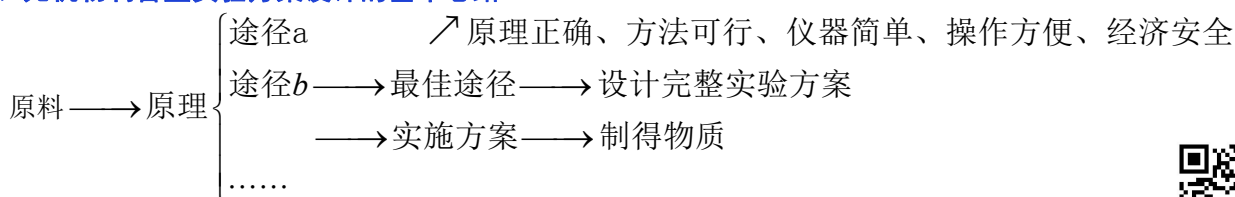


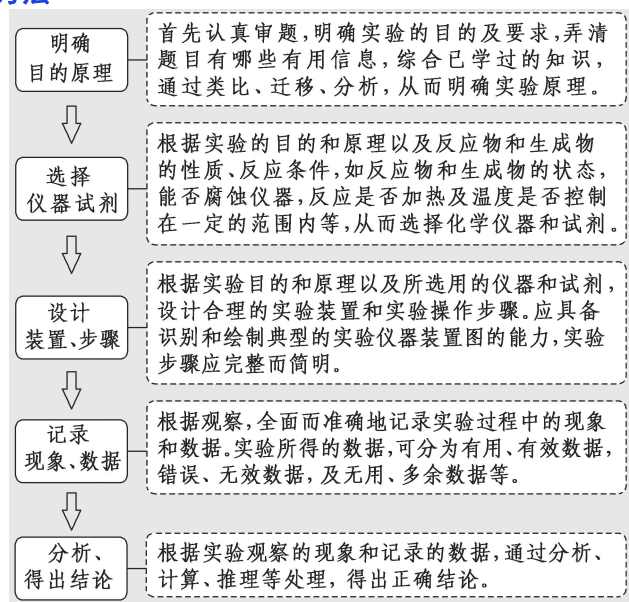
## 化学实验专题训练(三)

## ——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:



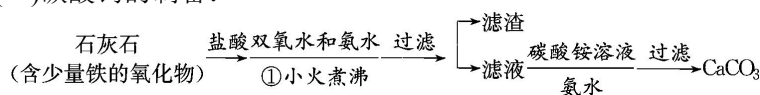
## 2、无机物制备综合实验的思维方法



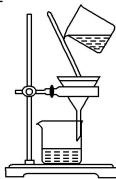
## 【课后作业】

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:



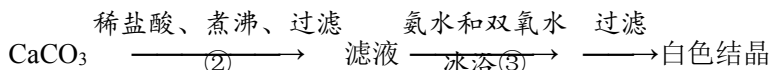
(1)步骤①加入氨水的目的是\_\_\_\_\_，小火煮沸的作用是使沉淀颗粒长大，有利于\_\_\_\_\_



(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



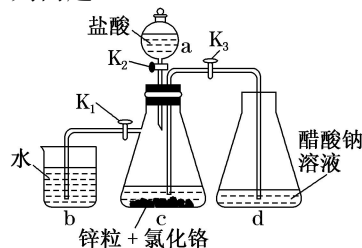
(3)步骤②的具体操作为逐滴加入稀盐酸,至溶液中尚存有少量固体,此时溶液呈\_\_\_\_\_性(填“酸”“碱”或“中”),将溶液煮沸,趁热过滤。将溶液煮沸的作用是\_\_\_\_\_

(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 $[(CH_3COO)_2Cr \cdot 2H_2O]$ 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  $K_1$ 、 $K_2$ ，关闭  $K_3$ 。
  - ①c 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  $K_3$ ，关闭  $K_1$  和  $K_2$ 。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\_\_\_\_\_

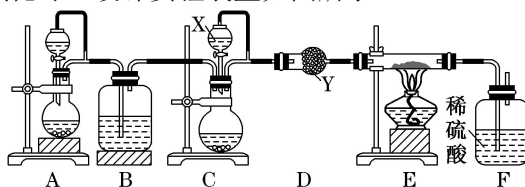
3、氮化镓(GaN)被称为第三代半导体材料，其应用已经取得了突破性的进展。

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  $Ni(OH)_2$ ，后分解为  $NiO$

(iii)制备氮化镓的反应为  $2Ga + 2NH_3 \xrightarrow{\Delta} 2GaN + 3H_2$  (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

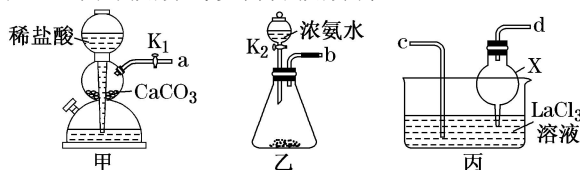


设计实验步骤如下：

- 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 $[La(OH)CO_3]$ 。

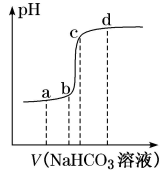
(1)化学兴趣小组利用下列装置在实验室中用碳酸氢铵制备碳酸镧。



- 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  $K_1$ 、 $K_2$  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)

③ $T^{\circ}\text{C}$ 时, 碳酸镧饱和溶液的浓度为  $1.0 \times 10^{-7} \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$ ,  $\text{HCO}_3^-$  的电离常数为  $6.0 \times 10^{-11}$ 。请计算反应  $2\text{LaCl}_3 + 3\text{NaHCO}_3 \rightleftharpoons \text{La}_2(\text{CO}_3)_3 \downarrow + 3\text{NaCl} + 3\text{HCl}$  的平衡常数  $K =$  \_\_\_\_\_



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  $\text{NH}_3\text{—NH}_4\text{Cl}$  缓冲溶液, 加入 0.2 g 紫脲酸铵混合指示剂, 用  $1.0 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$  EDTA( $\text{Na}_2\text{H}_2\text{Y}$ )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( $\text{LiAlH}_4$ )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):

