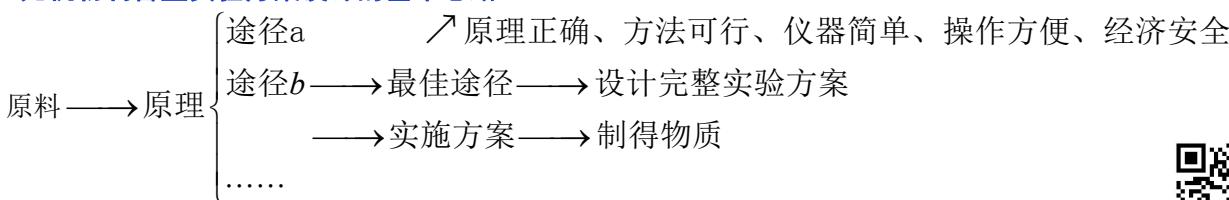


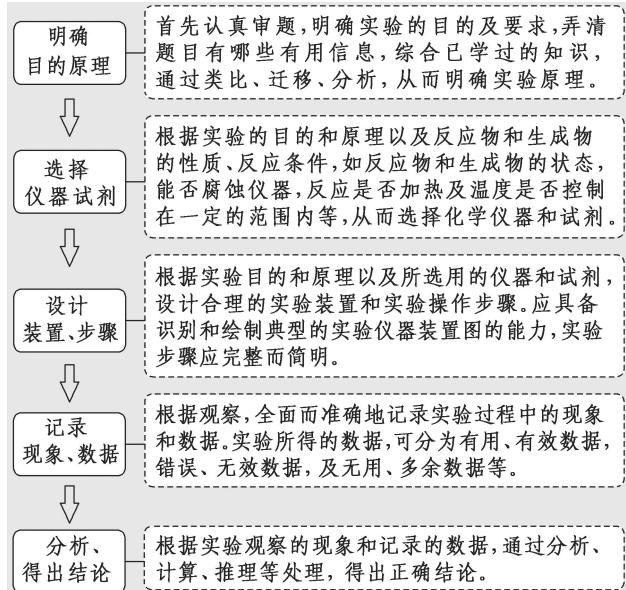
化学实验专题训练(三)

——物质制备型实验

1、无机物制备型实验方案设计的基本思路:



2、无机物制备综合实验的思维方法

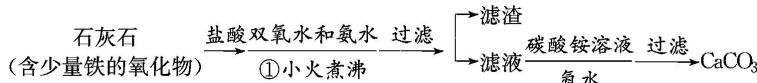


【课后作业】

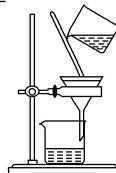
1、过氧化钙微溶于水,溶于酸,可用作分析试剂、医用防腐剂、消毒剂。以下是一种制备过氧化钙的实验方法。

回答下列问题:

(一)碳酸钙的制备:



(1)步骤①加入氨水的目的是_____, 小火煮沸的作用是使沉淀颗粒长大, 有利于_____



(2)右图是某学生的过滤操作示意图,其操作不规范的是_____(填标号)。

- a. 漏斗末端颈尖未紧靠烧杯壁
- b. 玻璃棒用作引流
- c. 将滤纸湿润,使其紧贴漏斗壁
- d. 滤纸边缘高出漏斗
- e. 用玻璃棒在漏斗中轻轻搅动以加快过滤速度

(二)过氧化钙的制备



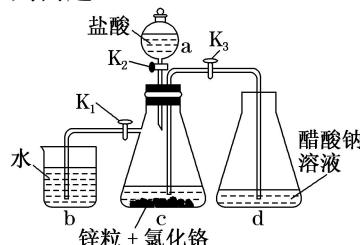
(3)步骤②的具体操作为逐滴加入稀盐酸,至溶液中尚存有少量固体,此时溶液呈____性(填“酸”“碱”或“中”),将溶液煮沸,趁热过滤。将溶液煮沸的作用是_____

(4)步骤③中反应的化学方程式为_____,该反应需要在冰浴下进行,原因是_____

(5)将过滤得到的白色结晶依次使用蒸馏水、乙醇洗涤,使用乙醇洗涤的目的是_____

(6)制备过氧化钙的另一种方法是:将石灰石煅烧后,直接加入双氧水反应,过滤后可得到过氧化钙产品。该工艺方法的优点是_____,产品的缺点是_____

2、醋酸亚铬 $[(\text{CH}_3\text{COO})_2\text{Cr}\cdot 2\text{H}_2\text{O}]$ 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_____。

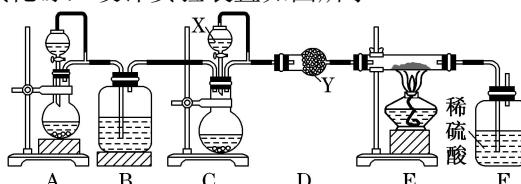
3、氮化镓(GaN)被称为第三代半导体材料，其应用已经取得了突破性的进展。

已知：(i) 氮化镓性质稳定，不与水、酸反应，只在加热时溶于浓碱

(ii) NiCl_2 溶液在加热时，先转化为 $\text{Ni}(\text{OH})_2$ ，后分解为 NiO

(iii) 制备氮化镓的反应为 $2\text{Ga} + 2\text{NH}_3 \xrightarrow{\Delta} 2\text{GaN} + 3\text{H}_2$ (Ni 做催化剂)

某学校化学兴趣小组实验室制备氮化镓，设计实验装置如图所示

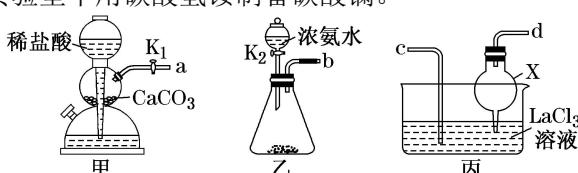


设计实验步骤如下：

- ① 滴加几滴 NiCl_2 溶液润湿金属镓粉末，置于反应器内
 - ② 先通入一段时间的 H_2 ，再加热
 - ③ 停止通氢气，改通入氨气，继续加热一段时间
 - ④ 停止加热，继续通入氨气，直至冷却
 - ⑤ 将反应器内的固体转移到盛有盐酸的烧杯中，充分反应后过滤、洗涤、干燥
- (1) 仪器 X 中的试剂是_____，仪器 Y 的名称是_____
 - (2) 该套装置中存在的一处明显的错误是_____
 - (3) 步骤①中选择 NiCl_2 溶液，不选择氧化镍的原因是_____
 - a. 增大接触面积，加快化学反应速率
 - b. 使镍能均匀附着在镓粉的表面，提高催化效率
 - c. 为了能更好形成原电池，加快反应速率
 - (4) 步骤③中制备氮化镓，则判断该反应接近完成时，观察到的现象是_____
 - (5) 请写出步骤⑤中检验产品氮化镓固体洗涤干净的操作：_____
 - (6) 镓元素与铝同族，其性质与铝类似，请写出氮化镓溶于热的浓 NaOH 溶液的离子方程式：_____

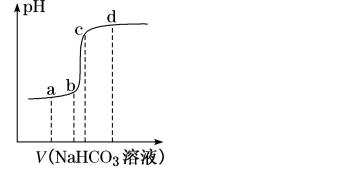
4、碳酸镧咀嚼片是一种不含钙和铝的磷酸盐结合剂，用于慢性肾衰患者高磷血症的治疗。碳酸镧可由 LaCl_3 为原料来制备，整个反应在较低的 pH 条件下进行，避免生成碱式碳酸镧 $[\text{La}(\text{OH})\text{CO}_3]$ 。

(1) 化学兴趣小组利用下列装置在实验室中用碳酸氢铵制备碳酸镧。



- ① 仪器 X 的名称为_____；检验装置甲气密性良好的方法是_____
- ② 实验中 K₁、K₂ 打开的先后顺序为_____；为保证碳酸镧的纯度，实验过程中需要注意的问题有_____
- (2) 碳酸钠或碳酸氢钠与氯化镧反应均可生成碳酸镧。
 - ① 为了高磷血症患者的安全，通常选用碳酸氢钠溶液，过程中会发生两个平行反应，其离子方程式为_____和_____

- ②选择碳酸氢钠溶液制备碳酸镧的优点是_____ (任写一条)
 T °C时, 碳酸镧饱和溶液的浓度为 $1.0 \times 10^{-7} \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$, HCO_3^- 的电离常数为 6.0×10^{-11} 。请计算反应



