

实验前准备与气体制备小专题

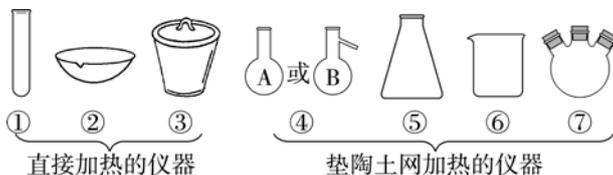
【制备物质的一般流程】

气体制备——气体净化——核心反应——产品收集与保护——尾气处理

一、实验前准备（仪器准备+药品准备）

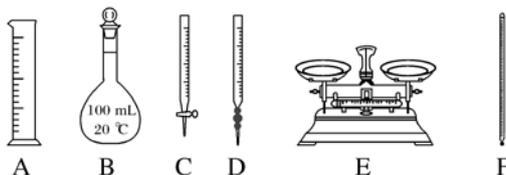
（一）仪器选择

1. 常用可加热仪器



仪器名称	使用方法
① 试管	加热液体时，液体体积不能超过其容积的 $\frac{1}{3}$ ；加热固体时，试管口应略 向下倾斜
② 蒸发皿	蒸发浓缩时要用 玻璃棒 搅拌
③ 坩埚	用于固体物质灼烧，把坩埚放在三脚架上的 泥三角 上加热，取放坩埚时必须使用 坩埚钳 ，加热完的坩埚应放在 石棉网 上冷却
④ A 圆底烧瓶 B 蒸馏烧瓶	a. 常用作液体参与反应的反应器，其中 B 主要用于混合液体的 蒸馏 和分馏，应加入 碎瓷片 ，防止暴沸； b. 加热时，液体不超过容积的 $\frac{2}{3}$ ，且不少于容积的 $\frac{1}{3}$ 。
⑤ 锥形瓶	滴定时液体不超过容积的 $\frac{1}{2}$
⑥ 烧杯	溶解固体时要用 玻璃棒 搅拌
⑦ 三颈烧瓶	作反应器。三颈口一般放置温度计、 冷凝管 、分液漏斗、 搅拌器 等。一般用于 液体 混合物的分离与提纯。

2. 常用的计量仪器



(1) A 为 **量筒**，用于量取一定体积的液体；一般情况的精确度：**0.1 mL**。

(2) B 为 **容量瓶**，主要用于配制一定物质的量浓度的溶液。

① 该仪器使用前需 **“查漏”**；② **不能** (填“不能”或“能”) 将固体或浓溶液直接在该仪器中溶解或稀释；③ 有固定的规格。

(3) C 为 **酸式滴定管**。① 使用前需 **“查漏”**；② “0” 刻度在 **上方**；③ 不可盛装 **碱性** 溶液；④ 精确度：**0.01 mL**。

(4) D 为 **碱式滴定管**，用于盛装 **碱性** 溶液，不可盛装 **酸性** 和强氧化性溶液 (如 KMnO_4 溶液)。

(5) E 为 **托盘天平**。① 称量前先调零点；② 腐蚀性药品应放于 **烧杯** 内称量；③ 左盘放 **被称物**，右盘放 **砝码**，即 **“左物右码”**；④ 精确度：**0.1 g**。

(6) F 为 **温度计**。

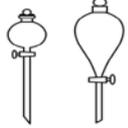
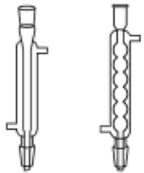
注意：

① 容量瓶检查口部的塞子是否漏液方法：向瓶内加入一定量水，塞紧塞子，用食指摁住 **瓶塞**，另一只手托住 **瓶底**，把容量瓶倒立，观察瓶塞周围是否漏水；然后直立，将瓶塞 **旋转 180°** 塞紧，再倒立观察是否漏水。经检查不漏水的容量瓶才能使用。

③ 酸、碱式滴定管：使用酸式滴定管时，要检查 **活塞处** 是否漏液，使用碱式滴定管时，要检查 **玻璃珠和橡皮管接触部位** 是否漏液。

3. 其他常用仪器

仪器图形与名称	主要用途	使用方法和注意事项
 普通漏斗 长颈漏斗	① 向小口容器中转移液体 ② 漏斗加滤纸后，可过滤液体 ③ 漏斗倒扣在液面上，用作易溶于水或溶液的气体的 防倒吸装置 ④ 长颈漏斗用于装配气体发生装置	① 制作过滤器时，滤纸紧贴漏斗 内壁 ，用水润湿，注意不得留有气泡； ② 滤纸低于 漏斗边缘 ，液体低于 滤纸边缘 ； ③ 制取气体应将长管末端插入 液面下 ，防止气体逸出。

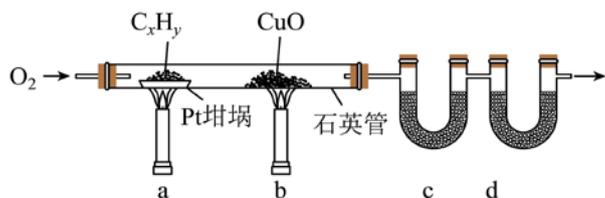
 <p style="text-align: center;">分液漏斗</p>	①球形分液漏斗用于随时添加液体 ②梨形分液漏斗用于互不相溶且密度不同的两种液体的分离或萃取分液	①用前要 <u>查漏</u> ； ②分液时，下层液体从 <u>下口</u> 放出，上层液体从 <u>上口</u> 倒出，放液时漏斗颈的尖端要紧靠烧杯的 <u>内壁</u> ； ③放液前一般先把漏斗上的玻璃塞打开。
 <p style="text-align: center;">冷凝管</p>	①用于蒸馏或分馏时冷凝易液化的气体； ②有利于液体回流。	①直形冷凝管一般用于蒸馏时冷凝，也可用于回流； ②球形冷凝管可用于回流，不能用于蒸馏； ③冷却水方向均为 <u>下口</u> 进， <u>上口</u> 出。
 <p style="text-align: center;">干燥管 U形管</p>	盛装固体，用于气体的干燥、吸收或除杂。	①干燥管只能盛装 <u>固体</u> 吸收剂(如碱石灰、无水氯化钙、 P_2O_5)； ②干燥管气体流向： <u>大</u> (口)进 <u>小</u> (口)出。
 <p style="text-align: center;">洗气瓶</p>	盛装液体用于气体的净化或干燥(如装浓硫酸)。	气体的流向应是 <u>长(管)进短(管)出</u> 。
 <p style="text-align: center;">恒压滴液漏斗</p>	组装气体发生器，可 <u>平衡气压，使液体顺利滴下</u> ；也可以消除由于液体加入而使气体体积增大的影响。	使用前查漏、打开平衡导管或 <u>活塞</u> ，使用中要控制 <u>滴加速度</u> ；使用后应先排空内部液体或平衡气压，再拆卸漏斗，防止残留液体 <u>倒吸</u> 。

注意：

①检查分液漏斗是否漏液的方法：关闭分液漏斗颈部旋塞，向分液漏斗内注入适量蒸馏水。观察旋塞的两端及漏斗的下口处是否漏水；若不漏水，塞紧上口塞子，左手握住旋塞，右手食指摁住上口塞子，倒立，观察上口塞子周围是否漏水，然后正立，将上口塞子旋转180°，再倒立观察是否漏水。

(二) 检查装置气密性 (涉及气体的实验均在仪器组装后，检查装置气密性)

【典例 1】燃烧法可确定烃的分子式，按下图实验装置 (部分装置略) 对烃 C_xH_y 进行分析。



请回答下列问题：

(1) 将装有样品的 Pt 坩埚和 CuO 放入石英管中，先通一段时间氧气，排出装置中空气，而后将已称重的 U 型管 c、d 与石英管连接，检查_____。

答：装置气密性

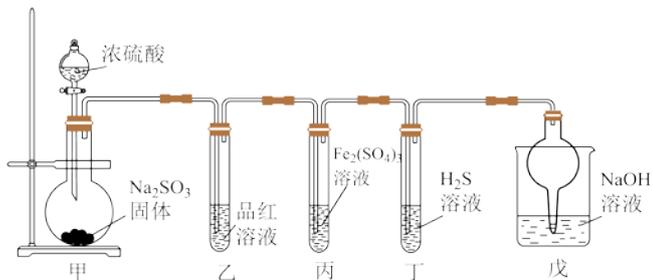
【方法一】——微热法



关键条件：密闭
 制造压强差：微热
 现象：冒泡+稳定水柱

操作：用酒精灯微热或用手捂热试管，导管口产生气泡，停止加热或松开手后导管内形成一段水柱，证明装置不漏气。

【典例 2】利用下列实验装置制取 SO_2 并验证其性质。

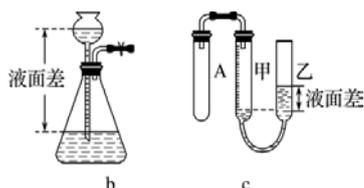


检查装置气密性时，需关闭分液漏斗活塞，将干燥管末端浸入水中并微热烧瓶 ()

答：√

分析：检查装置气密性时，需先形成密闭体系，关闭分液漏斗活塞，将干燥管末端浸入液面之下，然后用酒精灯微热烧瓶，观察干燥管末端是否有气泡冒出，撤去酒精灯，看是否形成稳定液柱，从而判断装置是否漏气。

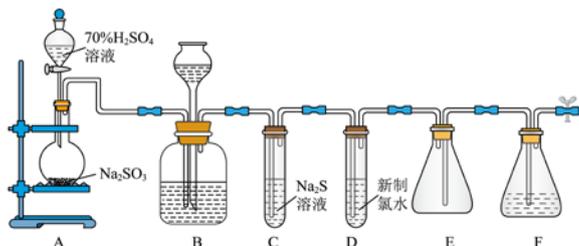
【方法二】——液差法



关键条件：密闭
制造压强差：注水
现象：液柱高度不变

操作：连接好仪器，b 中夹紧弹簧夹，从长颈漏斗中注入适量水，使 b 中长颈漏斗中的液面高于锥形瓶中的液面，静置，若液面位置保持不变，证明装置不漏气。c 中，从乙管加入适量水，使乙管液面高于甲管液面，静置，若液面位置保持不变，证明装置不漏气。