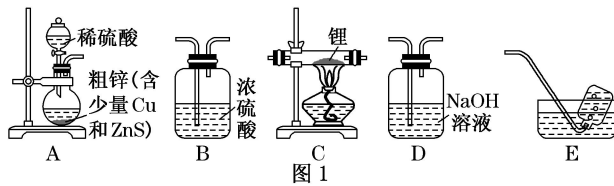


图 1

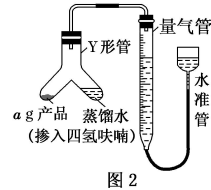


图 2

(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  $\text{LiAlH}_4$  晶体。

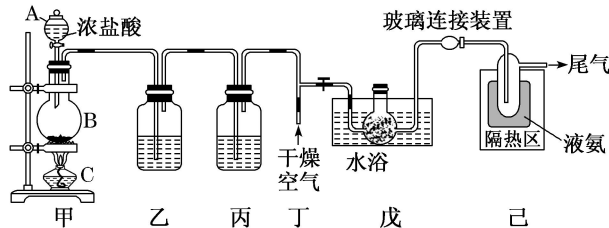
(4)写出氢化锂与无水三氯化铝反应的化学方程式: \_\_\_\_\_

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( $\text{Cl}_2\text{O}$ )是一种氯化剂和氧化剂, 极易溶于水, 与水反应生成  $\text{HClO}$ , 遇有机物易燃烧或爆炸。利用如图装置可制备  $\text{Cl}_2\text{O}$ 。回答下列问题:



已知  $\text{Cl}_2\text{O}$  的部分性质如表:

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

(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  $\text{Cl}_2$ , 写出该装置中制备  $\text{Cl}_2$  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  $\text{HgO}$  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 \_\_\_\_\_

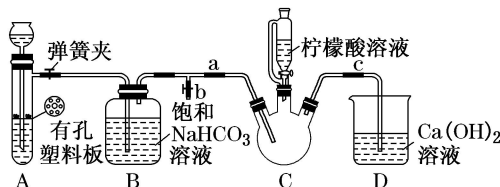
(6)氨的沸点为  $-33.4^{\circ}\text{C}$ , 熔点为  $-77.7^{\circ}\text{C}$ , 则装置己中收集到的产物为 \_\_\_\_\_ (填“固体”“液体”或“气体”)物质。

若实验开始前称量装置戊中的玻璃丝与  $\text{HgO}$  的混合物的质量为  $a \text{ g}$ , 实验结束后玻璃丝及其附着物的质量为  $b \text{ g}$ , 则制备的  $\text{Cl}_2\text{O}$  为 \_\_\_\_\_ mol

(7)尾气中的有毒气体成分是 \_\_\_\_\_, 可用 \_\_\_\_\_ 吸收除去

|  |                   |             |
|--|-------------------|-------------|
| 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 |

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  $0.20\text{ mol}$  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



⑥若产品的质量为 17.34 g, 则产率为 \_\_\_\_\_ %

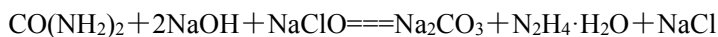
$\text{PCl}_3$ 、 $\text{POCl}_3$  的部分性质如下:

| 物质                | 熔点/℃ | 沸点/℃  | 其他  |
|-------------------|------|-------|---|
| PCl <sub>3</sub>  | -112 | 75.5  | 遇水生成 H <sub>3</sub> PO <sub>3</sub> 和 HCl |
| POCl <sub>3</sub> | 2    | 105.3 | 遇水生成 H <sub>3</sub> PO <sub>4</sub> 和 HCl |

[已知:  $\text{Ag}_3\text{PO}_4$  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( $\text{N}_2\text{H}_4\cdot\text{H}_2\text{O}$ ):



实验一：制备  $\text{NaClO}$  溶液(实验装置如图所示)

(1)配制 30%  $\text{NaOH}$  溶液时，所需的玻璃仪器除量筒外，还有\_\_\_\_\_

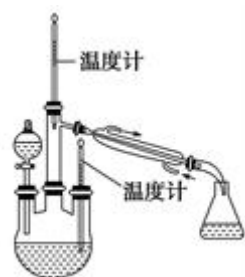
A. 容量瓶 B. 烧杯 C. 烧瓶 D. 玻璃棒

(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  $\text{NaOH}$  的浓度。请选用所提供的试剂，设计实验方案：\_\_\_\_\_

提供的试剂： $\text{H}_2\text{O}_2$  溶液、 $\text{FeCl}_2$  溶液、 $0.1000 \text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$  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  $108\sim 114^\circ\text{C}$  馏分 (已知： $\text{N}_2\text{H}_4\cdot\text{H}_2\text{O} + 2\text{NaClO} \rightleftharpoons \text{N}_2\uparrow + 3\text{H}_2\text{O} + 2\text{NaCl}$ )

(4)分液漏斗中的溶液是\_\_\_\_\_，选择的理由是\_\_\_\_\_

A.  $\text{CO}(\text{NH}_2)_2$  溶液 B.  $\text{NaOH}$  和  $\text{NaClO}$  混合溶液

实验三：测定馏分中水合肼的含量。

称取馏分  $5.000 \text{ g}$ ，加入适量  $\text{NaHCO}_3$  固体，加水配成  $250 \text{ mL}$  溶液，移取  $25.00 \text{ mL}$ ，用  $0.1000 \text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$  的  $\text{I}_2$  溶液滴定。滴定过程中，溶液的  $\text{pH}$  保持在  $6.5$  左右 (已知： $\text{N}_2\text{H}_4\cdot\text{H}_2\text{O} + 2\text{I}_2 \rightleftharpoons \text{N}_2\uparrow + 4\text{HI} + \text{H}_2\text{O}$ )

(5)滴定过程中， $\text{NaHCO}_3$  能控制溶液的  $\text{pH}$  在  $6.5$  左右，原因是\_\_\_\_\_

(6)实验测得消耗  $\text{I}_2$  溶液的平均值为  $18.00 \text{ mL}$ ，馏分中水合肼( $\text{N}_2\text{H}_4\cdot\text{H}_2\text{O}$ )的质量分数为\_\_\_\_\_

10、 $\text{S}_2\text{Cl}_2$  用作橡胶的低温硫化剂和粘结剂，由硫与限量氯气在  $50\sim 60^\circ\text{C}$  反应制得，进一步氯化可得  $\text{SCl}_2$ 、 $\text{S}_2\text{Cl}_2$ 、 $\text{SCl}_2$  的某些性质如下：

|                         | 水溶性          | 密度( $\text{g}/\text{cm}^3$ ) | 颜色  | 熔点                   | 沸点                  |
|-------------------------|--------------|------------------------------|-----|----------------------|---------------------|
| $\text{S}_2\text{Cl}_2$ | 空气中发烟雾，通水即分解 | 1.687                        | 金黄色 | $-76^\circ\text{C}$  | $138^\circ\text{C}$ |
| $\text{SCl}_2$          | 溶于水且剧烈反应     | 1.621                        | 樱桃红 | $-122^\circ\text{C}$ | $59^\circ\text{C}$  |

用如图所示装置制备  $\text{S}_2\text{Cl}_2$  回答下列问题：



(1)写出  $\text{S}_2\text{Cl}_2$  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  $\text{S}_2\text{Cl}_2$ ，需要对产品进行的操作是\_\_\_\_\_