- ④利用手持技术测定溶液的pH从而监控反应过程, 得到如图曲线。请说明bc段变化的原因: _____

- (3)碳酸镧(相对分子质量为458)质量分数的测定: 准确称取15.0 g产品试样, 溶于10.0 mL稀盐酸中, 加入10 mL NH₃-NH₄Cl缓冲溶液, 加入0.2 g紫脲酸铵混合指示剂, 用1.0 mol·L⁻¹ EDTA(Na₂H₂Y)标准溶液滴定至呈蓝紫色($\text{La}^{3+} + \text{H}_2\text{Y}^{2-} \rightleftharpoons \text{LaY}^- + 2\text{H}^+$), 消耗EDTA溶液60.00 mL。则产品中碳酸镧的质量分数w=_____

- 5、氢化铝锂(LiAlH₄)是有机合成中的重要还原剂。某课题组设计实验制备氢化铝锂并测定其纯度。已知: 氢化铝锂、氢化锂遇水都剧烈反应并产生同一种气体。

I. 制备氢化锂: 选择图1中的装置制备氢化锂(有些装置可重复使用):

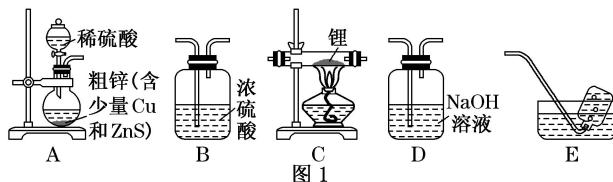


图1

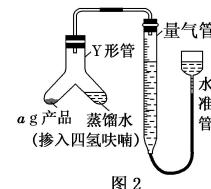


图2

- (1)装置的连接顺序(从左至右)为A→_____。
(2)检查好装置的气密性, 点燃酒精灯前需进行的实验操作是_____。
(3)写出制备氢化锂的化学方程式: _____

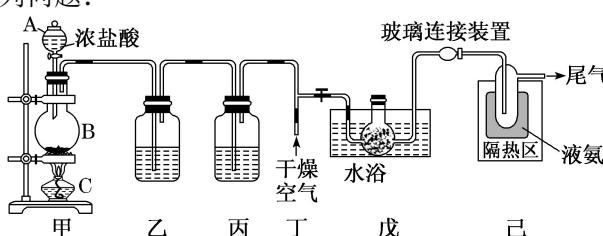
II. 制备氢化铝锂: 1947年, Schlesinger、Bond 和 Finholt首次制得氢化铝锂, 其方法是使氢化锂与无水三氯化铝按一定比例在乙醚中混合, 搅拌, 充分反应后, 经一系列操作得到LiAlH₄晶体。

- (4)写出氢化锂与无水三氯化铝反应的化学方程式: _____。
III. 测定氢化铝锂产品(不含氢化锂)的纯度

(5)按图2装配仪器、检查装置气密性并装好试剂(Y形管中的蒸馏水足量, 为了避免氢化铝锂遇水发生爆炸, 蒸馏水中需掺入四氢呋喃作稀释剂), 启动反应的操作是_____。读数之前, 上下移动量气管右侧的容器, 使量气管左、右两侧的液面在同一水平面上, 其目的是_____。

- (6)在标准状况下, 反应前量气管读数为 $V_1 \text{ mL}$, 反应完毕并冷却之后, 量气管读数为 $V_2 \text{ mL}$ 。该样品的纯度为_____ (用含a、 V_1 、 V_2 的代数式表示)。如果起始读数时俯视刻度线, 测得的结果将_____ (填“偏高”“偏低”或“无影响”)。

- 6、一氧化二氯(Cl₂O)是一种氯化剂和氧化剂, 极易溶于水, 与水反应生成HClO, 遇有机物易燃烧或爆炸。利用如图装置可制备Cl₂O。回答下列问题:



已知Cl₂O的部分性质如表:

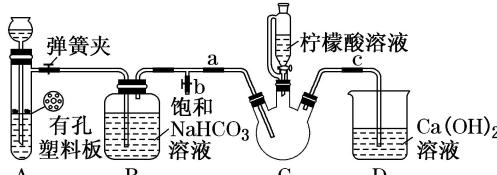
| 熔点 | 沸点 | 制备方法 |
|-----------|--------|--|
| -120.6 °C | 2.0 °C | $2\text{HgO} + 2\text{Cl}_2 \rightleftharpoons \text{Cl}_2\text{O} + \text{HgCl}_2 \cdot \text{HgO}$ |

- (1)装置甲中仪器B的名称是_____。
(2)装置甲的作用是为该制备反应提供Cl₂, 写出该装置中制备Cl₂的离子方程式: _____。
(3)装置乙的作用是_____，装置丙的洗气瓶中盛有的试剂是_____。
(4)装置戊中的特型烧瓶内盛有玻璃丝, 玻璃丝上附着有HgO粉末, 其中玻璃丝的作用是_____。
(5)装置戊和装置己之间的装置为玻璃连接装置, 而不是橡胶管, 其原因是_____。
(6)氨的沸点为-33.4 °C, 熔点为-77.7 °C, 则装置己中收集到的产物为_____ (填“固体”“液体”或“气体”)物质。若实验开始前称量装置戊中的玻璃丝与HgO的混合物的质量为ag, 实验结束后玻璃丝及其附着物的质量为bg, 则制备的Cl₂O为_____ mol。
(7)尾气中的有毒气体成分是_____，可用_____吸收除去

7、实验室以绿矾($\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$)制备补血剂甘氨酸亚铁 $(\text{NH}_2\text{CH}_2\text{COO})_2\text{Fe}$ 有关物质性质如下:

| 甘氨酸($\text{NH}_2\text{CH}_2\text{COOH}$) | 柠檬酸 | 甘氨酸亚铁 |
|--|------------------|------------|
| 易溶于水，微溶于乙醇，两性化合物 | 易溶于水和乙醇，有强酸性和还原性 | 易溶于水，难溶于乙醇 |

实验过程:

I.配制含 0.10 mol FeSO_4 的绿矾溶液II.制备 FeCO_3 : 向配制好的绿矾溶液中，缓慢加入 200 mL 1.1 mol·L⁻¹ NH_4HCO_3 溶液，边加边搅拌，反应结束后过滤并洗涤沉淀III.制备 $(\text{NH}_2\text{CH}_2\text{COO})_2\text{Fe}$: 实验装置如下图(夹持和加热仪器略去)，将实验 II 得到的沉淀和含 0.20 mol 甘氨酸的水溶液混合后加入 C 中，然后利用 A 中的反应将 C 中空气排净，接着滴入柠檬酸溶液并加热。反应结束后过滤，滤液经蒸发结晶、过滤、洗涤、干燥得到产品

回答下列问题:

(1)实验 I 中：实验室配制绿矾溶液时，为防止 FeSO_4 被氧化变质，应加入的试剂为_____ (写化学式)。再滴加少量稀硫酸的作用是_____

(2)实验 II 中：生成沉淀的离子方程式为_____

(3)实验 III 中：

①C 中盛柠檬酸溶液的仪器名称为_____

②装置 A 中所盛放的试剂是_____

A. Na_2CO_3 和稀 H_2SO_4 B. CaCO_3 和稀 H_2SO_4 C. CaCO_3 和稀盐酸

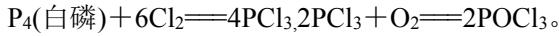
③确认 C 中空气排尽的实验现象是_____

④加入柠檬酸溶液一方面可调节溶液的 pH 促进 FeCO_3 溶解，另一个作用是_____

⑤洗涤实验 III 中得到的沉淀，所选用的最佳洗涤试剂是_____

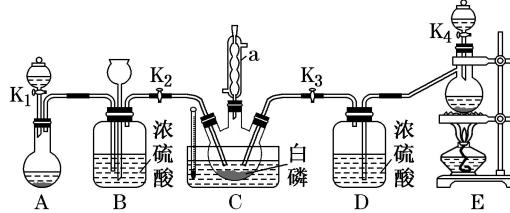
A. 热水 B. 乙醇溶液 C. 柠檬酸溶液

⑥若产品的质量为 17.34 g，则产率为_____ %

8、三氯氧磷(POCl_3)是一种重要的化工原料，工业上可以直接氧化 PCl_3 制备 POCl_3 ，反应原理为： PCl_3 、 POCl_3 的部分性质如下：

| 物质 | 熔点/℃ | 沸点/℃ | 其他 |
|-----------------|------|-------|---|
| PCl_3 | -112 | 75.5 | 遇水生成 H_3PO_3 和 HCl |
| POCl_3 | 2 | 105.3 | 遇水生成 H_3PO_4 和 HCl |

某兴趣小组模拟该工艺设计实验装置如下(某些夹持装置、加热装置已略去):