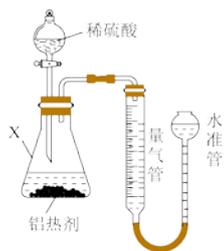
【典例 3】实验室可用图中装置(略去部分夹持仪器)制取 SO₂ 并验证其性质。



(1) 盛装 70% H₂SO₄ 溶液的仪器名称为_____。仪器组装完成后，关闭两端活塞，向装置 B 的长颈漏斗内注入液体至形成一段液柱，若_____，则整个装置气密性良好。

答：分液漏斗 液柱高度保持不变

【典例 4】为了测定某铝热剂(由铝粉和氧化铬组成)中铝元素的质量分数，同学们设计了如图所示装置(夹持装置省略)进行实验。

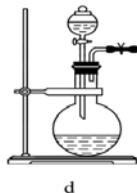


(2) 仪器 x 的名称为_____。

(3) 检查该装置的气密性的方法是_____ (任写一种)。

答：锥形瓶 向水准管中注水，向下移动水准管，静置片刻，若水准管中液面与量气管中液面维持一定的高度差且一段时间内高度差未发生明显变化，说明装置气密性良好

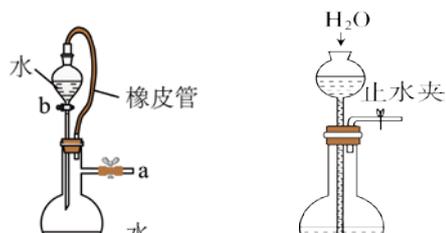
【方法三】——气压法



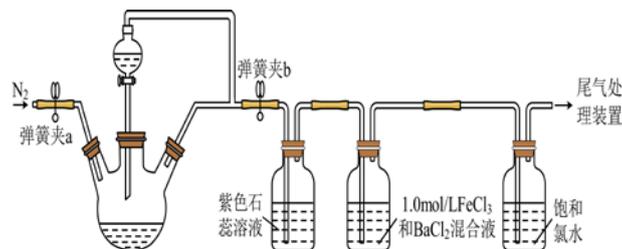
关键条件：密闭
制造压强差：注水
现象：液滴不能滴下

操作：塞紧橡胶塞，关闭弹簧夹，打开分液漏斗活塞，向烧瓶内加水，一段时间后，液滴不能滴下，则证明装置气密性良好。

【典例 5】



3

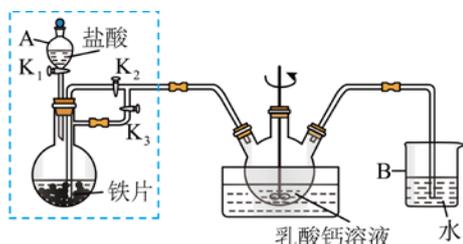


- A. 关闭止水夹 a, 打开活塞 b, 可检查装置气密性 ()
 B. 检查装置气密性 ()
 C. 用图 C 所示装置检查装置的气密性 ()
 D. 关闭弹簧夹 a, 打开弹簧夹 b, 用酒精灯在三颈烧瓶下微热, 若能观察到 C 中长导管口有明显气泡现象, 冷却后长导管中出现一段水柱, 就能判断装置 A、B 部分气密性良好 ()

答: × ✓ × ✓

分析: 图 A 分液漏斗通过橡皮管与烧瓶上下连通, 分液漏斗与烧瓶内气压相等, 关闭止水夹 a 后, 打开活塞 b 后, 分液漏斗中的液体会顺利流下, 无法判断气密性是否良好。图 B 关闭止水夹, 向长颈漏斗中不断加水, 一段时间后长颈漏斗中的水不能滴下, 说明气密性好。图 C 中长颈漏斗下端未形成液封, 握住集气瓶后, 集气瓶中的气体会从漏斗上口逸出, 无法密封, 因此不能通过导管口是否有气泡来判断装置的气密性。图 D 关闭弹簧夹 a, 打开弹簧夹 b, 用酒精灯在三颈烧瓶下微热, 若能观察到 C 中长导管口有明显气泡现象, 冷却后长导管中出现一段水柱, 说明装置 A、B 部分不漏气, 气密性良好。

【典例 6】乳酸亚铁晶体 $(\text{CH}_3\text{CH}(\text{OH})\text{COO})_2\text{Fe} \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ 是一种很好的食品铁强化剂, 可由乳酸钙与 FeCl_2 反应制得, 反应装置如下:

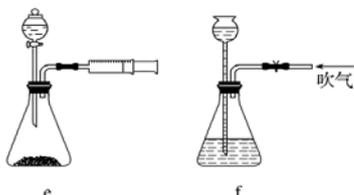


(5) 关闭 K_1 、 K_2 、 K_3 , 往分液漏斗中加水, 打开 K_1 和分液漏斗活塞, 若 _____, 则虚线框内装置气密性良好。

答: 刚开始水能滴下, 一段时间之后不再滴

分析: 关闭 K_1 、 K_2 、 K_3 , 往分液漏斗中加水, 打开 K_1 和分液漏斗活塞, 若刚开始水能滴下, 说明分液漏斗中压强大于烧瓶中气体压强; 一段时间之后不再滴, 说明随着水的加入, 烧瓶中气体压强逐渐增大, 当其中气体压强与上部液体及大气产生的压强相同时, 液体就不能再滴下, 因此可以证明虚线框内装置气密性良好。

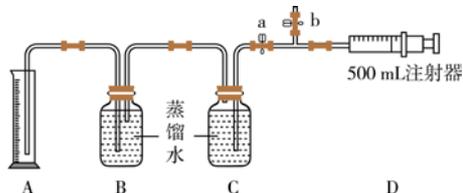
【方法四】——吹气法



操作: e 中关闭分液漏斗的活塞, 轻轻向外拉动或向里推动注射器的活塞, 一段时间后, 活塞能回到原来的位置, 证明装置的气密性良好。f 中打开弹簧夹, 向导管口吹气, 如果长颈漏斗中的液面 上升, 且停止吹气后, 夹上弹簧夹, 长颈漏斗液面 保持稳定, 则证明装置的气密性良好。

【典例 7】为粗略测定空气中 SO_2 的含量, 某学习小组设计了如图所示的实验装置进行实验:

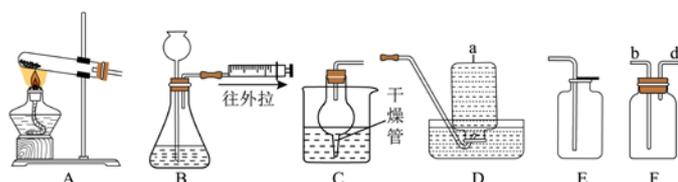
请回答下列问题



(2) 检查装置气密性的操作是: _____, 若 _____, 说明装置的气密性良好;

答: 关 b 开 a, 向左推注射器活塞 水进入量筒中体积等于注射器左推体积

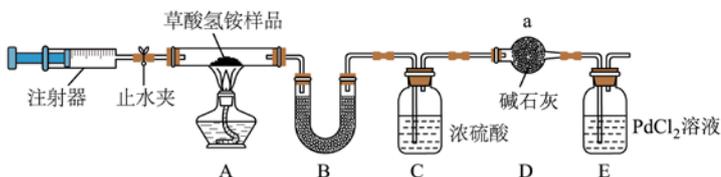
【典例 8】化学实验是科学探究的重要途径。试结合以下装置回答:



- (1) 图中仪器 a 的名称_____。
- (2) 若实验室用高锰酸钾制氧气，应在装置 A 的试管口_____。
- (3) 用注射器可检查装置 B 的气密性，将活塞缓慢向外拉，若观察到_____则证明气密性良好。

答：(1) 集气瓶 (2) 放一小团棉花 (3) 漏斗下端有气泡产生

【典例 9】某化学兴趣小组利用如图装置测定草酸氢铵 ($\text{NH}_4\text{HC}_2\text{O}_4$) 样品的纯度 (杂质受热不分解)，如图，已知 NH_3 溶于水显碱性。



(2) 气密性检查：向 E 装置加入适量蒸馏水，打开止水夹，将注射器活塞推至底部后缓慢向外拉至 1 mL 刻度，立即关闭止水夹，若_____证明装置气密性良好。

答：装置 E 中的导管有水柱上升，且关闭止水夹后水柱不下降

(三) 药品处理

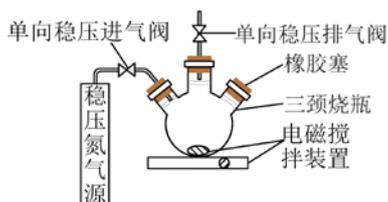
1. 将固体药品研碎：增加反应物接触面积，加快反应速率，提高原料利用率。

【典例 10】实验时需将茶叶研细，放入滤纸套筒 1 中，研细的目的是_____。

答：增加固液接触面积，提取充分

2. 将实验需要的蒸馏水煮沸后冷却：除去水中的溶解氧，排除氧气对后续实验的干扰。

【典例 11】水中溶氧量 (DO) 是衡量水体自净能力的一个指标，通常用每升水中溶解氧分子的质量表示，单位 mg/L ，我国《地表水环境质量标准》规定，生活饮用水源的 DO 不能低于 5mg/L 。某化学小组同学设计了下列装置 (夹持装置略)，测定某河水的 DO。