(7)若将  $\text{S}_2\text{Cl}_2$  放入水中同时产生沉淀和气体，写出反应的方程式\_\_\_\_\_

11、无水  $\text{MgBr}_2$  可用作催化剂。实验室采用镁屑与液溴为原料制备无水  $\text{MgBr}_2$ ，装置如图 1，主要步骤如下：

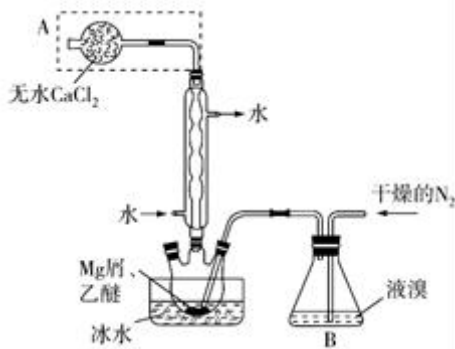


图 1

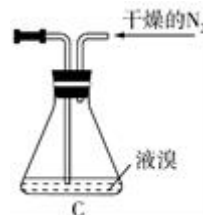


图 2

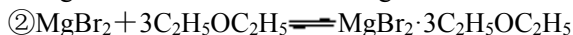
步骤 1：三颈瓶中装入 10 g 镁屑和 150 mL 无水乙醚；装置 B 中加入 15 mL 液溴

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  $0^\circ\text{C}$ ，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  $0^\circ\text{C}$ ，析出晶体，过滤，洗涤得三乙醚合溴化镁，加热至  $160^\circ\text{C}$  分解得无水  $\text{MgBr}_2$  产品

已知：①  $\text{Mg}$  与  $\text{Br}_2$  反应剧烈放热； $\text{MgBr}_2$  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  $\text{N}_2$ ，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  $0^\circ\text{C}$  的苯

C. 加热至  $160^\circ\text{C}$  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

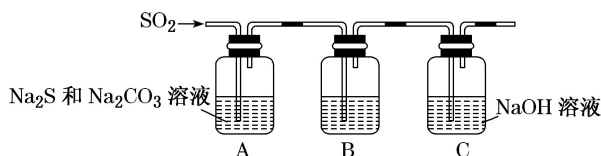
(5) 为测定产品的纯度，可用 EDTA(简称为  $\text{Y}^{4-}$ ) 标准溶液滴定，反应的离子方程式： $\text{Mg}^{2+} + \text{Y}^{4-} \rightleftharpoons \text{MgY}^{2-}$

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  $\text{MgBr}_2$  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  $\text{MgBr}_2$  产品的纯度是\_\_\_\_\_ (以质量分数表示)

12、硫化碱法是工业上制备  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$  的方法之一。某研究小组在实验室用硫化碱法制备  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ 。

(1) 利用吸硫装置 A 制取  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$



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  $\text{SO}_2$  的吸收效率，B 中试剂是\_\_\_\_\_，表明  $\text{SO}_2$  吸收效率低的实验现象是 B 中溶液\_\_\_\_\_

③ 为了使  $\text{SO}_2$  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  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$  的方法是\_\_\_\_\_、减压抽滤、洗涤干燥

(3) 实验制得的  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$  产品中可能含有  $\text{Na}_2\text{SO}_3$ 、 $\text{Na}_2\text{SO}_4$  等杂质。请设计实验检测  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$  产品中是否存在  $\text{Na}_2\text{SO}_4$  杂质，简要说明实验操作、现象和结论：\_\_\_\_\_

(4) ①  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  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  $a \text{ g}$   $\text{KIO}_3$  (相对分子质量为 214) 固体配成溶液；

第二步：加入过量  $\text{KI}$  固体和  $\text{H}_2\text{SO}_4$  溶液，滴加指示剂；

第三步：用  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  溶液滴定至终点，消耗  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  溶液的体积为  $V \text{ mL}$ 。

则  $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = \underline{\hspace{2cm}} \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$ 。(列出算式即可)

(已知： $\text{IO}_3^- + 5\text{I}^- + 6\text{H}^+ \rightleftharpoons 3\text{I}_2 + 3\text{H}_2\text{O}$ ， $2\text{S}_2\text{O}_3^{2-} + \text{I}_2 \rightleftharpoons \text{S}_4\text{O}_6^{2-} + 2\text{I}^-$ )

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  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  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)

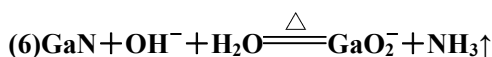
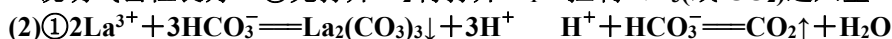
- (1)调节溶液 pH 使  $\text{Fe}(\text{OH})_3$  沉淀 过滤分离
- (2)ade
- (3)酸 除去溶液中的  $\text{CO}_2$
- (4) $\text{CaCl}_2 + 2\text{NH}_3 \cdot \text{H}_2\text{O} + \text{H}_2\text{O}_2 + 6\text{H}_2\text{O} = \text{CaO}_2 \cdot 8\text{H}_2\text{O} \downarrow + 2\text{NH}_4\text{Cl}$   
或  $\text{CaCl}_2 + 2\text{NH}_3 \cdot \text{H}_2\text{O} + \text{H}_2\text{O}_2 = \text{CaO}_2 \downarrow + 2\text{NH}_4\text{Cl} + 2\text{H}_2\text{O}$  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)① $\text{Zn} + 2\text{Cr}^{3+} = \text{Zn}^{2+} + 2\text{Cr}^{2+}$  ②排除 c 中空气
- (3)c 中产生  $\text{H}_2$  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  $\text{AgNO}_3$  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  $\text{K}_1$ , 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  $\text{K}_2$  再打开  $\text{K}_1$  控制  $\text{NH}_3$ (或  $\text{CO}_2$ ) 通入量②碳酸氢钠碱性相对较弱, 可防止生成碱式碳酸镧  $[\text{La}(\text{OH})\text{CO}_3]$ 

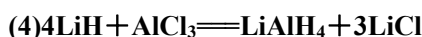
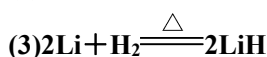
③200

④ $\text{La}^{3+}$  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

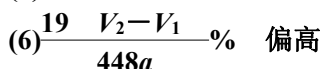
(3)91.6%

5、(1) $\text{D} \rightarrow \text{B} \rightarrow \text{C} \rightarrow \text{B} \rightarrow \text{E}$ 

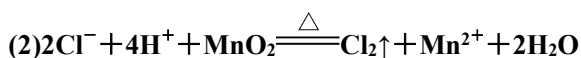
(2)打开装置 A 中分液漏斗的活塞, 一段时间后, 用小试管在装置 E 的水槽中收集气体并验纯