(1)仪器 a 的名称为_____，B 装置中长颈漏斗的作用是_____

(2)装置 E 用来制取 Cl_2 ，反应的离子方程式为_____

(3)为使实验顺利进行，还需补充的装置为_____

(4)反应时，需严格控制三个条件：

①先制取_____，缓慢地通入 C 中，直至 C 中的白磷消失后，再通入另一种气体

②C 装置用水浴加热控制温度为 60~65 ℃，除加快反应速率外，另一目的是_____

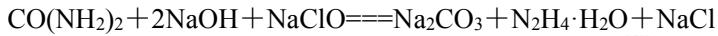
③反应物必须干燥，否则会在 C 装置中产生大量的白雾，其主要成分为_____ (写化学式)

(5)反应结束后通过下面步骤测定 POCl_3 产品中 Cl 的含量，元素 Cl 的质量分数为_____ (写出计算式)I. 取 x g 产品于锥形瓶中，加入足量 NaOH 溶液， POCl_3 完全反应后加稀硝酸至酸性；II. 向锥形瓶中加入 0.100 0 mol·L⁻¹ 的 AgNO_3 溶液 40.00 mL，使 Cl^- 完全沉淀；

III. 再向锥形瓶中加入 20 mL 硝基苯，振荡，使沉淀表面被有机物覆盖；

IV. 然后加入指示剂，用 c mol·L⁻¹ NH_4SCN 溶液滴定过量 Ag^+ 至终点，记下所用体积为 V mL。[已知： Ag_3PO_4 溶于酸， $K_{\text{sp}}(\text{AgCl}) = 3.2 \times 10^{-10}$ ， $K_{\text{sp}}(\text{AgSCN}) = 2 \times 10^{-12}$]

9、肼是重要的化工原料。某探究小组利用下列反应制取水合肼($N_2H_4 \cdot H_2O$):



实验一: 制备 NaClO 溶液(实验装置如图所示)

(1)配制 30% NaOH 溶液时, 所需的玻璃仪器除量筒外, 还有_____

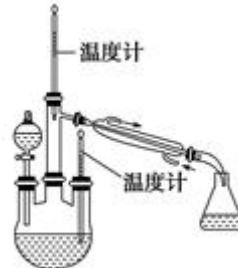
- A. 容量瓶 B. 烧杯 C. 烧瓶 D. 玻璃棒

(2)锥形瓶中发生反应的化学方程式是_____

(3)因后续实验需要, 需利用中和滴定原理测定反应后锥形瓶内混合溶液中 NaOH 的浓度。请选择所提供的试剂, 设计实验方案: _____

提供的试剂: H_2O_2 溶液、 $FeCl_2$ 溶液、 $0.100\ 0\ mol \cdot L^{-1}$ 盐酸、酚酞试液

实验二: 制取水合肼(实验装置如图所示)。



控制反应温度, 将分液漏斗中溶液缓慢滴入三颈烧瓶中, 充分反应。加热蒸馏三颈烧瓶内的溶液, 收集 108~114 °C 馏分 (已知: $N_2H_4 \cdot H_2O + 2NaClO \rightarrow N_2 \uparrow + 3H_2O + 2NaCl$)

(4)分液漏斗中的溶液是_____, 选择的理由是_____

- A. $CO(NH_2)_2$ 溶液 B. $NaOH$ 和 $NaClO$ 混合溶液

实验三: 测定馏分中水合肼的含量。

称取馏分 5.000 g, 加入适量 $NaHCO_3$ 固体, 加水配成 250 mL 溶液, 移取 25.00 mL, 用 $0.100\ 0\ mol \cdot L^{-1}$ 的 I_2 溶液滴定。滴定过程中, 溶液的 pH 保持在 6.5 左右 (已知: $N_2H_4 \cdot H_2O + 2I_2 \rightarrow N_2 \uparrow + 4HI + H_2O$)

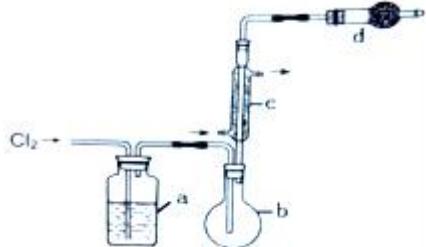
(5)滴定过程中, $NaHCO_3$ 能控制溶液的 pH 在 6.5 左右, 原因是_____

(6)实验测得消耗 I_2 溶液的平均值为 18.00 mL, 馏分中水合肼($N_2H_4 \cdot H_2O$)的质量分数为_____

10、 S_2Cl_2 用作橡胶的低温硫化剂和粘结剂, 由硫与限量氯气在 50~60°C 反应制得, 进一步氯化可得 SCl_2 、 S_2Cl_2 、 SCl_2 的某些性质如下:

| | 水溶性 | 密度(g/cm^3) | 颜色 | 熔点 | 沸点 |
|-----------|---------------|----------------|-----|--------|-------|
| S_2Cl_2 | 空气中发烟雾, 通水即分解 | 1.687 | 金黄色 | -76°C | 138°C |
| SCl_2 | 溶于水且剧烈反应 | 1.621 | 樱桃红 | -122°C | 59°C |

用如图所示装置制备 S_2Cl_2 回答下列问题:



(1)写出 S_2Cl_2 的电子式_____

(2)写出仪器 c 的名称_____, 实验开始前先在 b 中放入一定量的硫粉, 加热使硫熔化, 然后转动和摇动烧瓶使硫附着在烧瓶内壁形成一固体薄层, 这样做的目的是_____

(3)实验时, b 装置需加热, 最好采用何种方式加热_____

(4)b 中的反应开始前, 需排除装置中的空气, 简述相关操作: _____

(5)装置 d 中盛放的试剂是_____, 其作用是①_____, ②_____

(6)为了获得更纯净的 S_2Cl_2 , 需要对产品进行的操作是_____

(7)若将 S_2Cl_2 放入水中同时产生沉淀和气体, 写出反应的方程式_____

11、无水 $MgBr_2$ 可用作催化剂。实验室采用镁屑与液溴为原料制备无水 $MgBr_2$ ，装置如图 1，主要步骤如下：

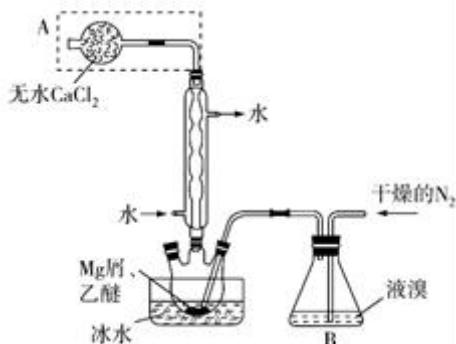


图 1

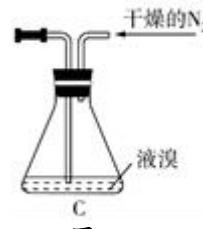


图 2

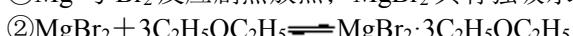
步骤 1：三颈瓶中装入 10 g 镁屑和 150 mL 无水乙醚；装置 B 中加入 15 mL 液溴

步骤 2：缓慢通入干燥的氮气，直至溴完全导入三颈瓶中

步骤 3：反应完毕后恢复至常温，过滤，滤液转移至另一干燥的烧瓶中，冷却至 0 ℃，析出晶体，再过滤得三乙醚合溴化镁粗品

步骤 4：室温下用苯溶解粗品，冷却至 0 ℃，析出晶体，过滤，洗涤得三乙醚合溴化镁，加热至 160 ℃分解得无水 $MgBr_2$ 产品

已知：①Mg 与 Br_2 反应剧烈放热； $MgBr_2$ 具有强吸水性



请回答：

(1) 仪器 A 的名称是_____，实验中不能用干燥空气代替干燥 N_2 ，原因是_____

(2) 如将装置 B 改为装置 C(图 2)，可能会导致的后果是_____

(3) 步骤 3 中，第一次过滤除去的物质是_____

(4) 有关步骤 4 的说法，正确的是_____

A. 可用 95% 的乙醇代替苯溶解粗品 B. 洗涤晶体可选用 0 ℃ 的苯

C. 加热至 160 ℃ 的主要目的是除去苯 D. 该步骤的目的是除去乙醚和可能残留的溴

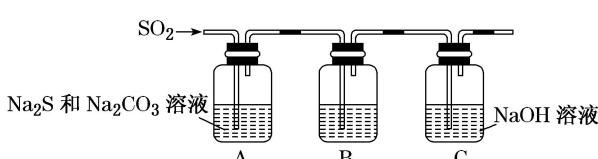
(5) 为测定产品的纯度，可用 EDTA(简写为 Y^{4-}) 标准溶液滴定，反应的离子方程式： $Mg^{2+} + Y^{4-} \rightleftharpoons MgY^{2-}$