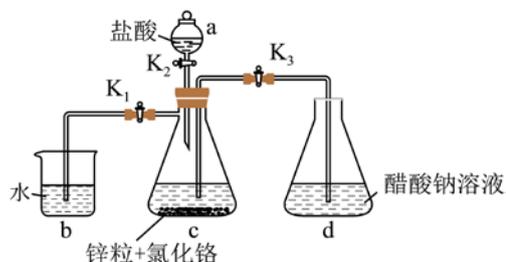
(1) 配置以上无氧溶液时，除去所用溶剂水中氧的简单操作为_____。

答：将溶剂水煮沸后冷却

【典例 12】(2) 制备过程中需要无氧溶液，除去所用溶剂水中溶解氧的简单操作为_____。

答：加热煮沸后冷却

【典例 13】醋酸亚铬 $[\text{Cr}(\text{CH}_3\text{COO})_2]_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ 为砖红色晶体，难溶于冷水和醚，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 (溶液呈绿色) 还原为二价铬 (溶液呈亮蓝色)；二价铬再与醋酸钠溶液作用即可制得醋酸亚铬，实验装置如下：



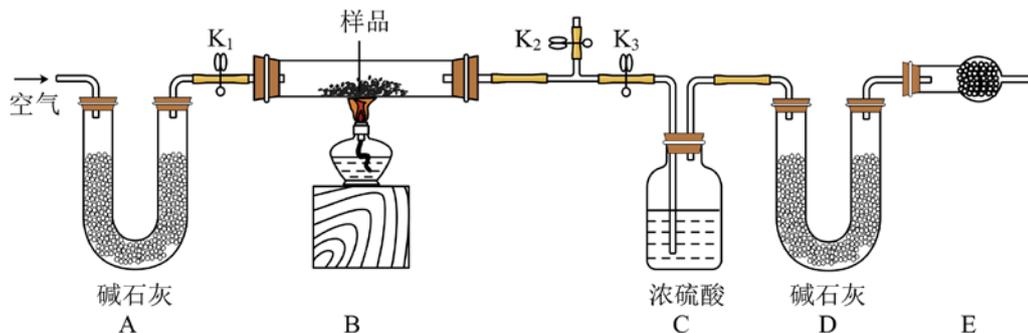
(2) 实验中所用蒸馏水均需经煮沸后迅速冷却，目的是_____。

答：除去水中的溶解氧，避免氧化二价铬

(四) 实验鼓气

1. 实验前鼓气：排除空气，避免空气中 (氧气、水、二氧化碳) 等对实验造成干扰。(防氧化、防爆炸、防水解、防数据干扰)

【典例 14】有一含 NaCl 、 $\text{Na}_2\text{CO}_3 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$ 和 NaHCO_3 的混合物，某同学设计如图所示的实验装置，通过测量反应产生的 CO_2 和 H_2O 的质量，来确定该混合物中各组分的质量分数。



(1) 实验步骤:

①按图(夹持仪器未画出)组装好实验装置后, 检查并确保装置气密性良好。

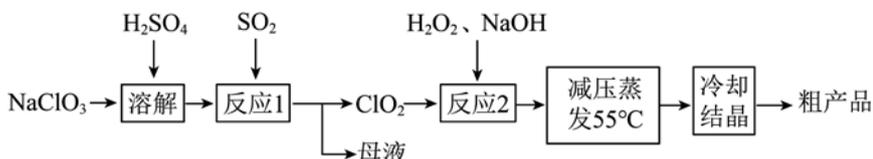
②称取样品, 并将其放入硬质玻璃管中; 称量装浓硫酸的洗气瓶 C 的质量和装碱石灰的 U 形管 D 的质量。

③打开弹簧夹 K_1 、 K_2 , 关闭 K_3 , 缓缓鼓入空气数分钟, 其目的是_____。

答: 防止空气中的 CO_2 和水蒸气进入 D 中影响实验结果

分析: 打开弹簧夹 K_1 、 K_2 , 关闭 K_3 , 缓缓鼓入空气数分钟, 目的是除去装置中的水蒸气和二氧化碳, 防止装置内原有 H_2O 和 CO_2 对实验测定结果产生干扰。

【典例 15】亚氯酸钠 ($NaClO_2$) 主要用作糖纺、选纸业的漂白剂。以 $NaClO_3$ 等为原料制备亚氯酸钠的工艺流程如下图:



已知: ① $NaClO_2$ 受热易分解。②纯 ClO_2 易分解爆炸, 一般用稀有气体或空气稀释到 10% 以下。

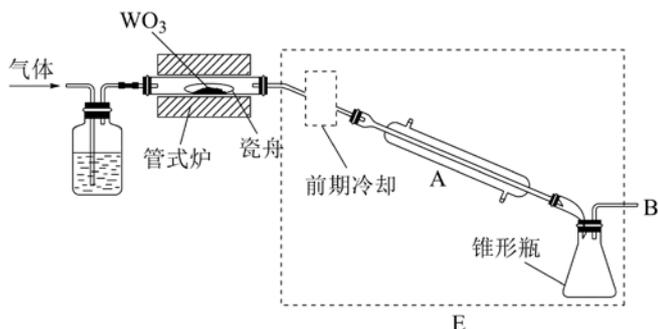
(1) “反应 1” 中还原剂与氧化剂的物质的量之比为_____。制备过程中, “反应 1” 需要持续通入空气, 目的是_____

答: 2: 1 稀释 ClO_2 以防爆炸

分析: 反应 1 方程式为: $2ClO_3^- + SO_2 = 2ClO_2 + SO_4^{2-}$, 氧化剂为 ClO_3^- , 还原剂为 SO_2 , 可知氧化剂和还原剂的物质的量之比为 2:

1; “反应 1” 因纯 ClO_2 易分解爆炸, 一般用稀有气体或空气稀释到 10% 以下安全。

【典例 16】六氯化钨 (WCl_6) 可用作有机合成催化剂, 熔点为 $283^\circ C$, 沸点为 $340^\circ C$, 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_____并加入 WO_3 。先通 N_2 , 一段时间后, 加热管式炉, 改通 H_2 , 先通 N_2 其目的是_____;

答: 装置气密性 排除装置中的空气, 防止氢气与空气混合在加热的条件下发生爆炸。

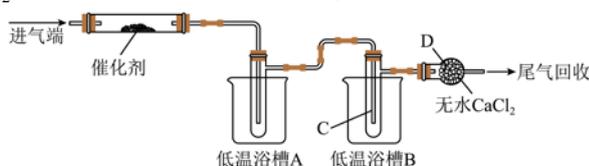
【典例 17】亚硝酰氯 ($NOCl$) 可作为有机合成试剂。

已知: ① $2NO + Cl_2 \xrightarrow[\text{一定温度}]{\text{催化剂}} 2NOCl$

②沸点: $NOCl$ 为 $-6^\circ C$, Cl_2 为 $-34^\circ C$, NO 为 $-152^\circ C$ 。

③ NOCl 易水解，能与 O₂ 反应。

某研究小组用 NO 和 Cl₂ 在如图所示装置中制备 NOCl，并分离回收未反应的原料。



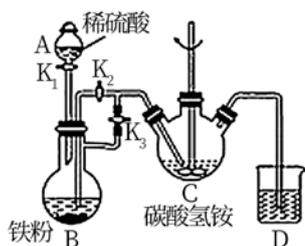
回答问题：

(1) 通入 Cl₂ 和 NO 前先通入氩气，作用是_____；仪器 D 的名称是_____。

(2) 将催化剂负载在玻璃棉上而不是直接平铺在玻璃管中，目的是_____。

答：排尽装置中的空气，防止与空气中的反应，防止遇空气中的水而水解 干燥管 增大与气体的接触面积，加快反应速率

【典例 18】(3) 制备实验所用碳酸亚铁的装置(夹持仪器省略)如图：

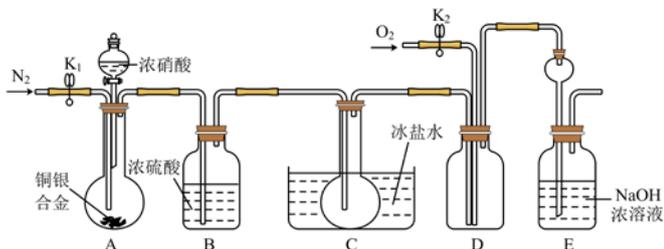


① 实验前需要用生成的氢气排除装置里的空气，写出操作过程：_____。

答：打开 K₁、K₂、K₃ 使稀硫酸分步流下，关闭 K₁ 反应一段时间

分析：用生成的氢气排净装置中的空气，打开 K₁、K₂、K₃ 使稀硫酸分步流下，关闭 K₁ 反应一段时间。

【典例 19】欲用浓硝酸法测定某铜银合金中铜的质量分数(测定反应后生成气体的量)，但资料表明：①反应中除生成 NO₂ 气体外还会有少量的 NO 生成；②常温下 NO₂ 和 N₂O₄ 混合存在，低于 0℃ 时几乎只有无色的 N₂O₄ 液体或晶体存在。为完成测定并验证确有 NO 生成，有人设计如下实验装置。



(1) 实验开始前要先打开装置 A 的活塞 K₁，持续通一段时间的氮气再关闭 K₁，这样做的目的是_____。

(2) 装置 B 瓶的作用是_____。

答：(1) 排尽装置中的空气，避免对 NO 的检验产生干扰

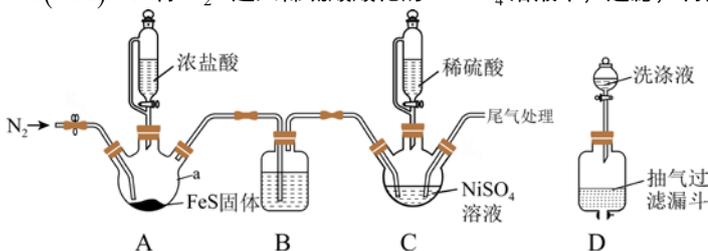
(2) 干燥(或吸收水蒸气)，防止与水反应生成 NO

分析：(1) 需要验证 NO 的存在，NO 与 O₂ 反应生成 NO₂，因此反应前需要通一段时间的氮气，其目的是：排尽装置中的空气，避免对 NO 的检验产生干扰；