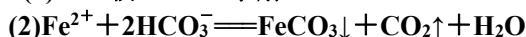
(5)倾斜 Y 形管, 将蒸馏水(掺入四氢呋喃)全部注入 a g 产品中 确保量气管内气体的压强与大气压强相等



## 6、(1)圆底烧瓶

(3)除去  $\text{Cl}_2$  中的  $\text{HCl}$  杂质 浓硫酸

(4)增大反应物接触面积, 提高反应速率

(5)防止  $\text{Cl}_2\text{O}$  与橡胶管接触发生燃烧或爆炸(6)液体  $\frac{b-a}{55}$ (7) $\text{Cl}_2$ 、 $\text{Cl}_2\text{O}$  碱液7、(1)Fe 防止  $\text{Fe}^{2+}$  水解

(3)①滴液漏斗

②C

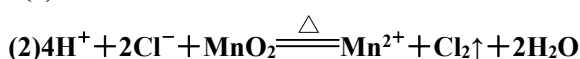
③D 中澄清石灰水变浑浊

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)①Cl<sub>2</sub> ②防止 PCl<sub>3</sub> 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

(2)Cl<sub>2</sub> + 2NaOH === NaClO + NaCl + H<sub>2</sub>O

(3)取一定量锥形瓶内的混合溶液, 加入适量的 H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> 溶液后, 滴加 2~3 滴酚酞试液, 用 0.100 0 mol·L<sup>-1</sup> 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)NaHCO<sub>3</sub> 会与滴定过程中产生的 HI 反应

(6)9%

10、(1):  $\ddot{\text{Cl}} : \ddot{\text{S}} : \ddot{\text{S}} : \ddot{\text{Cl}} :$

(2)直型冷凝管 增大反应接触面积

(3)水浴加热

(4)通 Cl<sub>2</sub> 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 Cl<sub>2</sub>

(6)分馏 (或蒸馏)

(7)2S<sub>2</sub>Cl<sub>2</sub> + 2H<sub>2</sub>O = SO<sub>2</sub>↑ + 3S↓ + 4HCl

11、(1)干燥管 防止镁屑与氧气反应, 生成的 MgO 阻碍 Mg 与 Br<sub>2</sub> 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)①2Na<sub>2</sub>S + Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> + 4SO<sub>2</sub> === 3Na<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>3</sub> + CO<sub>2</sub>

②品红、溴水或酸性 KMnO<sub>4</sub> 溶液 颜色很快褪去(其他合理答案也可)

③控制 SO<sub>2</sub> 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 Na<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>3</sub>·5H<sub>2</sub>O 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 BaCl<sub>2</sub> 溶液, 有白色沉淀产生, 则证明含 Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 杂质, 否则不含 Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>

$$(4) \textcircled{1} \frac{6\,000a}{214V} \left[ \text{或} \frac{3\,000a}{107V} \right]$$

②AB



## 化学实验专题训练(四)

## ——物质制备型实验

1、过氧化钙( $\text{CaO}_2$ )是水产养殖中广泛使用的一种化学试剂。 $\text{CaO}_2$ 微溶于水，可与水缓慢反应。实验室用如下方法制备  $\text{CaO}_2$  并测定其纯度。

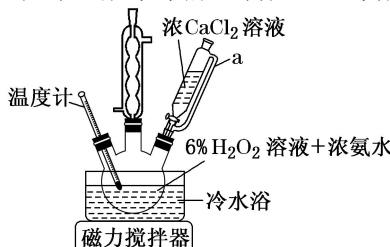
## I. 过氧化钙的制备

实验装置和步骤如下：

步骤 1：向盛有 6%  $\text{H}_2\text{O}_2$  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  $\text{CaCl}_2$  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      | $\text{NaH}_2\text{PO}_4$ | 62.0 |
| ②    | a       | 10     | $\text{NaH}_2\text{PO}_4$ | 50.3 |
| ③    | b       | c      | $\text{Na}_2\text{SiO}_3$ | 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  $m \text{ g}$ ，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  $\text{MnSO}_4$  溶液，然后用  $c \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$  的  $\text{KMnO}_4$  标准溶液滴定至终点( $\text{MnO}_4^-$  被还原为  $\text{Mn}^{2+}$ )，消耗  $\text{KMnO}_4$  标准溶液  $V \text{ mL}$

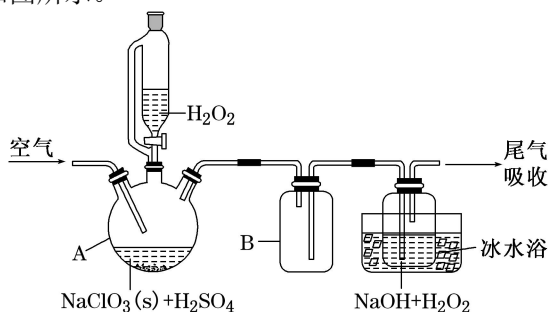
(5)滴定至终点的现象为\_\_\_\_\_

(6)计算样品中  $\text{CaO}_2$  的质量分数为\_\_\_\_\_ (用含  $m$ 、 $c$  和  $V$  的代数式表示)

(7)实验中加入  $\text{MnSO}_4$  溶液的作用是\_\_\_\_\_，若滴定管在使用前未用  $\text{KMnO}_4$  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、 $\text{ClO}_2$  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  $\text{NaClO}_2$  固体以便运输和贮存。过氧化氢法制备  $\text{NaClO}_2$  固体的实验装置如图所示。



已知： $2\text{NaClO}_3 + \text{H}_2\text{O}_2 + \text{H}_2\text{SO}_4 = 2\text{ClO}_2 \uparrow + \text{O}_2 \uparrow + \text{Na}_2\text{SO}_4 + 2\text{H}_2\text{O}$

$2\text{ClO}_2 + \text{H}_2\text{O}_2 + 2\text{NaOH} = 2\text{NaClO}_2 + \text{O}_2 \uparrow + 2\text{H}_2\text{O}$

$\text{ClO}_2$  熔点  $-59^\circ\text{C}$ 、沸点  $11^\circ\text{C}$ ； $\text{H}_2\text{O}_2$  沸点  $150^\circ\text{C}$ 。

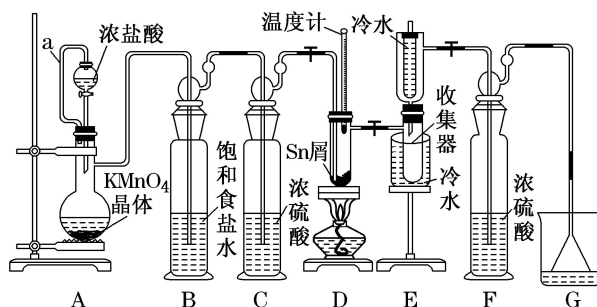
请回答：

(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  $\text{NaClO}_2$  产率，试解释其原因\_\_\_\_\_