① 滴定前润洗滴定管的操作方法是_____

② 测定时，先称取 0.250 0 g 无水 $MgBr_2$ 产品，溶解后，用 0.050 0 $\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}$ 的 EDTA 标准溶液滴定至终点，消耗 EDTA 标准溶液 26.50 mL，则测得无水 $MgBr_2$ 产品的纯度是_____ (以质量分数表示)

12、硫化碱法是工业上制备 $Na_2S_2O_3$ 的方法之一。某研究小组在实验室用硫化碱法制备 $Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O$ 。

(1) 利用吸硫装置 A 制取 $Na_2S_2O_3$



① 写出吸硫装置 A 中发生反应的化学方程式_____

② 装置 B 的作用是检验装置中 SO_2 的吸收效率，B 中试剂是_____，表明 SO_2 吸收效率低的实验现象是 B 中溶液_____

③ 为了使 SO_2 尽可能吸收完全，除了及时搅拌反应物外，还可采取的合理措施是_____ (写出一条即可)

(2) 从反应液中获得 $Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O$ 的方法是_____、减压抽滤、洗涤干燥

(3) 实验制得的 $Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O$ 产品中可能含有 Na_2SO_3 、 Na_2SO_4 等杂质。请设计实验检测 $Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O$ 产品中是否存在 Na_2SO_4 杂质，简要说明实验操作、现象和结论：_____

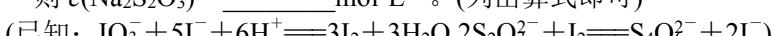
(4) ① $Na_2S_2O_3$ 溶液是定量实验中的常用试剂，测定其浓度的过程如下：

第一步：准确称取 a g KIO_3 (相对分子质量为 214) 固体配成溶液；

第二步：加入过量 KI 固体和 H_2SO_4 溶液，滴加指示剂；

第三步：用 $Na_2S_2O_3$ 溶液滴定至终点，消耗 $Na_2S_2O_3$ 溶液的体积为 V mL。

则 $c(Na_2S_2O_3) = \frac{a}{214V} \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$ 。(列出算式即可)



② 在滴定过程中下列实验操作会造成实验结果偏低的是_____

A. 滴定管未用 $Na_2S_2O_3$ 溶液润洗

B. 滴定终点时仰视读数

C. 锥形瓶用蒸馏水润洗后未进行干燥处理

D. 滴定管尖嘴处滴定前无气泡，达滴定终点时发现有气泡

【化学实验专题训练(三)——物质制备型实验】答案

1、(2016·全国卷Ⅲ)



(1)调节溶液 pH 使 Fe(OH)₃ 沉淀 过滤分离

(2)ade

(3)酸 除去溶液中的 CO₂

(4)CaCl₂+2NH₃·H₂O+H₂O₂+6H₂O=CaO₂·8H₂O↓+2NH₄Cl

或 CaCl₂+2NH₃·H₂O+H₂O₂=CaO₂↓+2NH₄Cl+2H₂O 温度过高时双氧水易分解

(5)去除结晶表面水分

(6)工艺简单、操作方便 纯度较低

2、(2018·全国卷Ⅰ)

(1)去除水中溶解氧 分液(或滴液)漏斗

(2)①Zn+2Cr³⁺=Zn²⁺+2Cr²⁺ ②排除 c 中空气

(3)c 中产生 H₂ 使压强大于大气压 (冰浴)冷却 过滤

(4)敞开体系, 可能使醋酸亚铬与空气接触

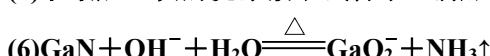
3、(1)浓氨水 球形干燥管

(2)装置 F 中会产生倒吸

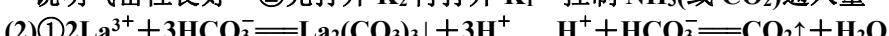
(3)ab

(4)装置 F 中几乎不再产生气泡

(5)取最后一次的洗涤液于试管中, 滴加 AgNO₃ 溶液, 若无白色沉淀产生, 则证明产品氮化镓固体已洗涤干净



4、(1)①球形干燥管 关闭活塞 K₁, 向球形漏斗中加水至漏斗内外形成液面差, 一段时间后, 液面差保持不变, 说明气密性良好 ②先打开 K₂再打开 K₁ 控制 NH₃(或 CO₂)通入量



②碳酸氢钠碱性相对较弱, 可防止生成碱式碳酸镧[La(OH)CO₃]

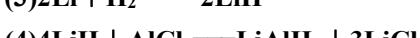
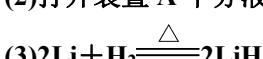
③200

④La³⁺完全沉淀, 再滴入碳酸氢钠, 水解使溶液的碱性增强, pH 发生突跃

(3)91.6%

5、(1)D→B→C→B→E

(2)打开装置 A 中分液漏斗的活塞, 一段时间后, 用小试管在装置 E 的水槽中收集气体并验纯



(5)倾斜 Y 形管, 将蒸馏水(掺入四氢呋喃)全部注入 a g 产品中 确保量气管内气体的压强与大气压强相等

(6) $\frac{19}{448a} \frac{V_2 - V_1}{55}\%$ 偏高

6、(1)圆底烧瓶



(3)除去 Cl₂ 中的 HCl 杂质 浓硫酸

(4)增大反应物接触面积, 提高反应速率

(5)防止 Cl₂O 与橡胶管接触发生燃烧或爆炸

(6)液体 $\frac{b-a}{55}$

(7)Cl₂、Cl₂O 碱液

7、(1)Fe 防止 Fe²⁺水解



(3)①滴液漏斗

②C

③D 中澄清石灰水变浑浊

④防止二价铁被氧化

⑤B

⑥85

8、(1)球形冷凝管 平衡气压



(3)在 a 仪器后连接装有碱石灰的干燥管

(4)①Cl₂ ②防止 PCl₃ 气化 ③HCl

$$(5) \frac{4 \times 10^{-3} - cV \times 10^{-3} \times 35.5}{x} \times 100\% \left[\text{或} \frac{3.55 \times 4 - cV}{x} \% \right]$$

9、(1)BD

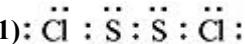


(3)取一定量锥形瓶内的混合溶液，加入适量的 H₂O₂ 溶液后，滴加 2~3 滴酚酞试液，用 0.100 0 mol·L⁻¹ 盐酸滴定，重复上述操作 2~3 次

(4)B 如果将氢氧化钠和次氯酸钠的混合溶液装在烧瓶中，反应生成的水合肼会被次氯酸钠氧化

(5)NaHCO₃ 会与滴定过程中产生的 HI 反应

(6)9%

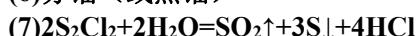
10、(1): 

(2)直型冷凝管 增大反应接触面积

(3)水浴加热

(4)通 Cl₂ 一段时间后，看到黄绿色气体充满装置 b 后，再开始加热 b(5)碱石灰 防止空气中的水蒸气进入 d 使产品与水反应 吸收剩余的 Cl₂

(6)分馏（或蒸馏）

11、(1)干燥管 防止镁屑与氧气反应，生成的 MgO 阻碍 Mg 与 Br₂ 的反应

(2)会将液溴快速压入三颈瓶，反应过快大量放热而存在安全隐患

(3)镁屑

(4)BD

(5)①从滴定管上口加入少量待装液，倾斜着转动滴定管，使液体润湿内壁，然后从下部放出，重复 2~3 次

②97.5%

12、(1)①2Na₂S + Na₂CO₃ + 4SO₂ → 3Na₂S₂O₃ + CO₂②品红、溴水或酸性 KMnO₄ 溶液 颜色很快褪去(其他合理答案也可)③控制 SO₂ 的流速或增大反应物的浓度(其他合理答案也可)

(2)蒸发浓缩、降温结晶

(3)取少量制得的 Na₂S₂O₃·5H₂O 产品于试管中，加水溶解再加入稀盐酸调至酸性，静置片刻，再取上层清液于试管中，加入 BaCl₂ 溶液，有白色沉淀产生，则证明含 Na₂SO₄ 杂质，否则不含 Na₂SO₄

$$(4) \text{①} \frac{6000a}{214V} \left[\text{或} \frac{3000a}{107V} \right]$$

②AB

化学实验专题训练(四)