(2) 装置 B 盛放浓硫酸，其作用是干燥(或吸收水蒸气)，防止 NO₂ 与水反应生成 NO。

2. 实验中鼓气：稀释、载流(使 XXX 进入后续装置反应吸收)、搅拌

【典例 20】NiS 因为具有热胀冷缩的特性，在精密测量仪器中可掺杂 NiS 以抵消仪器的热胀冷缩。NiS 在有水存在时能被氧气氧化成 Ni(OH)S。将 H₂S 通入稀硫酸酸化的 NiSO₄ 溶液中，过滤，制得 NiS 沉淀，装置如图所示。



请回答下列问题：

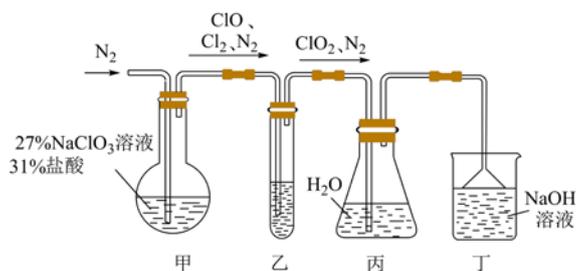
(1) 仪器 a 的名称为_____。

(3) 实验前和实验过程中要持续通入 N_2 ，目的是_____。

答：三颈烧瓶 实验前，排净装置内空气，实验时，使产生的 H_2S 全部进入 C 装置

【典例 21】 ClO_2 是一种无毒的绿色消毒剂(极易溶于水，体积分数大于 10%时，易发生爆炸)。回答下列问题：

(1) 实验室利用如图所示装置(夹持仪器已省略)制备 ClO_2 水溶液。



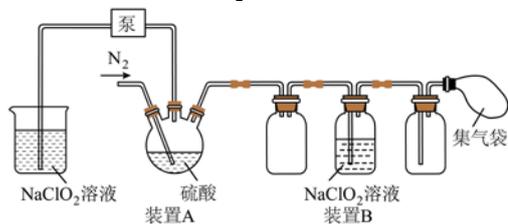
①在整个实验过程中持续通入 N_2 的目的是_____。

答：稀释装置甲中产生的 ClO_2 并使其中产生的气体全部进入后续装置

【典例 22】 ClO_2 气体可用于脱硫脱硝。

已知：①浓度较高的 ClO_2 气体易爆炸；② $2NaClO_2 + Cl_2 = 2NaCl + 2ClO_2$ 。

1. 制备 ClO_2 。反应原理为 $8NaClO_2 + 4H_2SO_4 = 4Na_2SO_4 + 6ClO_2 + Cl_2 + 4H_2O$ 。实验装置如图 1 所示，装置 A 中持续通入氮气，并用泵将 $NaClO_2$ 溶液以一定流速缓慢滴入浓硫酸中。



(1) 与滴液漏斗相比，使用泵的优点有_____。

(3) 通入 N_2 的目的是_____。

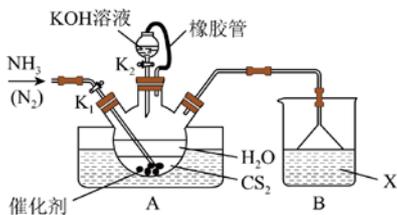
答：在内压较大时液体能顺利滴下(或滴速不受装置内压强影响)；保持稳定滴速，缓慢产生气流
稀释 ClO_2 避免爆炸；将生成的 ClO_2 吹出装置 A(或吹入集气袋中)；搅拌溶液混合均匀

【典例 23】硫氰化钾(KSCN)是中学实验室的常见药品，某校化学兴趣小组在实验室制备少量样品，并进行探究实验。他们查有关资料：



1. 制备 KSCN 样品。

(1) 先制备 NH_4SCN 溶液，装置如图：



①实验开始时打开 K_1 ，关闭 K_2 ，加热水浴装置，缓缓地向三颈烧瓶中持续通入 NH_3 ，并持续通入 N_2 ，通入 N_2 的作用

是：_____。

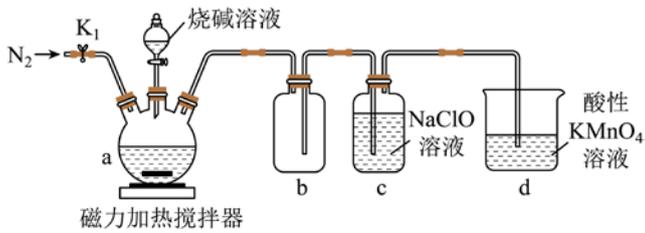
答：起搅拌作用，使反应物充分接触

3. 实验后鼓气：产物吸收(使 XXX 产物进入 XXX 中被吸收)、尾气处理

【典例 24】次磷酸钠(NaH_2PO_2)是一种较理想的还原剂，主要用于化学镀、电镀、有机合成工业、食品加工和保鲜、工程塑料稳定

剂等方面。一般制备方法是白磷(P_4)和过量烧碱溶液混合、加热，生成次磷酸钠和 PH_3 ， PH_3 一种无色、有毒且能自燃的气体，

有强还原性。实验装置如图所示：



(1) 仪器 a 的名称为 _____，b 装置的作用是 _____，d 装置的作用是 _____。

(2) 实验开始时，首先要打开 K1，通入一段时间 N_2 ，其目的是 _____，为尽可能避免 PH_3 造成的空气污染，拆卸装置前还要进行的一项操作是 _____。

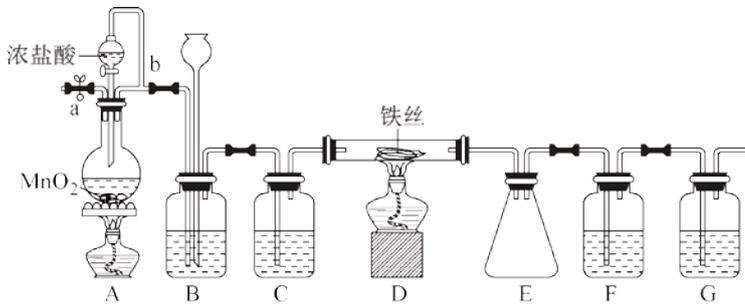
答：三颈烧瓶 安全瓶或防止倒吸 吸收多余 PH_3 气体，防止污染环境

(2) 排尽装置中的空气，防止反应生成的 PH_3 自燃引起爆炸 打开 K1 继续通入一段时间 N_2

分析：(1) 仪器 a 的名称为三颈烧瓶，反应在生成 PH_3 或者 c 中次氯酸钠反应可能导致倒吸，b 装置的作用是安全瓶或防止倒吸，d 装置的作用是吸收多余 PH_3 气体，防止污染环境；

(2) PH_3 是能自燃的气体、有强还原性，会和空气中氧气反应；实验开始时，首先要打开 K1，通入一段时间 N_2 ，其目的是排尽装置中的空气，防止反应生成的 PH_3 自燃引起爆炸；为尽可能避免 PH_3 造成的空气污染，拆卸装置前还要进行的一项操作是打开 K1 继续通入一段时间 N_2 ，将滞留在装置中的 PH_3 排出后吸收。

【典例 25】工业上生产氯化铁有多种方法，如氯化法、熔融法、复分解法等。查阅资料知：无水 $FeCl_3$ 呈棕红色，极易潮解，加热与水反应， $100^\circ C$ 左右时升华，工业上常用作有机合成催化剂。某化学兴趣小组在实验室中制备并收集无水 $FeCl_3$ 的装置如下图，请回答：

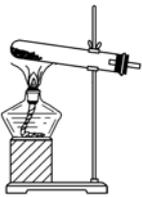


(7) 反应结束后，拆卸装置前，必须进行的操作是 _____。

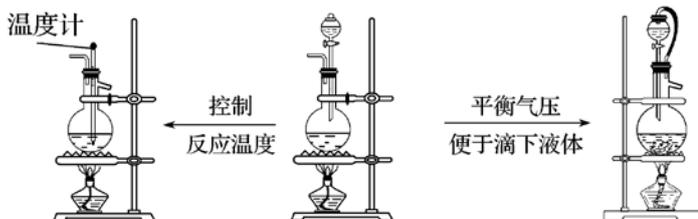
答：打开活塞 a，通入氮气，把装置内残留的氯气排出

二、气体制备

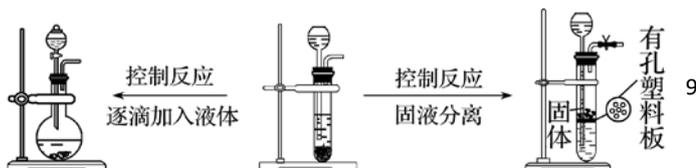
1. 固体 + 固体 $\xrightarrow{\Delta}$ 气体 (制备气体： O_2 、 NH_3 等)



2. 固体 + 液体 (或液体 + 液体) $\xrightarrow{\Delta}$ 气体 (制备气体： Cl_2 、 HCl 、 SO_2 、 C_2H_4 等)



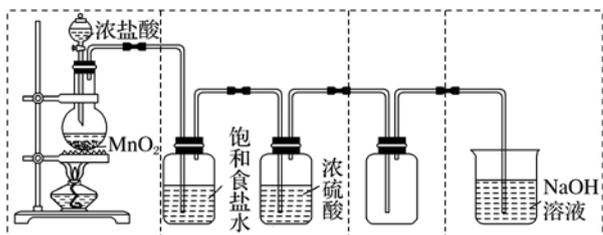
3. 固体 + 液体 (不加热) \rightarrow 气体 (制备气体： O_2 、 H_2S 、 SO_2 、 H_2 、 NO_2 、 NO 、 CO_2 等)



如: $2\text{H}_2\text{O}_2 \xrightarrow{\text{MnO}_2} 2\text{H}_2\text{O} + \text{O}_2 \uparrow$ (催化剂: MnO_2)