(3) $\text{Cl}^-$  存在时会催化  $\text{ClO}_2$  的生成。反应开始时在三颈烧瓶中加入少量盐酸， $\text{ClO}_2$  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 $\text{H}_2\text{O}_2 + \text{Cl}_2 = 2\text{Cl}^- + \text{O}_2 + 2\text{H}^+$

3、无水四氯化锡( $\text{SnCl}_4$ )常用作有机合成的氯化催化剂。实验室可用熔融的锡(熔点  $231.9^\circ\text{C}$ )与  $\text{Cl}_2$  反应制备  $\text{SnCl}_4$ ，装置如图所示



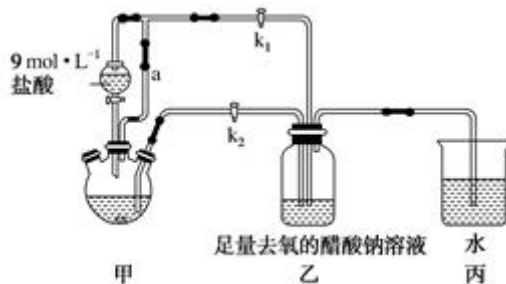
已知：① $\text{SnCl}_2$ 、 $\text{SnCl}_4$ 的有关物理性质如表

| 物质              | 颜色、状态 | 熔点/ $^\circ\text{C}$ | 沸点/ $^\circ\text{C}$ |
|-----------------|-------|----------------------|----------------------|
| $\text{SnCl}_2$ | 无色晶体  | 246                  | 623                  |
| $\text{SnCl}_4$ | 无色液体  | -33                  | 114                  |

② $\text{SnCl}_4$ 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：

- 导管 a 的作用是\_\_\_\_\_，装置 A 中发生反应的离子方程式为\_\_\_\_\_
- 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\_\_\_\_\_、\_\_\_\_\_
- 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\_\_\_\_\_
- 若制得的产品中含有少量  $\text{Cl}_2$ ，则可采用下列\_\_\_\_\_ (填字母)措施除去
  - 加入  $\text{NaOH}$  溶液萃取分液
  - 加入足量锡再加热蒸馏
  - 加入碘化钾溶液冷凝过滤
  - 加入饱和食盐水萃取
- 可用碘量法测定最后产品的纯度，发生反应： $\text{Sn}^{2+} + \text{I}_2 = \text{Sn}^{4+} + 2\text{I}^-$ 。准确称取该样品  $m \text{ g}$  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  $20.00 \text{ mL}$ ，则产品中  $\text{SnCl}_2$  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  $\text{SnCl}_4$  含量仍高于实际含量，其原因可能是\_\_\_\_\_ (用离子方程式表示)
- 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：

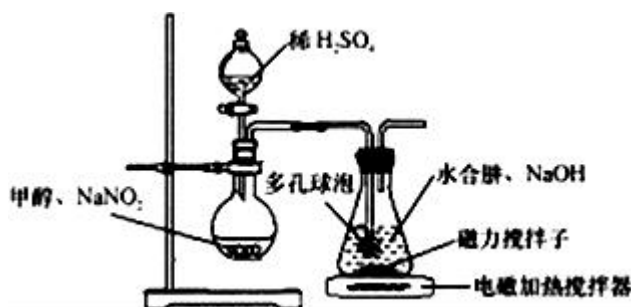


- ①检查装置气密性，往三颈烧瓶中依次加入过量锌粉、适量  $\text{CrCl}_3$  溶液
- ②关闭  $k_2$  打开  $k_1$ ，旋开分液漏斗的旋塞并控制好滴速
- ③待三颈烧瓶内的溶液由深绿色( $\text{Cr}^{3+}$ )变为亮蓝色( $\text{Cr}^{2+}$ )时，把溶液转移到装置乙中，当出现大量红棕色晶体时，关闭分液漏斗的旋塞
- ④将装置乙中混合物快速过滤、洗涤和干燥，称量得到  $2.76 \text{ g} [\text{Cr}(\text{CH}_3\text{COO})_2]_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$
- (1)装置甲中连通管 a 的作用是\_\_\_\_\_
- (2)三颈烧瓶中的  $\text{Zn}$  除了与盐酸生成  $\text{H}_2$  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\_\_\_\_\_
  - 乙醚
  - 去氧冷的蒸馏水
  - 无水乙醇
- (6)若实验所取用的  $\text{CrCl}_3$  溶液中含溶质  $3.17 \text{ g}$ ，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  $\text{CO}$  和  $\text{CO}_2$  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( $\text{NaN}_3$ )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  $\text{NaN}_3$ : 水合肼( $\text{N}_2\text{H}_4\cdot\text{H}_2\text{O}$ ) 与亚硝酸甲酯( $\text{CH}_3\text{ONO}$ )在氢氧化钠存在下制备  $\text{NaN}_3$ , 其反应装置如图所示:



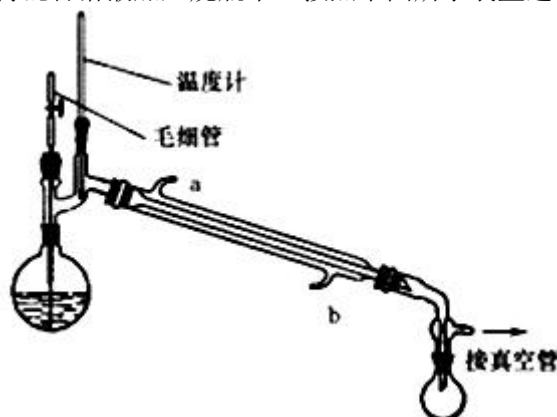
已知:  $2\text{CH}_3\text{OH}+2\text{NaNO}_2+\text{H}_2\text{SO}_4\rightarrow 2\text{CH}_3\text{ONO}+\text{Na}_2\text{SO}_4+2\text{H}_2\text{O}$ ;  $\text{NaN}_3$  无色无味, 微溶于醇、溶于水

(1) $\text{N}_2\text{H}_4$  的电子式为\_\_\_\_\_ ;  $\text{NaN}_3$  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  $30^\circ\text{C}$  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                   | $\text{CH}_3\text{OH}$ | $\text{N}_2\text{H}_4$ | $\text{NaN}_3$ |
|----------------------|------------------------|------------------------|----------------|
| 沸点/ $^\circ\text{C}$ | 64.7                   | 113.5                  | 300            |