——物质制型实验

1、过氧化钙(CaO_2)是水产养殖中广泛使用的一种化学试剂。 CaO_2 微溶于水, 可与水缓慢反应。实验室用如下方法制备 CaO_2 并测定其纯度。

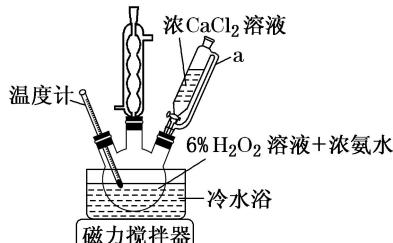
I. 过氧化钙的制备

实验装置和步骤如下:

步骤 1: 向盛有 6% H_2O_2 溶液和浓氨水混合液的三颈瓶中加入稳定剂, 置于冷水浴中;

步骤 2: 向上述混合液中逐滴加入浓 CaCl_2 溶液, 边加边搅拌, 析出固体 $\text{CaO}_2 \cdot 8\text{H}_2\text{O}$;

步骤 3: 充分反应后, 将所得固体过滤、洗涤、脱水干燥, 得产品过氧化钙。



请回答:

(1) 支管 a 的作用为_____

(2) 步骤 1 中将三颈瓶置于冷水浴中, 其主要目的为_____

(3) 三颈瓶中发生反应的化学方程式为_____

(4) 为研究氨水浓度和稳定剂种类对反应产率的影响, 设计下列三组实验:

| 实验编号 | 双氧水浓度/% | 氨水浓度/% | 稳定剂种类 | 产率/% |
|------|---------|--------|---------------------------|------|
| ① | 9 | 9 | NaH_2PO_4 | 62.0 |
| ② | a | 10 | NaH_2PO_4 | 50.3 |
| ③ | b | c | Na_2SiO_3 | 40.9 |

则 $c =$ _____

II. 过氧化钙纯度的测定

准确称取所制备的过氧化钙样品 m g, 置于锥形瓶中, 分别加入 30 mL 蒸馏水和 1 mL 稀盐酸, 振荡使之溶解。再加入 0.5 mL MnSO_4 溶液, 然后用 $c \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$ 的 KMnO_4 标准溶液滴定至终点(MnO_4^- 被还原为 Mn^{2+}), 消耗 KMnO_4 标准溶液 V mL

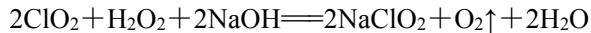
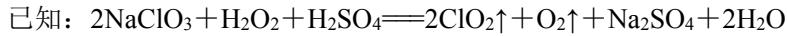
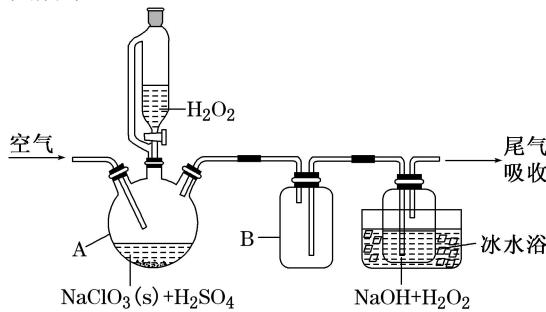
(5) 滴定至终点的现象为_____

(6) 计算样品中 CaO_2 的质量分数为_____ (用含 m 、 c 和 V 的代数式表示)

(7) 实验中加入 MnSO_4 溶液的作用是_____, 若滴定管在使用前未用 KMnO_4 标准溶液润洗, 则测定结果将_____ (填“偏高”“偏低”或“不变”)

(8) 过氧化钙可用于长途运输鱼苗, 应用了过氧化钙_____的性质 (答出两点)

2、 ClO_2 是一种优良的消毒剂, 浓度过高时易发生分解, 常将其制备成 NaClO_2 固体以便运输和贮存。过氧化氢法制备 NaClO_2 固体的实验装置如图所示。



ClO_2 熔点 -59°C 、沸点 11°C ; H_2O_2 沸点 150°C 。

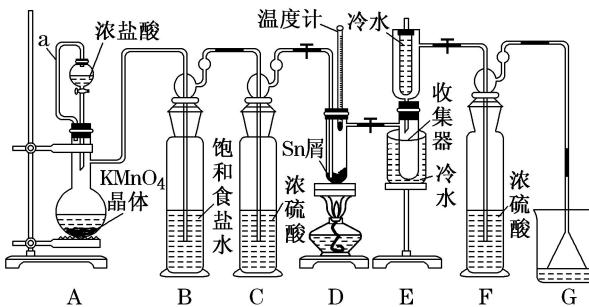
请回答:

(1) 仪器 A 的名称为_____; 仪器 B 的作用是_____; 冰水浴冷却的目的是_____ (写出两种)。

(2) 空气流速过快或过慢, 均降低 NaClO_2 产率, 试解释其原因_____

(3) Cl^- 存在时会催化 ClO_2 的生成。反应开始时在三颈烧瓶中加入少量盐酸, ClO_2 的生成速率大大提高, 并产生微量氯气。该过程可能经两步反应完成, 将其补充完整: ①_____ (用离子方程式表示), ② $\text{H}_2\text{O}_2 + \text{Cl}_2 \rightarrow 2\text{Cl}^- + \text{O}_2 + 2\text{H}^+$

3、无水四氯化锡(SnCl_4)常用作有机合成的氯化催化剂。实验室可用熔融的锡(熔点 231.9 ℃)与 Cl_2 反应制备 SnCl_4 , 装置如图所示



已知: ① SnCl_2 、 SnCl_4 的有关物理性质如表

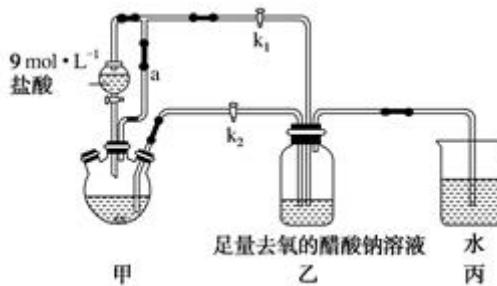
| 物质 | 颜色、状态 | 熔点/℃ | 沸点/℃ |
|-----------------|-------|------|------|
| SnCl_2 | 无色晶体 | 246 | 623 |
| SnCl_4 | 无色液体 | -33 | 114 |

② SnCl_4 在空气中极易水解生成 $\text{SnO}_2 \cdot x\text{H}_2\text{O}$ 。

回答下列问题:

- (1) 导管 a 的作用是_____，装置 A 中发生反应的离子方程式为_____
- (2) 当观察到装置 F 液面上方出现_____现象时才开始点燃酒精灯，待锡熔化后适当增大氯气流量，继续加热。此时继续加热的目的是_____、_____
- (3) 若上述装置中缺少装置 C(其他均相同)，则 D 装置中具支试管中发生的主要副反应的化学方程式为_____
- (4) 若制得的产品中含有少量 Cl_2 ，则可采用下列_____ (填字母) 措施除去
 - A. 加入 NaOH 溶液萃取分液
 - B. 加入足量锡再加热蒸馏
 - C. 加入碘化钾溶液冷凝过滤
 - D. 加入饱和食盐水萃取
- (5) 可用碘量法测定最后产品的纯度，发生反应: $\text{Sn}^{2+} + \text{I}_2 \rightleftharpoons \text{Sn}^{4+} + 2\text{I}^-$ 。准确称取该样品 m g 放于锥形瓶中，用少量浓盐酸溶解，再加水稀释，淀粉溶液作指示剂，用 $0.1 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$ 碘标准溶液滴定至终点，消耗标准溶液 20.00 mL，则产品中 SnCl_2 的含量为_____ (用含 m 的代数式表示)；即使此法测定的操作均正确，但测得的 SnCl_4 含量仍高于实际含量，其原因可能是_____ (用离子方程式表示)

4、醋酸亚铬水合物 $[\text{Cr}(\text{CH}_3\text{COO})_2]_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ 是一种氧气吸收剂，为红棕色晶体，易被氧化，微溶于乙醇，不溶于水和乙醚(易挥发的有机溶剂)。其制备装置及步骤如下：