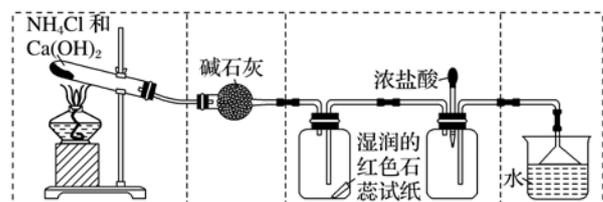
【典型无机物实验室制备】

① Cl_2 的实验室制备



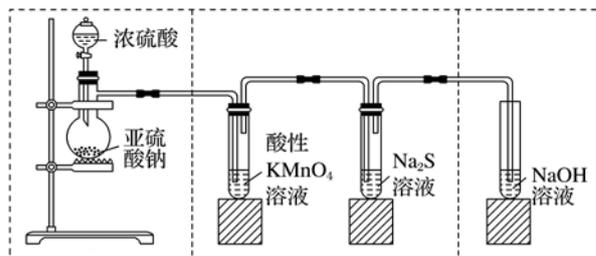
气体发生装置 气体净化装置 气体收集装置 尾气处理装置

③ NH_3 的实验室制备



气体发生装置 干燥装置 性质验证装置 尾气吸收装置

② SO_2 的实验室制备



气体发生装置 气体性质验证装置 尾气处理装置

【课本实验背诵版】

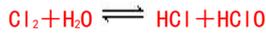
1. 氢氧化铁胶体制备	2. 钠与氧气的反应
<p style="text-align: center;">$\text{FeCl}_3 + 3\text{H}_2\text{O} \xrightarrow{\Delta} \text{Fe}(\text{OH})_3(\text{胶体}) + 3\text{HCl}$</p>	<p style="text-align: center;">$4\text{Na} + \text{O}_2 \xrightarrow{} 2\text{Na}_2\text{O}$; $2\text{Na} + \text{O}_2 \xrightarrow{\text{点燃}} \text{Na}_2\text{O}_2$</p>

3. 钠与水的反应	4. 过氧化钠与水的反应
<p style="text-align: center;">$2\text{Na} + 2\text{H}_2\text{O} \xrightarrow{} 2\text{NaOH} + \text{H}_2 \uparrow$</p>	<p style="text-align: center;">$2\text{Na}_2\text{O}_2 + 2\text{H}_2\text{O} \xrightarrow{} 4\text{NaOH} + \text{O}_2 \uparrow$</p>

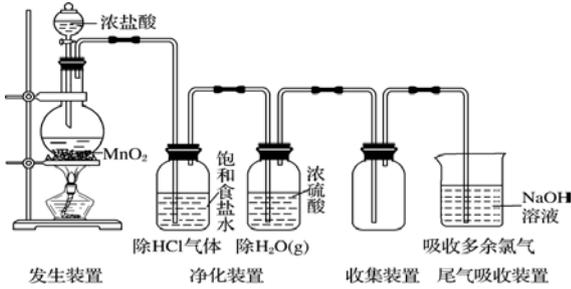
5. Na_2CO_3 、 NaHCO_3 的热稳定性对比实验	6. 氯气与氢气的反应
<p style="text-align: center;">澄清石灰水 (小苏打放小试管)</p>	



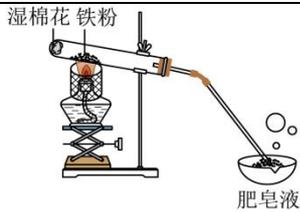
7. 氯气的漂白实验



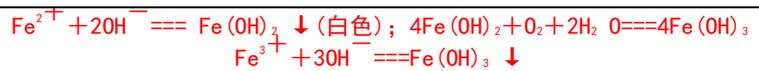
8. 氯气的实验室制法



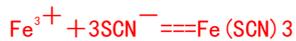
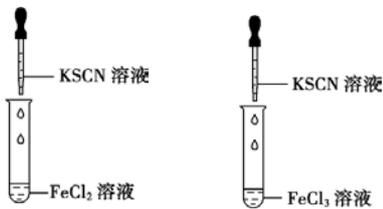
9. 铁与水蒸气的反应



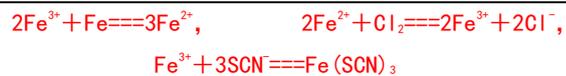
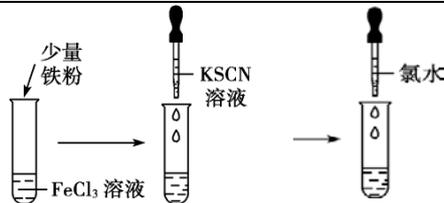
10. 铁的氢氧化物的制备



11. 三价铁离子的检验



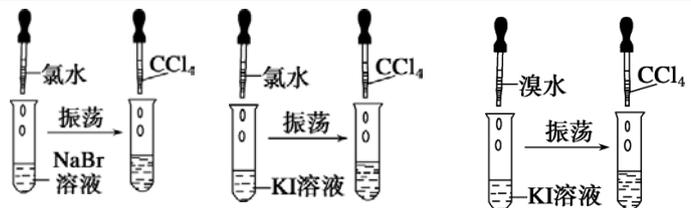
12. 三价铁离子和亚铁离子的转化



13. 印刷线路版制作



14. 卤素单质间的置换反应



15. 二氧化硫溶于水

16. 实验室制备 SO₂



图5-2 二氧化硫溶于水

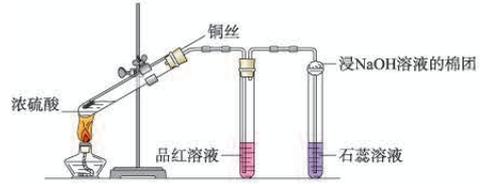


图5-6 浓硫酸与铜反应

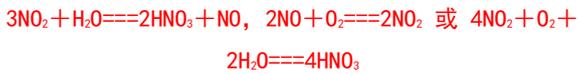
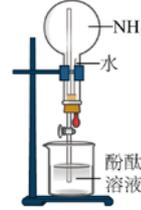


17. 二氧化氮被水吸收的实验



图5-10 二氧化氮溶于水的实验

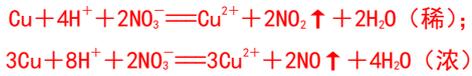
18. 氨气的喷泉实验



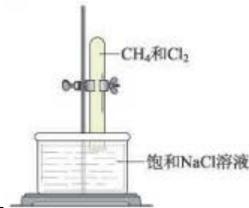
19. 硝酸与铜的反应



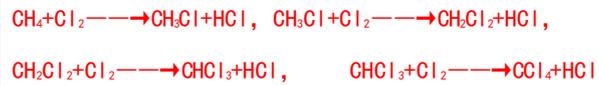
图5-14 硝酸与铜反应



20. 甲烷的取代反应



条件: 光照)



21. 乙烯的氧化反应



22. 乙烯的加成反应

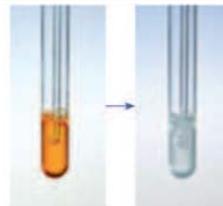
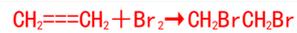


图7-11 乙烯与溴反应



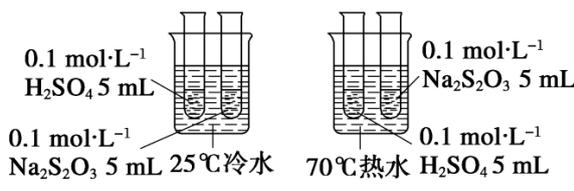
23. 乙醇与金属钠的反应

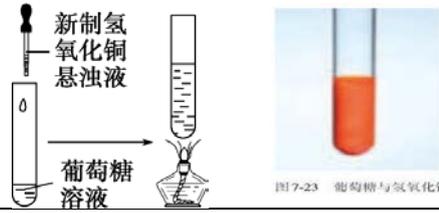


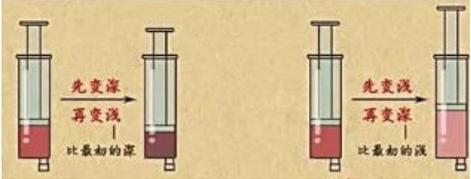
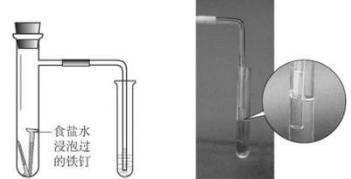
24. 乙醇的催化氧化

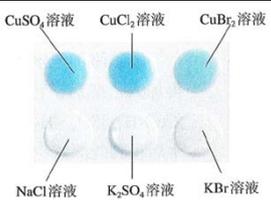




25. 乙酸的酯化反应	26. 硫代硫酸钠与硫酸反应
 <p>饱和Na₂CO₃溶液</p>	 <p>0.1 mol·L⁻¹ H₂SO₄ 5 mL 0.1 mol·L⁻¹ Na₂S₂O₃ 5 mL 25℃冷水 70℃热水 H₂SO₄ 5 mL 3 min后分别混合并振荡</p>
$CH_3COOH + CH_3CH_2OH \xrightleftharpoons[\text{加热}]{\text{浓硫酸}} CH_3COOCH_2CH_3 + H_2O$	$Na_2S_2O_3 + H_2SO_4 = Na_2SO_4 + SO_2 \uparrow + S \downarrow + H_2O$

27. 葡萄糖的性质	
 <p>新制氢氧化铜悬浊液 葡萄糖溶液</p> <p>图7-23 葡萄糖与氢氧化铜反应</p>	 <p>10%的葡萄糖溶液 2 mL新制银氨溶液 热水</p> <p>图7-24 葡萄糖的银镜反应</p>
$CH_2OH(CHOH)_4CHO + 2Cu(OH)_2 + NaOH \xrightarrow{\Delta} CH_2OH(CHOH)_4COONa + Cu_2O \downarrow + 3H_2O$ $CH_2OH(CHOH)_4CHO + 2Ag(NH_3)_2OH \xrightarrow{\text{水浴加热}} CH_2OH(CHOH)_4COONH_4 + 2Ag \downarrow + 3NH_3 + H_2O$	

