方案。

理由或方案：_____。>5.（2018 年天津卷）烟道气中的 NO_x 是主要的大气污染物之一，为了监测其含量，选用如下采样和检测方法。回答下列问题：

I. 采样



采样步骤：

①检验系统气密性；②加热器将烟道气加热至 $140^\circ C$ ；③打开抽气泵置换系统内空气；④采集无尘、干燥的气样；⑤关闭系统，停止采样。

(1) A 中装有无碱玻璃棉，其作用是_____。

(2) C 中填充的干燥剂是（填序号）_____。

a. 碱石灰 b. 无水 $CuSO_4$ c. P_2O_5

(3) 用实验室常用仪器组装一套装置，其作用是与 D（装有碱液）相同，在虚线框中画出该装置的示意图，标明气体的流向及试剂。



(4) 采样步骤②加热烟道气的目的是_____。

II. NO_x 含量的测定

将 v L 气样通入适量酸化的 H₂O₂ 溶液中, 使 NO_x 完全被氧化为 NO₃⁻, 加水稀释至 100.00 mL。量取 20.00 mL 该溶液, 加入 v_1 mL c_1 mol·L⁻¹ FeSO₄ 标准溶液 (过量), 充分反应后, 用 c_2 mol·L⁻¹ K₂Cr₂O₇ 标准溶液滴定剩余的 Fe²⁺, 终点时消耗 v_2 mL。

(5) NO 被 H₂O₂ 氧化为 NO₃⁻ 的离子方程式是_____。

(6) 滴定操作使用的玻璃仪器主要有_____。

(7) 滴定过程中发生下列反应:



则气样中 NO_x 折合成 NO₂ 的含量为_____ mg·m⁻³。

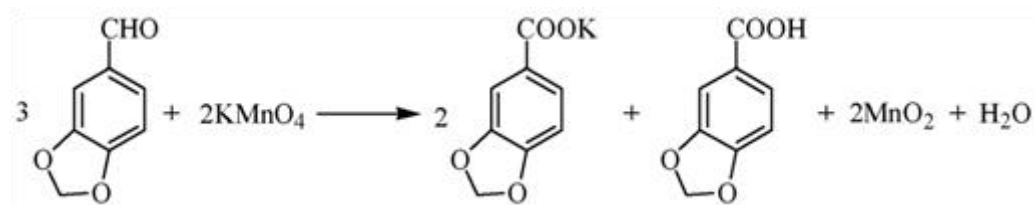
(8) 判断下列情况对 NO_x 含量测定结果的影响 (填“偏高”、“偏低”或“无影响”)

若缺少采样步骤③, 会使测试结果_____。

若 FeSO₄ 标准溶液部分变质, 会使测定结果_____。 $\frac{23(c_1V_1-6c_2V_2)}{3V} \times 10^4$ $\frac{23(c_1V_1-6c_2V_2)}{3V} \times 10^4$ 6. (2018 年江

苏卷) [实验化学]

3, 4-亚甲二氧基苯甲酸是一种用途广泛的有机合成中间体, 微溶于水, 实验室可用 KMnO₄ 氧化 3, 4-亚甲二氧基苯甲醛制备, 其反应方程式为



实验步骤如下:

步骤 1: 向反应瓶中加入 3, 4-亚甲二氧基苯甲醛和水, 快速搅拌, 于 70~80 °C 滴加 KMnO₄ 溶液。反应结束后, 加入 KOH 溶液至碱性。

步骤 2: 趁热过滤, 洗涤滤饼, 合并滤液和洗涤液。

步骤 3: 对合并后的溶液进行处理。

步骤 4: 抽滤, 洗涤, 干燥, 得 3, 4-亚甲二氧基苯甲酸固体。

- (1) 步骤 1 中, 反应结束后, 若观察到反应液呈紫红色, 需向溶液中滴加 NaHSO_3 溶液, HSO_3^- 转化为 _____ (填化学式); 加入 KOH 溶液至碱性的目的是 _____。
- (2) 步骤 2 中, 趁热过滤除去物质是 _____ (填化学式)。
- (3) 步骤 3 中, 处理合并后溶液的实验操作为 _____。
- (4) 步骤 4 中, 抽滤所用的装置包括 _____、吸滤瓶、安全瓶和抽气泵。