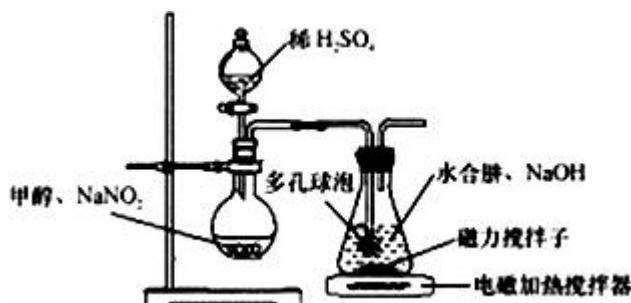
- ① 检查装置气密性，往三颈烧瓶中依次加入过量锌粉、适量 CrCl_3 溶液
- ② 关闭 k_2 打开 k_1 ，旋开分液漏斗的旋塞并控制好滴速
- ③ 待三颈烧瓶内的溶液由深绿色(Cr^{3+})变为亮蓝色(Cr^{2+})时，把溶液转移到装置乙中，当出现大量红棕色晶体时，关闭分液漏斗的旋塞
- ④ 将装置乙中混合物快速过滤、洗涤和干燥，称量得到 2.76 g $[\text{Cr}(\text{CH}_3\text{COO})_2]_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$

- (1) 装置甲中连通管 a 的作用是_____
- (2) 三颈烧瓶中的 Zn 除了与盐酸生成 H_2 外，发生的另一个反应的离子方程式为_____
- (3) 实验步骤③中溶液自动转移至装置乙中的实验操作为_____
- (4) 装置丙中导管口水封的目的是_____
- (5) 洗涤产品时，为了去除可溶性杂质和水分，下列试剂的正确使用顺序是_____
 - a. 乙醚
 - b. 去氧冷的蒸馏水
 - c. 无水乙醇
- (6) 若实验所取用的 CrCl_3 溶液中含溶质 3.17 g，则 $[\text{Cr}(\text{CH}_3\text{COO})_2]_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ (相对分子质量为 376) 的产率是_____
- (7) 一定条件下， $[\text{Cr}(\text{CH}_3\text{COO})_2]_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ 受热得到 CO 和 CO_2 的混合气体，请设计实验检验这两种气体的存在。

5、叠氮化钠(NaN_3)是一种应用广泛的化工产品，可用于合成抗生素头孢菌素药物的中间体，汽车安全气囊等。

回答下列问题：

I、实验室制备 NaN_3 : 水合肼($\text{N}_2\text{H}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$)与亚硝酸甲酯(CH_3ONO)在氢氧化钠存在下制备 NaN_3 ，其反应装置如图所示：



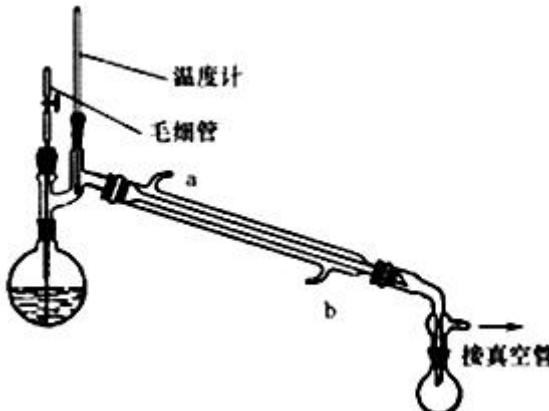
已知： $2\text{CH}_3\text{OH} + 2\text{NaNO}_2 + \text{H}_2\text{SO}_4 \rightarrow 2\text{CH}_3\text{ONO} + \text{Na}_2\text{SO}_4 + 2\text{H}_2\text{O}$ ； NaN_3 无色无味，微溶于醇、溶于水

(1) N_2H_4 的电子式为_____； NaN_3 晶体中阴离子与阳离子个数比为_____

(2) 装置中多孔球泡的作用是_____

(3) 锥形瓶中水合肼与亚硝酸甲酯在 30°C 时可以反应生成叠氮酸钠、甲醇等物质，写出该反应的化学方程式

II、回收甲醇：将制备反应后所得混合溶液加入烧瓶中，按照下图所示装置进行减压蒸馏



已知：

| 物质 | CH_3OH | N_2H_4 | NaN_3 |
|-------|------------------------|------------------------|----------------|
| 沸点/°C | 64.7 | 113.5 | 300 |

NaN_3 在 40°C 时分解

(4) 实验时冷凝管中冷却水要“b 进 a 出”原因是_____

(5) 甲醇回收时需用减压蒸馏的原因是_____

(6) 下列有关毛细管的作用说法正确的是_____

- A. 平衡圆底烧瓶内外压
- B. 作为气化中心，使蒸馏平稳
- C. 避免液体过热而暴沸
- D. 冷凝回流作用

III、产品提取及纯度测定：

将蒸馏后所得母液降温结晶，过滤得 NaN_3 湿品；再用去离子水重结晶得 NaN_3 产品并用碘量法测定产品纯度。

取产品 6.50g 加入足量去离子水中溶解，并加入适量稀硫酸酸化；向混合液中加入 20.00mL $1.00\text{mol}\cdot\text{L}^{-1}\text{KMnO}_4$ 溶液，溶液呈紫红色；再加入足量 KI 溶液消耗过量的 KMnO_4 溶液；其后用 $0.100\text{mol}\cdot\text{L}^{-1}\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 标准溶液滴定所产生的 I_2 ，消耗 $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 溶液 30.00mL

(7) 实验所得产品的纯度为_____

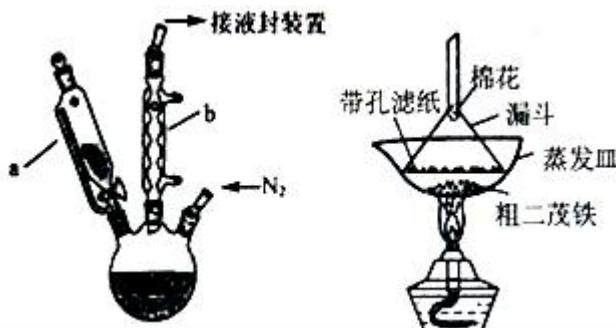
已知：①产品中杂质不参与反应

②测定过程中发生的反应： $10\text{NaN}_3 + 2\text{KMnO}_4 + 8\text{H}_2\text{SO}_4 \rightarrow 2\text{MnSO}_4 + \text{K}_2\text{SO}_4 + 5\text{Na}_2\text{SO}_4 + 8\text{H}_2\text{O} + 15\text{N}_2\uparrow$

$10\text{KI} + 2\text{KMnO}_4 + 8\text{H}_2\text{SO}_4 \rightarrow 2\text{MnSO}_4 + 6\text{K}_2\text{SO}_4 + 8\text{H}_2\text{O} + 5\text{I}_2$

$\text{I}_2 + 2\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \rightarrow 2\text{NaI} + \text{Na}_2\text{S}_4\text{O}_6$

6、二茂铁是一种具有芳香族性质的有机过渡金属化合物。二茂铁熔点是173℃，在100℃时开始升华，沸点是249℃，不溶于水，易溶于苯、乙醚、汽油、柴油等有机溶剂；化学性质稳定，400℃以内不分解。实验室制备二茂铁装置示意图如下图，实验步骤为：

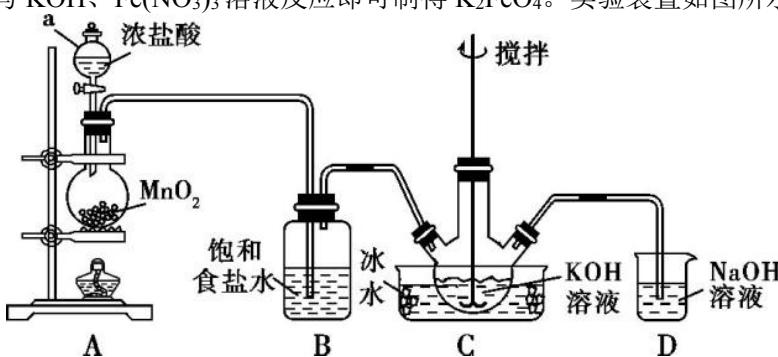


- ①在三颈烧瓶中加入25g粉末状的KOH，并从仪器a中加入60mL无水乙醚到三颈烧瓶中，充分搅拌，同时通氮气约10min
- ②再从仪器a滴入5.5mL新蒸馏的环戊二烯(C_5H_6 、密度0.95g/cm³)，搅拌
- ③将6.5g无水 $FeCl_2$ 与 $(CH_3)_2SO$ (二甲亚砜，作溶剂)配成的溶液25mL装入仪器a中，慢慢滴入三颈烧瓶中，45min滴完，继续搅拌45min
- ④再从仪器a加入25mL无水乙醚搅拌
- ⑤将三颈烧瓶中液体转入分液漏斗，依次用盐酸、水各洗涤两次，分液得橙黄色溶液
- ⑥蒸发橙黄色溶液，得二茂铁粗产品