28. 二氧化氮、四氧化二氮转化	29. 钢铁生锈原理
	
$2NO_2 \text{ (红棕色)} \rightleftharpoons N_2O_4 \text{ (无色)}$	负极: $2Fe - 4e^- = 2Fe^{2+}$; 正极: $O_2 + 4e^- + 2H_2O = 4OH^-$; 总反应: $2Fe + 2H_2O + O_2 = 2Fe(OH)_2$; 后续反应: $4Fe(OH)_2 + O_2 + 2H_2O = 4Fe(OH)_3$; $2Fe(OH)_3 = Fe_2O_3 \cdot xH_2O$

30. 铜溶液显蓝色	31. 银的络合物
 <p>CuSO₄溶液 CuCl₂溶液 CuBr₂溶液 NaCl溶液 K₂SO₄溶液 KBr溶液</p>	 <p>AgNO₃溶液 AgCl沉淀 加NaCl溶液 逐滴加氨水 沉淀消失, 得澄清的无色溶液</p>
$Cu^{2+} + 4H_2O \rightleftharpoons [Cu(H_2O)_4]^{2+}$	$Ag^+ + Cl^- = AgCl \downarrow$; $AgCl + 2NH_3 = [Ag(NH_3)_2]Cl$

32. 铜的络合物	33. 甲苯与酸性高锰酸钾溶液发生氧化反应
-----------	-----------------------

<p>① 蓝色溶液 → ② 蓝色沉淀 → ③ 沉淀溶解，得深蓝色溶液 → ④ 加乙醇静置 得深蓝色晶体</p>	
$\text{Cu}^{2+} + 2\text{NH}_3 \cdot \text{H}_2\text{O} = \text{Cu}(\text{OH})_2 \downarrow + 2\text{NH}_4^+$ $\text{Cu}(\text{OH})_2 + 4\text{NH}_3 = [\text{Cu}(\text{NH}_3)_4](\text{OH})_2$ $[\text{Cu}(\text{NH}_3)_4]^{2+} + \text{SO}_4^{2-} + \text{H}_2\text{O} = [\text{Cu}(\text{NH}_3)_4]\text{SO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O} \downarrow$	$\text{C}_6\text{H}_5\text{CH}_3 \xrightarrow{\text{KMnO}_4/\text{H}^+} \text{C}_6\text{H}_5\text{COOH}$

<p>34. 溴乙烷与 NaOH 溶液共热</p>	<p>35. 乙醇制乙烯</p>
<p>① NaOH 溶液 振荡 溴乙烷 → ② 加热 → ③ 稀硝酸 → ④ 硝酸银溶液</p>	
$\text{CH}_3\text{CH}_2\text{Br} + \text{NaOH} \xrightarrow[\Delta]{\text{H}_2\text{O}} \text{CH}_3\text{CH}_2\text{OH} + \text{NaBr}$	$\text{CH}_3\text{CH}_2\text{OH} \xrightarrow[170^\circ\text{C}]{\text{浓硫酸}} \text{CH}_2=\text{CH}_2 \uparrow + \text{H}_2\text{O}$

<p>36. 乙醇被高锰酸钾氧化</p>	<p>37. 苯酚与浓溴水反应</p>
<p>加入乙醇 → 酸性重铬酸钾溶液 乙醇与酸性重铬酸钾溶液的反应</p>	<p>饱和溴水 苯酚稀溶液</p>
$\text{CH}_3\text{CH}_2\text{OH} \xrightarrow[\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7(\text{H}^+)]{\text{KMnO}_4(\text{H}^+)} \text{CH}_3\text{COOH}$	$\text{C}_6\text{H}_5\text{OH} + 3\text{Br}_2 \rightarrow \text{C}_6\text{H}_2\text{Br}_3\text{OH} + 3\text{HBr} \downarrow$

<p>38. 苯酚的性质探究</p>	
<p>① 苯酚晶体 → ② 蒸馏水 → ③ 5% NaOH 溶液 → ④ 稀盐酸 或 CO₂</p>	
<p>试管②中:</p> $\text{C}_6\text{H}_5\text{OH} + \text{NaOH} \rightarrow \text{C}_6\text{H}_5\text{ONa} + \text{H}_2\text{O}$	<p>试管③中:</p> $\text{C}_6\text{H}_5\text{ONa} + \text{HCl} \rightarrow \text{C}_6\text{H}_5\text{OH} + \text{NaCl}$ <p>试管④中:</p> $\text{C}_6\text{H}_5\text{ONa} + \text{CO}_2 + \text{H}_2\text{O} \rightarrow \text{C}_6\text{H}_5\text{OH} + \text{NaHCO}_3$

39. 苯酚的显色反应	40. 银镜反应
<p>操作：向盛有少量苯酚稀溶液的试管中，滴入几滴 FeCl₃ 溶液，振荡，观察实验现象。</p> <p>现象：溶液显紫色</p>	
$6C_6H_5OH + Fe^{3+} \rightleftharpoons [Fe(C_6H_5O)_6]^{3-} + 6H^+$	<p>A 中：$AgNO_3 + NH_3 \cdot H_2O = AgOH \downarrow (\text{白色}) + NH_4NO_3$</p> <p>$AgOH + 2NH_3 \cdot H_2O = Ag(NH_3)_2OH + 2H_2O$</p> <p>C 中：$CH_3CHO + 2Ag(NH_3)_2OH \xrightarrow{\Delta} CH_3COONH_4 + H_2O + 2Ag \downarrow + 3NH_3$</p>

41. 乙醛与新制 Cu(OH) ₂	42. 乙酸、碳酸和苯酚的酸性强弱
<p>A 中：$2NaOH + CuSO_4 = Cu(OH)_2 \downarrow + Na_2SO_4$</p> <p>C 中：$CH_3CHO + 2Cu(OH)_2 + NaOH \xrightarrow{\Delta} CH_3COONa + Cu_2O \downarrow + 3H_2O$</p>	<p>$2CH_3COOH + Na_2CO_3 \rightarrow 2CH_3COONa + CO_2 \uparrow + H_2O$</p> <p> $C_6H_5ONa + CO_2 + H_2O \rightarrow C_6H_5OH + NaHCO_3$</p>

43. 氨气的实验室制备	44. 氨气的实验室制备
$2NH_4Cl + Ca(OH)_2 \xrightarrow{\Delta} CaCl_2 + 2NH_3 \uparrow + 2H_2O$	$NH_3 \cdot H_2O \xrightarrow{\Delta} H_2O + NH_3 \uparrow$

45. 制备溴苯	46. 制取硝基苯
$C_6H_6 + Br_2 \xrightarrow{FeBr_3} C_6H_5Br + HBr \uparrow$	$C_6H_6 + HO-NO_2 \xrightarrow[50 \sim 60 \text{ } ^\circ C]{\text{浓硫酸}} C_6H_5NO_2 + H_2O$

【拓展】——启普发生器（随开随用，随关随停）——适用：难溶块状固体+液体不加热型

（该反应错误，原因： ）

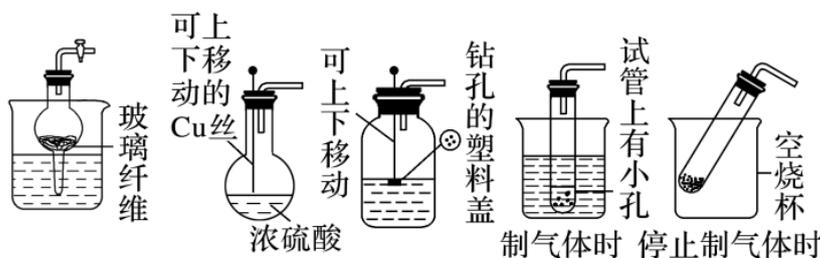
【适用】

1. 实验室制备 CO₂: $\text{CaCO}_3 + 2\text{HCl} \rightleftharpoons \text{CaCl}_2 + \text{H}_2\text{O} + \text{CO}_2 \uparrow$
2. 实验室制备 H₂: $\text{Zn} + \text{H}_2\text{SO}_4 \rightleftharpoons \text{ZnSO}_4 + \text{H}_2 \uparrow$
3. 实验室制备 H₂S: $\text{FeS} + 2\text{HCl} \rightleftharpoons \text{FeCl}_2 + \text{H}_2\text{S} \uparrow$

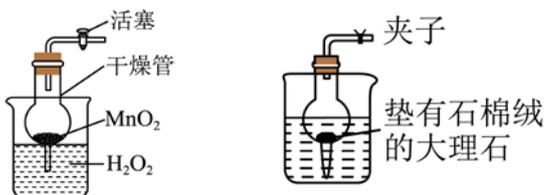
【不适用】：剧烈反应、放出大量热的反应

1. 实验室制备 Cl₂：需要加热，且 MnO₂ 是粉末。
2. 实验室制备乙炔：电石和饱和食盐水+水，反应太剧烈。
3. 实验室制备 SO₂：Na₂SO₃+浓 H₂SO₄，Na₂SO₃ 为粉末且易溶

【简易启普发生器】



【典例 26】



A

B

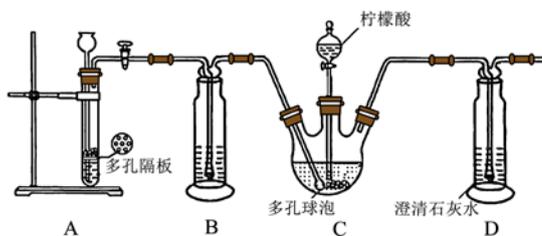
- A. 该装置可实现随关随停的操作 ()
- B. 用大理石与稀盐酸反应制备 CO₂ 气体，该装置可随关随停 ()

答：× ✓

分析：图 A 该装置中的二氧化锰是粉末状固体，与过氧化氢接触后，关闭活塞不能使固体与液体分离，无法实现随关随停的操作。图 B 随关随停，需要通过压强变化实现固液分离，图中的装置在关闭夹子后，与大理石接触的稀盐酸会被因气压的原因被排出瓶内，从而达到中断反应的目的，可以实现随关随停