$\text{NaN}_3$  在  $40^\circ\text{C}$  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  $\text{NaN}_3$  湿品; 再用去离子水重结晶得  $\text{NaN}_3$  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  $\text{KMnO}_4$  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  $\text{I}_2$ , 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\_\_\_\_\_

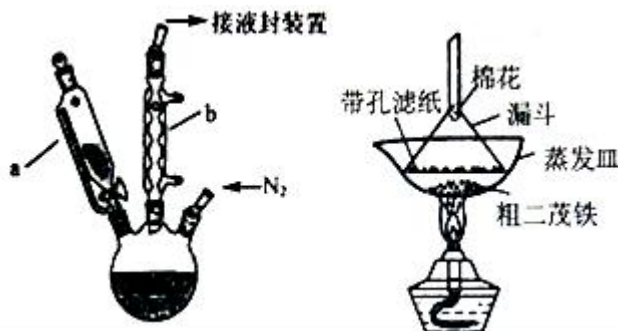
已知: ①产品中杂质不参与反应

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

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

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

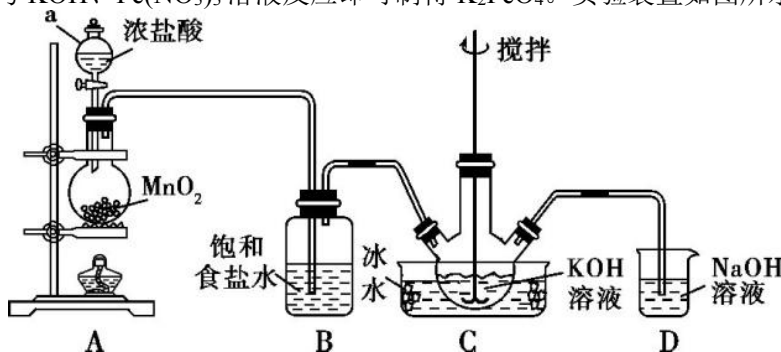
6、二茂铁是一种具有芳香族性质的有机过渡金属化合物。二茂铁熔点是  $173^{\circ}\text{C}$ ，在  $100^{\circ}\text{C}$  时开始升华，沸点是  $249^{\circ}\text{C}$ ，不溶于水，易溶于苯、乙醚、汽油、柴油等有机溶剂；化学性质稳定， $400^{\circ}\text{C}$  以内不分解。实验室制备二茂铁装置示意图如下图，实验步骤为：



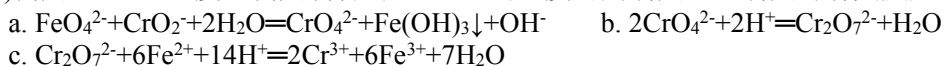
- ①在三颈烧瓶中加入 25g 粉末状的 KOH，并从仪器 a 中加入 60mL 无水乙醚到三颈烧瓶中，充分搅拌，同时通氮气约 10min
- ②再从仪器 a 滴入 5.5 mL 新蒸馏的环戊二烯( $\text{C}_5\text{H}_6$ 、密度  $0.95\text{g}/\text{cm}^3$ )，搅拌
- ③将 6.5g 无水  $\text{FeCl}_2$  与  $(\text{CH}_3)_2\text{SO}$  (二甲亚砜，作溶剂) 配成的溶液 25ml 装入仪器 a 中，慢慢滴入三颈烧瓶中，45min 滴完，继续搅拌 45min
- ④再从仪器 a 加入 25mL 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) $\text{KOH}$ 、 $\text{FeCl}_2$ 、 $\text{C}_5\text{H}_6$  反应生成二茂铁 $[\text{Fe}(\text{C}_5\text{H}_5)_2]$ 和  $\text{KCl}$  的化学方程式为\_\_\_\_\_
  - (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，其中一个重要的原因是\_\_\_\_\_
  - (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( $\text{K}_2\text{FeO}_4$ )为紫黑色粉末，是一种新型高效消毒剂。 $\text{K}_2\text{FeO}_4$  易溶于水，微溶于浓  $\text{KOH}$  溶液，在  $0^{\circ}\text{C} \sim 5^{\circ}\text{C}$  的强碱性溶液中较稳定。一般制备方法是先用  $\text{Cl}_2$  与  $\text{KOH}$  溶液在  $20^{\circ}\text{C}$  以下反应生成  $\text{KClO}$  (在较高温度下则生成  $\text{KClO}_3$ )， $\text{KClO}$  再与  $\text{KOH}$ 、 $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3$  溶液反应即可制得  $\text{K}_2\text{FeO}_4$ 。实验装置如图所示。回答下列问题：



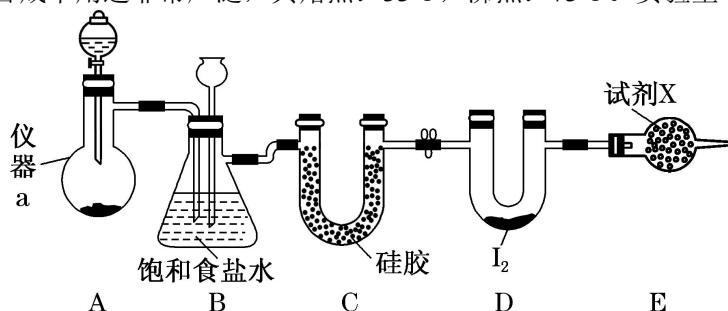
- (1)制备  $\text{KClO}$ 
  - ①仪器 a 的名称是\_\_\_\_\_；装置 B 吸收的气体是\_\_\_\_\_
  - ②装置 C 中三颈烧瓶置于冰水浴中的目的是\_\_\_\_\_；装置 D 的作用是\_\_\_\_\_
- (2)制备  $\text{K}_2\text{FeO}_4$ 
  - ①装置 C 中得到足量  $\text{KClO}$  后，将三颈烧瓶上的导管取下，加入  $\text{KOH}$  溶液、 $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3$  溶液，水浴控制反应温度，搅拌，当溶液变为紫红色，该反应的离子方程式为\_\_\_\_\_
  - ②向装置 C 中加入饱和\_\_\_\_\_溶液，析出紫黑色晶体，过滤
- (3)测定  $\text{K}_2\text{FeO}_4$  纯度：测定制备的  $\text{K}_2\text{FeO}_4$  的纯度可用滴定法，滴定时有关反应的离子方程式为：