回答下列问题：

- (1)仪器b的名称是_____，作用是_____
- (2)步骤①中通入氮气的目的是_____
- (3)三颈烧瓶的适宜容积应为_____ (填序号)；①100mL、②250mL、③500mL；步骤⑤所得的橙黄色溶液的溶剂是_____
- (4) $KOH + FeCl_2 + C_5H_6 \rightarrow [Fe(C_5H_5)_2] + KCl$
- (5)二茂铁粗产品的提纯过程在右图中进行，其操作名称为_____，二茂铁及其衍生物可做抗震剂用于制无铅汽油，它们比曾经使用过的四乙基铅安全得多，其中最重要的原因是_____
- (6)最终得到纯净的二茂铁4.8g，则该实验的产率为_____ (保留两位有效数字)。

7、高铁酸钾(K_2FeO_4)为紫黑色粉末，是一种新型高效消毒剂。 K_2FeO_4 易溶于水，微溶于浓KOH溶液，在0℃~5℃的强碱性溶液中较稳定。一般制备方法是先用 Cl_2 与KOH溶液在20℃以下反应生成 $KClO$ (在较高温度下则生成 $KClO_3$)， $KClO$ 再与KOH、 $Fe(NO_3)_3$ 溶液反应即可制得 K_2FeO_4 。实验装置如图所示。回答下列问题：



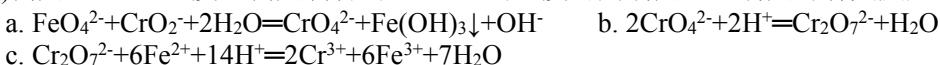
(1)制备 $KClO$

- ①仪器a的名称是_____；装置B吸收的气体是_____
- ②装置C中三颈烧瓶置于冰水浴中的目的是_____；装置D的作用是_____

(2)制备 K_2FeO_4

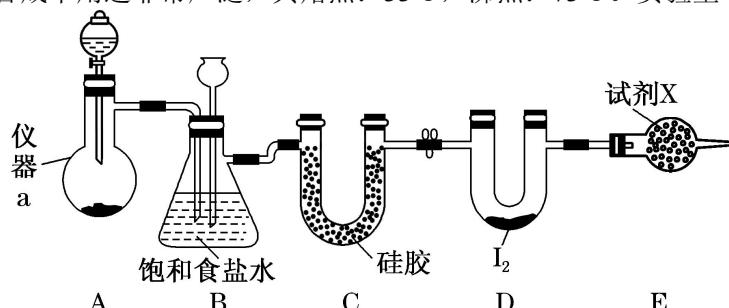
- ①装置C中得到足量 $KClO$ 后，将三颈烧瓶上的导管取下，加入KOH溶液、 $Fe(NO_3)_3$ 溶液，水浴控制反应温度，搅拌，当溶液变为紫红色，该反应的离子方程式为_____
- ②向装置C中加入饱和_____溶液，析出紫黑色晶体，过滤

(3)测定 K_2FeO_4 纯度：测定制备的 K_2FeO_4 的纯度可用滴定法，滴定时有关反应的离子方程式为：



称取2.0g制备的 K_2FeO_4 样品溶于适量KOH溶液中，加入足量的 $KCrO_4$ ，充分反应后过滤，滤液在250mL容量瓶中定容。取25.00mL加入稀硫酸酸化，用0.10mol·L⁻¹的 $(NH_4)_2Fe(SO_4)_2$ 标准溶液滴定至终点，重复操作2次，平均消耗 $(NH_4)_2Fe(SO_4)_2$ 溶液的体积为24.00mL，则该 K_2FeO_4 样品的纯度为_____

8、三氯化碘(ICl_3)在药物合成中用途非常广泛, 其熔点: 33℃, 沸点: 73℃。实验室可用如图装置制取 ICl_3 。



(1)仪器 a 的名称是_____

(2)制备氯气选用的药品为漂白精固体[主要成分为 $\text{Ca}(\text{ClO})_2$]和浓盐酸, 相关反应的化学方程式为

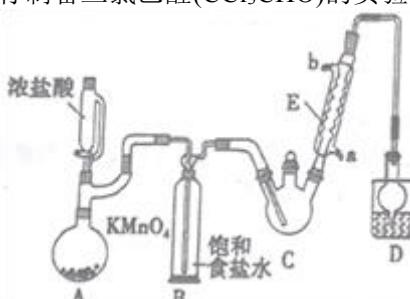
(3)装置 B 可用于除杂, 也是安全瓶, 能监测实验进行时装置 C 中是否发生堵塞, 请写出发生堵塞时装置 B 中的现象: _____

(4)试剂 X 为_____

(5)氯气与单质碘需在温度稍低于 70℃下反应, 则装置 D 适宜的加热方式为_____

(6)500 mL(标准状况)含有 CO 的某气体样品通过盛有足量 I_2O_5 的干燥管, 170℃下充分反应, 用水—乙醇混合液充分溶解产物 I_2 , 定容到 100 mL。取 25.00 mL 用 $0.0100 \text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$ $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 标准溶液滴定, 消耗标准溶液 20.00 mL, 则样品中 CO 的体积分数为_____ (保留三位有效数字)(已知: 气体样品中其他成分与 I_2O_5 不反应; $2\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 + \text{I}_2 \rightarrow 2\text{NaI} + \text{Na}_2\text{S}_4\text{O}_6$)

9、三氯乙醛是基本有机合成原料之一, 是生产农药、医药的重要中间体。某化学兴趣小组设计如图所示装置(夹持、加热仪器略), 模拟工业生产进行制备三氯乙醛(CCl_3CHO)的实验



查阅资料, 有关信息如下:

①制备反应原理: $\text{C}_2\text{H}_5\text{OH} + 4\text{Cl}_2 \rightarrow \text{CCl}_3\text{CHO} + 5\text{HCl}$

可能发生的副反应: $\text{C}_2\text{H}_5\text{OH} + \text{HCl} \rightarrow \text{C}_2\text{H}_5\text{Cl} + \text{H}_2\text{O}$ 、 $\text{CCl}_3\text{CHO} + \text{HClO} \rightarrow \text{CCl}_3\text{COOH}$ (三氯乙酸)+ HCl

②相关物质的相对分子质量及部分物理性质:

| | $\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$ | CCl_3CHO | CCl_3COOH | $\text{C}_2\text{H}_5\text{Cl}$ |
|--------|---------------------------------|--------------------------|---------------------------|---------------------------------|
| 相对分子质量 | 46 | 147.5 | 163.5 | 64.5 |
| 熔点/℃ | -114.1 | -57.5 | 58 | -138.7 |
| 沸点/℃ | 78.3 | 97.8 | 198 | 12.3 |
| 溶解性 | 与水互溶 | 可溶于水、乙醇 | 可溶于水、乙醇、三氯乙醛 | 微溶于水, 可溶于乙醇 |

(1)仪器 E 的名称是_____, 冷凝水的流向是____进____出(填“a”或“b”)

(2)该设计流程中存在一处缺陷, 该缺陷是_____, 引起的后果是_____

(3)仪器 A 中发生反应的离子方程式为_____

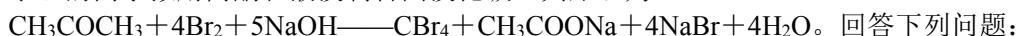
(4)该装置 C 可采用_____, 加热的方法以控制反应温度在 70 ℃左右

(5)装置 D 干燥管的作用为_____, 装置 D 烧杯中的试剂是_____

(6)反应结束后, 从 C 中的混合物中分离出 CCl_3COOH 的方法是_____ (填名称)

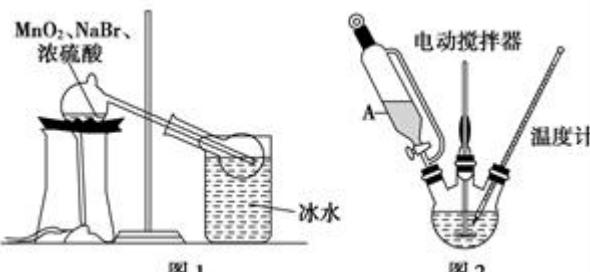
(7)已知: 常温下 $K_a(\text{CCl}_3\text{COOH})=1.0\times 10^{-1} \text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$, $K_a(\text{CH}_3\text{COOH})=1.7\times 10^{-5} \text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$, 请设计实验证明三氯乙酸、乙酸的酸性强弱: _____