【典例 27】甘氨酸亚铁 $[(\text{H}_2\text{NCH}_2\text{COO})_2\text{Fe}]$ 常用作治疗缺铁性贫血的药物。实验室中可利用新制备的 FeCO₃ 与甘氨酸反应制备。

制备装置如下(加热装置已略去)：

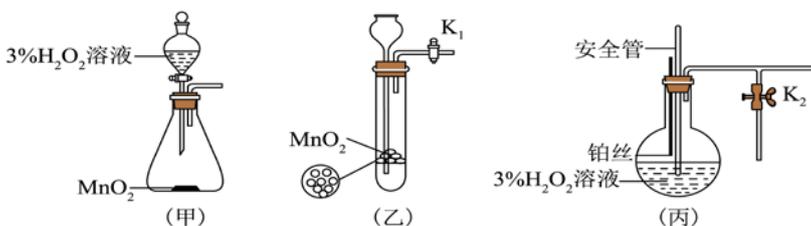


- (1) 配制 FeSO_4 溶液时, 为了防止 FeSO_4 被氧化, 最好加入_____ (填名称)。
 (2) 用装置 A 制取 CO_2 , 且达到“随开随用, 随关随停”的目的, 从下列选项中选出合适的反应物: _____ (填字母), 装置 B 中盛放的试剂是_____ (填名称)。
 a. 纯碱和稀硫酸 b. 石灰石和稀硫酸 c. 石灰石和稀盐酸 d. 小苏打和稀盐酸

答: 铁粉 c 饱和碳酸氢钠溶液

【典例 28】某化学小组利用一定浓度的 H_2O_2 溶液制备 O_2 , 再用 O_2 氧化 $\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$, 检验氧化产物。

1. 制备 O_2 , 该小组同学设计了如下气体发生装置(夹持装置省略)



- (1) 甲装置中主要仪器的名称为_____。
 (2) 乙装置中, 用粘合剂将 MnO_2 制成团, 放在多孔塑料片上, 连接好装置, 气密性良好后打开活塞 K_1 , 经长颈漏斗向试管中缓慢加入 3% H_2O_2 溶液_____。欲使反应停止, 关闭活塞 K_1 即可, 此时装置中的现象是_____。
 (3) 丙装置可用于制备较多 O_2 , 催化剂铂丝可上下移动。制备过程中如果体系内压强过大, 安全管中的现象是_____。此时可以将铂丝抽离 H_2O_2 溶液, 还可以采取的安全措施是_____。

答: (1) 锥形瓶、分液漏斗 (2) 至刚好没过 MnO_2 固体 试管内液面下降, 分液漏斗中液面上升, 与 MnO_2 分离

(3) 安全管中液面上升 打开 K_2

分析: (2) 根据题意分析, 欲使反应停止, 关闭活塞 K_1 即可, 由于产生气体进入到试管中, 试管中的气体压强增大, 将液体慢慢压入到长颈漏斗中, 则此时装置中的现象是试管内液面下降, 分液漏斗中液面上升, 与 MnO_2 分离; 故答案为: 试管内液面下降, 分液漏斗中液面上升, 与 MnO_2 分离; (3) 丙装置可用于制备较多 O_2 , 催化剂铂丝可上下移动。制备过程中如果体系内压强过大, 安全管中的现象是安全管中液面上升, 此时可以将铂丝抽离 H_2O_2 溶液, 还可以减少气体的量分析即还可以采取的安全措施是打开 K_2 ; 故答案为: 安全管中液面上升; 打开 K_2 。

三、气体净化

1. 气体的除杂——不引杂, 尽量不减少主线物质, 操作简单, 易于分离。

①洗气瓶除杂



气体(括号内为杂质)	除杂试剂	化学方程式或原理
$\text{Cl}_2(\text{HCl})$	饱和 NaCl 溶液	HCl 极易溶于水, Cl_2 在饱和 NaCl 溶液中的溶解度小
$\text{CO}_2(\text{HCl})$	饱和 NaHCO_3 溶液	$\text{HCl} + \text{NaHCO}_3 = \text{NaCl} + \text{H}_2\text{O} + \text{CO}_2 \uparrow$
$\text{SO}_2(\text{HCl})$	饱和 NaHSO_3 溶液	$\text{HCl} + \text{NaHSO}_3 = \text{NaCl} + \text{H}_2\text{O} + \text{SO}_2 \uparrow$
$\text{CO}_2(\text{SO}_2)$	饱和 NaHCO_3 溶液	$\text{SO}_2 + 2\text{NaHCO}_3 = \text{Na}_2\text{SO}_3 + \text{H}_2\text{O} + 2\text{CO}_2$
$\text{CO}(\text{CO}_2)$	NaOH 溶液	$\text{CO}_2 + 2\text{NaOH} = \text{Na}_2\text{CO}_3 + \text{H}_2\text{O}$
$\text{C}_2\text{H}_2(\text{H}_2\text{S}, \text{PH}_3)$	CuSO_4 溶液	$\text{H}_2\text{S} + \text{CuSO}_4 = \text{CuS} \downarrow + \text{H}_2\text{SO}_4$
除去 NO_2 、 NO_2/NO 混合气体	NaOH 溶液	$2\text{NO}_2 + 2\text{NaOH} = \text{NaNO}_3 + \text{NaNO}_2 + \text{H}_2\text{O}$ $\text{NO}_2 + \text{NO} + 2\text{NaOH} = 2\text{NaNO}_2 + \text{H}_2\text{O}$

【补充】

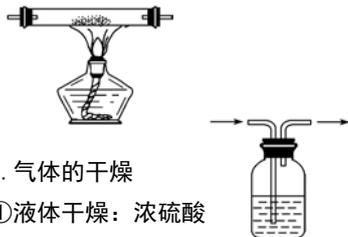
物质(括号内为杂质)	除杂试剂或方法	化学方程式或原理
------------	---------	----------

Na_2CO_3 固体 (NaHCO_3)	加热	$2\text{NaHCO}_3 \xrightarrow{\text{加热}} \text{Na}_2\text{CO}_3 + \text{H}_2\text{O} + \text{CO}_2 \uparrow$
FeCl_3 溶液 (FeCl_2)	通 Cl_2	$2\text{FeCl}_2 + \text{Cl}_2 = 2\text{FeCl}_3$
NaHCO_3 溶液 (Na_2CO_3)	通 CO_2	$\text{CO}_2 + \text{Na}_2\text{CO}_3 + \text{H}_2\text{O} = 2\text{NaHCO}_3$
$\text{Cu}(\text{NO}_3)_2$ 溶液 (AgNO_3)	加过量铜粉, 过滤	$\text{Cu} + 2\text{AgNO}_3 = \text{Cu}(\text{NO}_3)_2 + 2\text{Ag}$
I_2 (SiO_2)	加热	I_2 升华、冷却、凝华, 得 I_2
Fe_2O_3 (Al_2O_3)	加过量 NaOH 溶液, 过滤	$\text{Al}_2\text{O}_3 + 2\text{NaOH} = 2\text{NaAlO}_2 + \text{H}_2\text{O}$
NH_4Cl 溶液 (FeCl_3)	加适量氨水, 过滤	$\text{FeCl}_3 + 3\text{NH}_3 \cdot \text{H}_2\text{O} = \text{Fe}(\text{OH})_3 \downarrow + 3\text{NH}_4\text{Cl}$
KNO_3 固体 (NaCl)	热水溶解, 降温结晶	根据二者的溶解度随温度的变化不同
C (CuO)	加过量稀盐酸, 过滤	$\text{CuO} + 2\text{HCl} = \text{CuCl}_2 + \text{H}_2\text{O}$
CuS (FeS)	加过量稀盐酸, 过滤	$\text{FeS} + 2\text{HCl} = \text{FeCl}_2 + \text{H}_2\text{S} \uparrow$
镁粉 (铝粉)	加过量 NaOH 溶液, 过滤	$2\text{Al} + 2\text{NaOH} + 2\text{H}_2\text{O} = 2\text{NaAlO}_2 + 3\text{H}_2 \uparrow$

②碱石灰干燥管除杂 (碱石灰: 主要含 CaO 、 NaOH)



③灼热铜网除杂 (主要除去氢气)

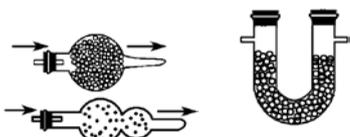


2. 气体的干燥

①液体干燥: 浓硫酸

(注意: 不能干燥碱性气体 NH_3 和还原性气体 H_2S 、 HBr 、 HI 等)

②固体干燥剂:



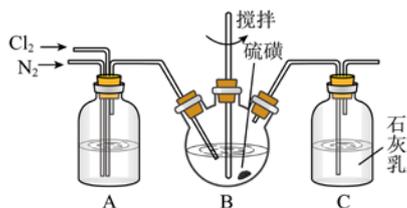
<1> P_2O_5 (酸性): 不能干燥碱性气体 NH_3

<2> CaCl_2 (中性): 不能干燥 NH_3 , 会生成 $\text{CaCl}_2 \cdot 8\text{NH}_3$; 不能干燥乙醇 ($\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$), 会生成 $\text{CaCl}_2 \cdot 4\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$ 。

<3>碱石灰 (碱性): 不能干燥 Cl_2 和酸性气体 (CO_2 、 SO_2 、 H_2S 、 NO_2)

注意: 无水硫酸铜不能做干燥剂, 只能检验水的存在。

【典例 29】黄红色液体二氯化二硫可以作为贵稀金属的萃取剂, 是由硫与氯气在 $50 \sim 60^\circ\text{C}$ 直接化合而成。装置图如图:



(1) 二氯化二硫遇水会反应, 生成硫、二氧化硫和刺鼻的酸雾, 写出化学反应方程式_____。

(2) A 装置中所盛试剂为_____, 其作用是_____。

(3) 操作过程: ①先通入 N_2 , 理由是_____。

④实验完毕后, 停止通入氯气, 为防止污染, 拆卸装置前进行的操作是_____。

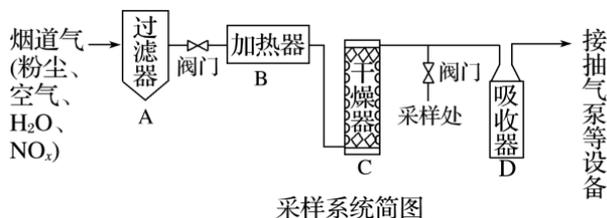
答: (1) $2\text{S} \cdot \text{Cl}_2 + 2\text{H}_2\text{O} = 3\text{S} \downarrow + \text{SO}_2 + 4\text{HCl}$

(2) 浓硫酸 干燥 N_2 和 Cl_2 , 观察气泡控制气体的流速

(3) 排尽装置中的空气，防止 O₂、水蒸气干扰实验 继续通入 N₂至装置内呈无色

分析：(1) 二氯化二硫遇水会反应，生成硫、二氧化硫和刺鼻的酸雾为氯化氢气体形成的盐酸小液滴，反应的化学方程式为：
 $2S_2Cl_2 + 2H_2O = SO_2 \uparrow + 3S \downarrow + 4HCl$ ；(2) 二氯化二硫遇水会反应，装置 B 中制备二氯化二硫不能含水蒸气，通入的氯气需要浓硫酸干燥；(3)
 ①先通入氮气排净装置中空气，避免硫单质和空气中氧气发生反应，故答案为排尽装置中的空气，防止 O₂、水蒸气干扰实验；实验完毕后，停止通入氯气，为防止污染，拆卸装置前进行的操作是继续通入 N₂至装置内呈无色。

【典例 30】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℃；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，其作用为_____。

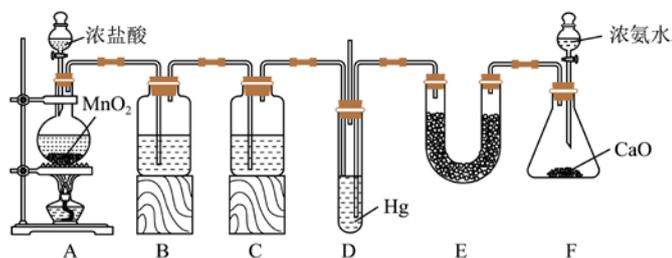
(2) C 中填充的干燥剂是_____ (填序号)。

- a. 碱石灰 b. 无水 CuSO₄ c. P₂O₅

答：除尘 c

分析：A 的过程叫“过滤”，所以其中玻璃棉的作用一定是除去烟道气中的粉尘；碱石灰是碱性干燥剂可能与 NO_x 反应，所以不能使用。硫酸铜的吸水能力太差，一般不用做干燥剂，所以不能使用。五氧化二磷是酸性干燥剂，与 NO_x 不反应。

【典例 31】氯化氨基汞 [Hg(NH₂)Cl] 是祛斑霜中常用的添加剂，某学习小组在实验室中利用如图所示装置制备 Hg(NH₂)Cl，回答下列问题：



(1) A 装置中装浓盐酸的仪器名称为_____。

(2) B 装置的作用为_____，C 装置中的试剂是_____ (填名称)。

(3) 实验结束后，D 装置中生成了固体氯化氨基汞，请写出 D 装置中生成氯化氨基汞反应的化学方程式：_____。D 装置采用长短不同的导管的原因是_____。

(4) E 装置中装入的固体可以是_____ (填字母)。

- A. CaO B. 碱石灰 C. P₂O₅ D. CaCl₂

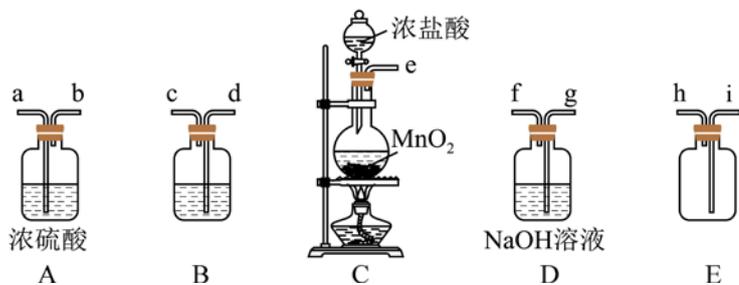
(5) 该实验的不足之处是_____。

答：分液漏斗 除去混合气体中的 HCl 浓硫酸 $Hg + 2NH_3 + Cl_2 = Hg(NH_2)Cl \downarrow + NH_4Cl$ 氯气的密度大于空气的，氨气的密度小于空气的，采用长短不同的导管，使氯气、氨、汞充分混合 AB 无尾气处理装置

分析：(2) 装置 A 中生成的氯气含有挥发出来的氯化氢和水蒸气，B 装置中盛有饱和食盐水，其作用为除去混合气体中的 HCl，C 装置中盛有浓硫酸，用来干燥氯气，故答案为：除去混合气体中的 HCl；浓硫酸；(3) D 装置中 Hg、NH₃、Cl₂ 反应得到 Hg(NH₂)Cl，根据原子守恒，还有 NH₄Cl 生成，反应的化学方程式为： $Hg + 2NH_3 + Cl_2 = Hg(NH_2)Cl \downarrow + NH_4Cl$ ；氯气的密度大于空气的，氨气的密度小于空气的，采用逆流原理，可使氯气、氨气、汞充分混合；(4) 根据分析，E 装置为干燥氨气的装置，应选用碱性干燥剂，所给试剂中 P₂O₅ 为酸性干燥剂，CaCl₂ 能和 NH₃ 反应生成 CaCl₂·8NH₃，都不能选用，CaO 和碱石灰能用来干燥氨气，应选 AB；(5) 由于 Cl₂ 和 NH₃ 均为污染气体，不能排放到空气中，故该实验的不足之处是无尾气处理装置。

【典例 32】科学家舍勒和戴维对氯气的制取和研究做出了重大贡献。某兴趣小组利用所给仪器在实验室制备纯净干燥的氯气，并模拟工业制漂白粉。请回答下列问题：

I. 实验室制备和收集氯气的常用装置如下图。

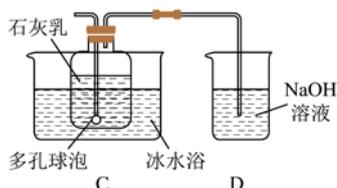


(1) B 中试剂为 饱和食盐水，其作用是 除去 Cl₂ 中的 HCl，C 中反应方程式为 $MnO_2 + 4HCl(浓) \xrightarrow{\Delta} MnCl_2 + Cl_2 \uparrow + 2H_2O$ 。

(2) 实验装置接口的连接顺序为 e → dcabihg (按气流方向填写)。

(3) 实验室除了可用二氧化锰和浓盐酸反应制取氯气外，还可以用其他很多方法制取氯气，其中用高锰酸钾和浓盐酸反应制备氯气的化学方程式可表示为： $2KMnO_4 + 16HCl(浓) = 2KCl + 2MnCl_2 + 5Cl_2 \uparrow + 8H_2O$ ，该反应中 HCl 的作用是还原性和 酸性，若反应产生 0.5 mol Cl₂，则反应转移的电子数是 $10N_A$ 。

II. 漂白粉的制备 (装置如图所示)



查阅资料可知：

① 氯气与碱反应放出热量；

② $6Cl_2 + 6Ca(OH)_2 = CaCl_2 + Ca(ClO_3)_2 + 6H_2O$ 。

(4) 装置 C 中发生反应的化学方程式为 $2Cl_2 + 2Ca(OH)_2 = CaCl_2 + Ca(ClO)_2 + 2H_2O$ 。

(5) 使用冰水浴的目的是 避免由于温度升高而引发副反应。

答：(1) 饱和食盐水 除去 Cl₂ 中的 HCl $MnO_2 + 4HCl(浓) \xrightarrow{\Delta} MnCl_2 + Cl_2 \uparrow + 2H_2O$

(2) dcabihg

(3) 酸性 N_A

(4) $2Cl_2 + 2Ca(OH)_2 = CaCl_2 + Ca(ClO)_2 + 2H_2O$

(5) 避免由于温度升高而引发副反应

分析：(1) 由分析可知，装置 B 为盛有饱和食盐水的洗气瓶；用于除去 Cl₂ 中的 HCl；(2) 根据制备 Cl₂、除杂、干燥、收集和尾气处理的先后顺序，除杂和干燥的 B 和 A 装置要长进短出，由于氯气密度大于空气，收集装置 E 要长进短出，所以实验装置接口的连接顺序为 e → dcabihg；(3) 由题干反应方程式可知：

$2KMnO_4 + 16HCl(浓) = 2KCl + 2MnCl_2 + 5Cl_2 \uparrow + 8H_2O$ ，该反应中 HCl 的一部分化合价升高，被氧化生成 Cl₂，该部分 HCl 作还原剂，还有一部分生成 KCl 化合价未改变，该部分 HCl 起到酸的作用，体现酸性，即反应中 HCl 的作用是还原性和酸性；反应中 10 个 Cl 由 -1 价升高到 0 价，生成 5 个 Cl₂，共转移 10 个电子，故若反应产生 0.5 mol Cl₂，

则反应转移的电子数是 $0.5mol \times \frac{10}{5} \times N_A mol^{-1} = N_A$ ；

(4) 装置 C 中即 Cl₂ 和石灰乳发生反应生成 Ca(ClO)₂、CaCl₂ 和 H₂O，该反应的化学方程式为： $2Cl_2 + 2Ca(OH)_2 = CaCl_2 + Ca(ClO)_2 + 2H_2O$ ；(5) 题干信息可知，制备漂白粉的反应是放热反应，反应会放出的热量，导致物质温度升高，从而发生副反应生成氯酸钙，采用冰水浴可以避免由于温度升高而引发副反应。