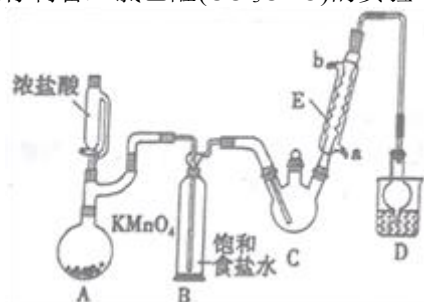
称取 2.0 g 制备的  $\text{K}_2\text{FeO}_4$  样品溶于适量  $\text{KOH}$  溶液中，加入足量的  $\text{KCrO}_2$ ，充分反应后过滤，滤液在 250 mL 容量瓶中定容。取 25.00 mL 加入稀硫酸酸化，用  $0.10\text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$  的  $(\text{NH}_4)_2\text{Fe}(\text{SO}_4)_2$  标准溶液滴定至终点，重复操作 2 次，平均消耗  $(\text{NH}_4)_2\text{Fe}(\text{SO}_4)_2$  溶液的体积为 24.00 mL，则该  $\text{K}_2\text{FeO}_4$  样品的纯度为\_\_\_\_\_



8、三氯化碘( $\text{ICl}_3$ )在药物合成中用途非常广泛，其熔点： $33^\circ\text{C}$ ，沸点： $73^\circ\text{C}$ 。实验室可用如图装置制取  $\text{ICl}_3$ 。



- (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  $70^\circ\text{C}$  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  $\text{I}_2\text{O}_5$  的干燥管， $170^\circ\text{C}$  下充分反应，用水—乙醇混合液充分溶解产物  $\text{I}_2$ ，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  $\text{I}_2\text{O}_5$  不反应； $2\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 + \text{I}_2 = 2\text{NaI} + \text{Na}_2\text{S}_4\text{O}_6$ )
- 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( $\text{CCl}_3\text{CHO}$ )的实验



查阅资料，有关信息如下：

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

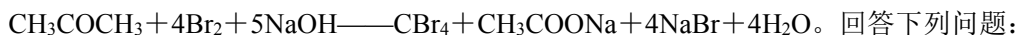
可能发生的副反应： $\text{C}_2\text{H}_5\text{OH} + \text{HCl} \rightarrow \text{C}_2\text{H}_5\text{Cl} + \text{H}_2\text{O}$ 、 $\text{CCl}_3\text{CHO} + \text{HClO} \rightarrow \text{CCl}_3\text{COOH}$ (三氯乙酸)+HCl

②相关物质的相对分子质量及部分物理性质：

|                      | $\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$ | $\text{CCl}_3\text{CHO}$ | $\text{CCl}_3\text{COOH}$ | $\text{C}_2\text{H}_5\text{Cl}$ |
|----------------------|---------------------------------|--------------------------|---------------------------|---------------------------------|
| 相对分子质量               | 46                              | 147.5                    | 163.5                     | 64.5                            |
| 熔点/ $^\circ\text{C}$ | -114.1                          | -57.5                    | 58                        | -138.7                          |
| 沸点/ $^\circ\text{C}$ | 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                      |

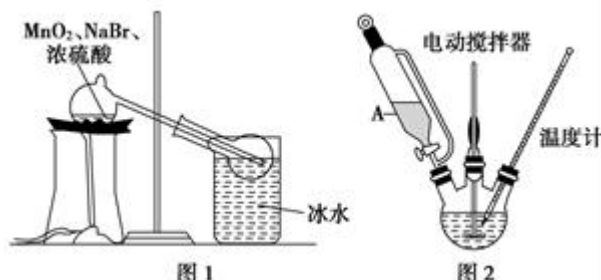
- (1)仪器 E 的名称是\_\_\_\_\_，冷凝水的流向是\_\_\_\_\_进\_\_\_\_\_出(填“a”或“b”)
- (2)该设计流程中存在一处缺陷，该缺陷是\_\_\_\_\_，引起的后果是\_\_\_\_\_
- (3)仪器 A 中发生反应的离子方程式为\_\_\_\_\_
- (4)该装置 C 可采用\_\_\_\_\_，加热的方法以控制反应温度在  $70^\circ\text{C}$  左右
- (5)装置 D 干燥管的作用为\_\_\_\_\_，装置 D 烧杯中的试剂是\_\_\_\_\_
- (6)反应结束后，从 C 中的混合物中分离出  $\text{CCl}_3\text{COOH}$  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  $94\sim 95\text{ }^{\circ}\text{C}$ ，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  $\text{Br}_2$

(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  $\text{Br}_2$  的化学方程式为\_\_\_\_\_

II、制取  $\text{CBr}_4$

(2)乙组同学拟利用甲组同学制得的液溴与  $\text{CH}_3\text{COCH}_3$ (沸点  $56.5\text{ }^{\circ}\text{C}$ )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  $11.4\text{ g NaOH}$  和  $46\text{ mL}$  水，搅拌。

步骤 2：冰水浴冷却至  $2\text{ }^{\circ}\text{C}$  时，开始不断滴加液溴  $20\text{ g}$ ，滴加完毕后在  $5\text{ }^{\circ}\text{C}$  下保持  $20\text{ min}$ 。

步骤 3：加入少量相转移试剂，在不断搅拌下滴入  $1.6\text{ g}$  丙酮，维持温度在  $5\sim 10\text{ }^{\circ}\text{C}$ ，连续搅拌  $4\text{ h}$ 。

步骤 4：过滤、冷水洗涤、减压烘干，得产品  $8.3\text{ g}$ 。

①图 2 中仪器 A 的名称为\_\_\_\_\_

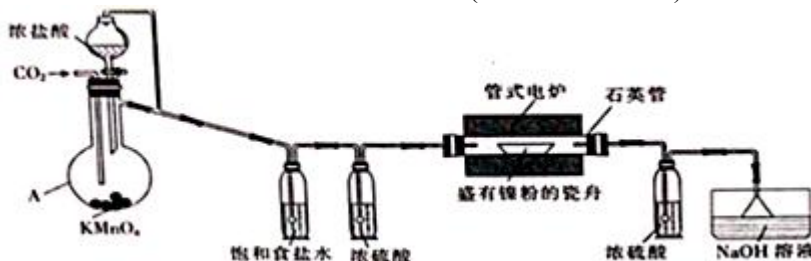
②步骤 2 滴入  $\text{Br}_2$  之前，冷却至  $2\text{ }^{\circ}\text{C}$  的目的是\_\_\_\_\_

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、 $\text{NiCl}_2$  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  $\text{NiCl}_2$



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  $\text{CO}_2$

II、约  $20\text{ min}$  后，停止通入  $\text{CO}_2$ ，改为通入  $\text{Cl}_2$  并使装置中充满  $\text{Cl}_2$