10、四溴化碳是一种灰白色粉末，熔点为94~95℃，广泛用于有机化合物的溴代、农药的制备等。某合作学习小组的同学拟用丙酮和液溴制备四溴化碳，其原理为



I、制取 Br₂

(1)甲组同学拟用溴化钠、二氧化锰及浓硫酸制备液溴，其实验装置如图1所示：



①该装置不用橡皮塞及橡皮管，其原因是_____；冰水的作用是_____。

②生成 Br₂ 的化学方程式为_____。

II、制取 CBr₄

(2)乙组同学拟利用甲组同学制得的液溴与 CH₃COCH₃(沸点 56.5℃)等试剂制取四溴化碳。实验步骤如下：

步骤1：向图2中三颈烧瓶中加入 11.4 g NaOH 和 46 mL 水，搅拌。

步骤2：冰水浴冷却至 2℃时，开始不断滴加液溴 20 g，滴加完毕后在 5℃下保持 20 min。

步骤3：加入少量相转移试剂，在不断搅拌下滴入 1.6 g 丙酮，维持温度在 5~10℃，连续搅拌 4 h。

步骤4：过滤、冷水洗涤、减压烘干，得产品 8.3 g。

①图2中仪器A的名称为_____。

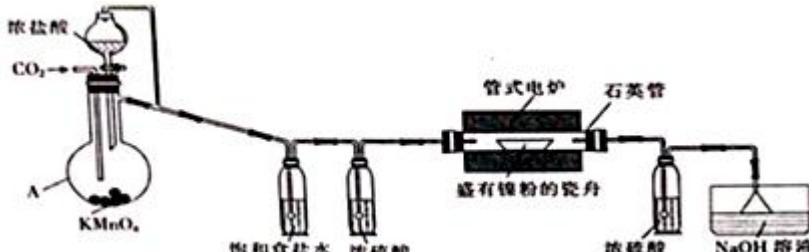
②步骤2滴入 Br₂之前，冷却至 2℃的目的是_____。

步骤2中加入液溴可能发生反应的离子方程式为_____。

③步骤4洗涤时，如何证明已洗涤干净：_____。

④本次实验中产品的产率为_____。

11、NiCl₂是化工合成中最重要的镍源。实验室常用下列装置(夹持装置已略去)制备无水 NiCl₂



实验步骤如下：

I、按图示连接好装置，检查装置气密性后，先向装置中通入干燥的 CO₂

II、约 20 min 后，停止通入 CO₂，改为通入 Cl₂ 并使装置中充满 Cl₂

III、将电炉升温至 750℃，在氯气流中加热约 1h

IV、在氯气流中冷却至室温后，再继续通入 CO₂ 约 10 min

回答下列问题：

(1)仪器 A 的名称为_____。

(2)步骤 I 中通入 CO₂ 的目的是_____。

(3)A 中生成 Cl₂ 的离子方程式为_____。

(4)判断步骤 II 中氯气已充满装置的现象是_____。

(5)步骤 IV 中通入 CO₂ 的目的是_____，水槽中 NaOH 溶液的作用是_____。

(6)反应前石英管及瓷舟的总质量为 m₁、放入镍粉后石英管及瓷舟的总质量为 m₂，氧化反应后石英管及瓷舟的总质量为 m₃，则产品中 n(Ni)/n(Cl)=_____ (填计算表达式)

(7)实验室也可用 NiCl₂·6H₂O 与液态 SOCl₂ 混合加热制取无水 NiCl₂，其反应的化学方程式为

【化学实验专题训练(四)——物质制备型实验】答案

1、(1)平衡压强

(2)(反应放热)防止双氧水分解和氨水挥发



(4)9 或 10

(5)滴入最后一滴 KMnO_4 标准溶液，锥形瓶内溶液由无色变为浅紫红色，且在半分钟内不褪色

$$(6)\frac{0.18cV}{m} \times 100\% \text{ (合理即可)}$$

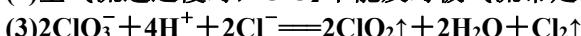


(7)加快反应速率 偏高

(8)可与水缓慢反应放出氧气；能吸收鱼苗呼出的 CO_2 气体；可杀菌防腐(任答两点即可)

2、(1)三颈烧瓶 防止倒吸 减少 H_2O_2 的分解；降低 NaClO_2 的溶解度；增加 ClO_2 的溶解度(任写两种)

(2)空气流速过慢时， ClO_2 不能及时被气流带走，浓度过高导致分解；空气流速过快时， ClO_2 不能被充分吸收



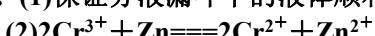
3、(1)使分液漏斗内的液体顺利流下 $2\text{MnO}_4^- + 16\text{H}^+ + 10\text{Cl}^- \rightarrow 2\text{Mn}^{2+} + 5\text{Cl}_2 \uparrow + 8\text{H}_2\text{O}$

(2)黄绿色气体 加快氯气与锡反应(其他合理答案均可) 使 SnCl_4 汽化，利于从混合物中分离出来(其他合理答案均可)



$$(4)\text{B } (5)\frac{38\%}{m} \quad 4\text{I}^- + \text{O}_2 + 4\text{H}^+ \rightarrow 2\text{I}_2 + 2\text{H}_2\text{O}$$

4、(1)保证分液漏斗中的液体顺利流下



(3)关闭 k_1 ，打开 k_2

(4)防止空气进入装置乙氧化二价铬

(5)bca

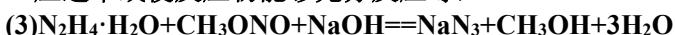
(6)73.4%

(7)混合气体通入澄清石灰水，变浑浊，说明混合气体中含有 CO_2 ；混合气体通过灼热的氧化铜，固体颜色由黑色变红色，说明混合气体中含有 CO



5、(1) $\text{H}:\text{N}:\text{N:H}$ 1 : 1

(2)使 CH_3ONO 气体与溶液充分接触(其他合理答案均可，如增大 CH_3ONO 蒸汽与反应液接触面积，加快反应速率或使反应物能够充分反应等)



(4)冷凝水从下口进上出是步了使冷水与甲醇蒸气的接触面积大，上下对流，接触时间长，提高冷凝效果

(5)甲醇的沸点为 64.7℃，而 NaN_3 在 40℃时分解，因此蒸馏甲醇时需要降低甲醇的沸点，采用减压蒸馏

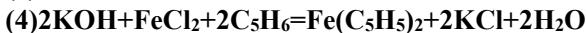
(6)BC

(7)97.00%

6、(1)球形冷凝管 冷凝回流有机物(或乙醚、环戊二烯和二甲亚砜)

(2)将装置中的空气排尽(或排尽、除去氧气)，防止(避免、不让)实验过程中 Fe^{2+} 被氧化

(3)② 乙醚或乙醚和二甲亚砜



(5)升华 四乙基铅反应后的产物会造成空气污染

(6)65%

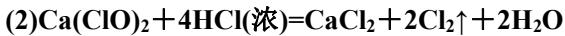
7、(1)①分液漏斗 HCl

②防止 Cl_2 与 KOH 反应生成 KClO_3 吸收多余的 Cl_2 ，防止污染空气



(3)79.2%

8、(1)蒸馏烧瓶



(3)吸滤瓶中液面下降，长颈漏斗中液面上升

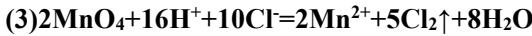
(4)碱石灰

(5)水浴加热

(6)8.96%

9、(1)球形冷凝管 a b

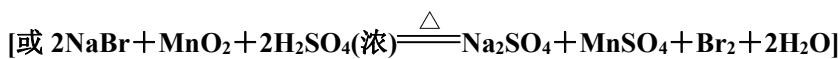
(2)缺少干燥氯气的装置 导致装置 C 中副产物 CCl_3COOH 、 $\text{C}_2\text{H}_5\text{Cl}$ 增多



(4)水浴

(5)防止液体倒吸 氢氧化钠溶液

(6)蒸馏

(7)分别测定 $0.1 \text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$ 两种酸溶液的 pH，三氯乙酸的 pH 较小，说明三氯乙酸酸性比乙酸的强10、(1)① Br_2 能腐蚀橡皮塞及橡皮管 冷凝溴蒸气

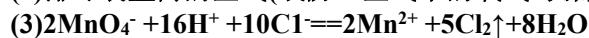
(2)①恒压滴液漏斗

③取少许最后一次洗涤液于试管中，滴入硝酸酸化的 AgNO_3 溶液，若无沉淀生成，则说明已洗涤干净

④90.6%

11、(1)蒸馏烧瓶

(2)排尽装置内的空气(或防止空气中的氧气与镍反应等合理答案)



(4)漏斗液面上方的气体呈黄绿色

(5)排尽装置中的 Cl_2 吸收未反应的 Cl_2 ，以免污染环境(6) $35.5(m_2-m_1)/59(m_3-m_2)$ 