III、将电炉升温至  $750\text{ }^{\circ}\text{C}$ ，在氯气流中加热约  $1\text{ h}$

IV、在氯气流中冷却至室温后，再继续通入  $\text{CO}_2$  约  $10\text{ min}$

回答下列问题：

(1)仪器 A 的名称为\_\_\_\_\_

(2)步骤 I 中通入  $\text{CO}_2$  的目的是\_\_\_\_\_

(3)A 中生成  $\text{Cl}_2$  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  $\text{CO}_2$  的目的是\_\_\_\_\_，水槽中  $\text{NaOH}$  溶液的作用是\_\_\_\_\_

(6)反应前石英管及瓷舟的总质量为  $m_1$ 、放入镍粉后石英管及瓷舟的总质量为  $m_2$ ，氧化反应后石英管及瓷舟的总质量为  $m_3$ ，则产品中  $n(\text{Ni})/n(\text{Cl})=_____$  (填计算表达式)

(7)实验室也可用  $\text{NiCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  与液态  $\text{SOCl}_2$  混合加热制取无水  $\text{NiCl}_2$ ，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

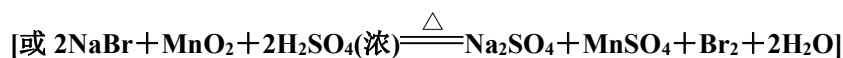
- 1、(1)平衡压强  
 (2)(反应放热)防止双氧水分解和氨水挥发  
 (3) $\text{CaCl}_2 + \text{H}_2\text{O}_2 + 2\text{NH}_3 \cdot \text{H}_2\text{O} + 6\text{H}_2\text{O} = \text{CaO}_2 \cdot 8\text{H}_2\text{O} \downarrow + 2\text{NH}_4\text{Cl}$   
 (4)9 或 10  
 (5)滴入最后一滴  $\text{KMnO}_4$  标准溶液, 锥形瓶内溶液由无色变为浅紫红色, 且在半分钟内不褪色  
 (6) $\frac{0.18cV}{m} \times 100\%$  (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  $\text{CO}_2$  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  $\text{H}_2\text{O}_2$  的分解; 降低  $\text{NaClO}_2$  的溶解度; 增加  $\text{ClO}_2$  的溶解度(任写两种)  
 (2)空气流速过慢时,  $\text{ClO}_2$  不能及时被气流带走, 浓度过高导致分解; 空气流速过快时,  $\text{ClO}_2$  不能被充分吸收  
 (3) $2\text{ClO}_3^- + 4\text{H}^+ + 2\text{Cl}^- = 2\text{ClO}_2 \uparrow + 2\text{H}_2\text{O} + \text{Cl}_2 \uparrow$
- 3、(1)使分液漏斗内的液体顺利流下  $2\text{MnO}_4^- + 16\text{H}^+ + 10\text{Cl}^- = 2\text{Mn}^{2+} + 5\text{Cl}_2 \uparrow + 8\text{H}_2\text{O}$   
 (2)黄绿色气体 加快氯气与锡反应(其他合理答案均可) 使  $\text{SnCl}_4$  汽化, 利于从混合物中分离出来(其他合理答案均可)  
 (3) $\text{SnCl}_4 + (x+2)\text{H}_2\text{O} = \text{SnO}_2 \cdot x\text{H}_2\text{O} + 4\text{HCl}$   
 (4)B (5) $\frac{38}{m}\%$   $4\text{I}^- + \text{O}_2 + 4\text{H}^+ = 2\text{I}_2 + 2\text{H}_2\text{O}$
- 4、(1)保证分液漏斗中的液体顺利流下  
 (2) $2\text{Cr}^{3+} + \text{Zn} = 2\text{Cr}^{2+} + \text{Zn}^{2+}$   
 (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  $\text{CO}_2$ ; 混合气体通过灼热的氧化铜, 固体颜色由黑色变红色, 说明混合体中含有  $\text{CO}$
- 5、(1) $\begin{array}{c} \text{H} \quad \text{H} \\ \vdots \quad \vdots \\ \text{H} : \text{N} : \text{N} : \text{H} \\ \vdots \quad \vdots \end{array} \quad 1:1$   
 (2)使  $\text{CH}_3\text{ONO}$  气体与溶液充分接触 (其他合理答案均可, 如增大  $\text{CH}_3\text{ONO}$  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)  
 (3) $\text{N}_2\text{H}_4 \cdot \text{H}_2\text{O} + \text{CH}_3\text{ONO} + \text{NaOH} = \text{NaN}_3 + \text{CH}_3\text{OH} + 3\text{H}_2\text{O}$   
 (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  $64.7^\circ\text{C}$ , 而  $\text{NaN}_3$  在  $40^\circ\text{C}$  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、环戊二烯和二甲亚砆)  
 (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  $\text{Fe}^{2+}$  被氧化  
 (3)② 乙醚或乙醚和二甲亚砆  
 (4) $2\text{KOH} + \text{FeCl}_2 + 2\text{C}_5\text{H}_6 = \text{Fe}(\text{C}_5\text{H}_5)_2 + 2\text{KCl} + 2\text{H}_2\text{O}$   
 (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  $\text{HCl}$   
 ②防止  $\text{Cl}_2$  与  $\text{KOH}$  反应生成  $\text{KClO}_3$  吸收多余的  $\text{Cl}_2$ , 防止污染空气  
 (2)① $3\text{ClO}^- + 2\text{Fe}^{3+} + 10\text{OH}^- = 2\text{FeO}_4^{2-} + 3\text{Cl}^- + 5\text{H}_2\text{O}$  ② $\text{KOH}$   
 (3)79.2%
- 8、(1)蒸馏烧瓶  
 (2) $\text{Ca}(\text{ClO})_2 + 4\text{HCl}(\text{浓}) = \text{CaCl}_2 + 2\text{Cl}_2 \uparrow + 2\text{H}_2\text{O}$   
 (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  $\text{CCl}_3\text{COOH}$ 、 $\text{C}_2\text{H}_5\text{Cl}$  增多  
 (3) $2\text{MnO}_4^- + 16\text{H}^+ + 10\text{Cl}^- = 2\text{Mn}^{2+} + 5\text{Cl}_2 \uparrow + 8\text{H}_2\text{O}$



(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 $\text{Br}_2$  能腐蚀橡皮塞及橡皮管 冷凝溴蒸气

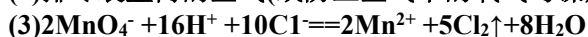
(2)①恒压滴液漏斗

②防止液溴挥发  $\text{Br}_2 + 2\text{OH}^- \rightleftharpoons \text{BrO}^- + \text{Br}^- + \text{H}_2\text{O}$ ③取少许最后一次洗涤液于试管中, 滴入硝酸酸化的  $\text{AgNO}_3$  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  $\text{Cl}_2$  吸收未反应的  $\text{Cl}_2$ , 以免污染环境(6) $35.5(m_2 - m_1)/59(m_3 - m_2)$ 