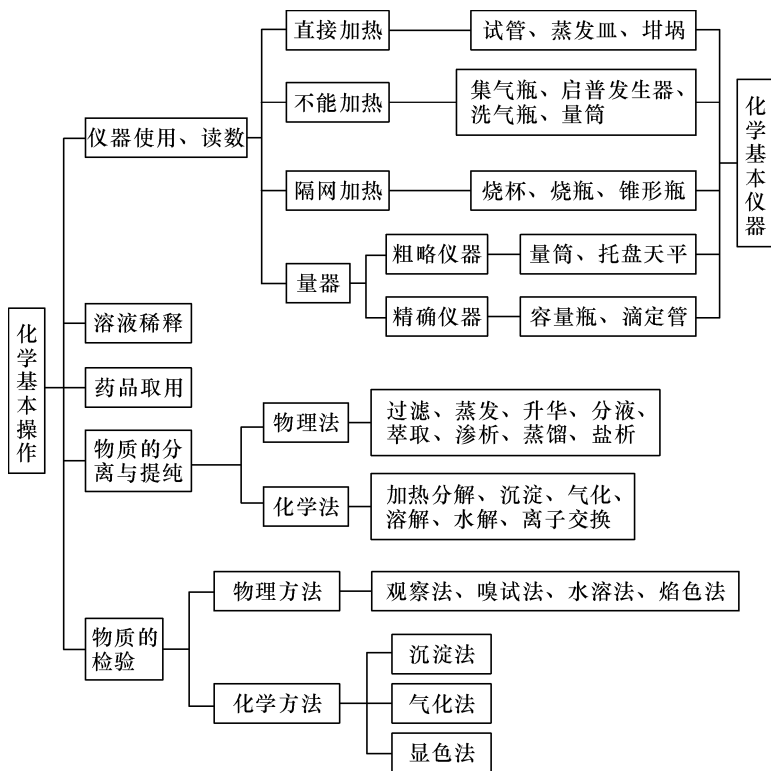


# 第 4 单元 化学实验

## 专题十三 化学实验基础

### 知识网络



### 专题探究

#### 一、命题趋势

高考对本部分的考查仍将以实验仪器的选择、基本操作的正确与否,以及以元素及其化合物的性质为载体,设计实验来探究物质的组成及含量的测定为主,题型仍将以选择题和非选择题为主。预计以中学化学所涉及的重要物质为载体,突出表现化学实验操作的规范性,运用实验现象对物质性质的探究,运用实验数据对物质含量的测定等的命题趋势较大,应予以高度重视。

#### 二、考情分析

近三年全国卷 I 化学实验基础考查内容统计

年份	题号	涉及知识点	赋分
2017	8	物质的分离提纯;实验操作	6
2018	9	物质的分离提纯;实验操作	6

年份	题号	涉及知识点	赋分
2019	9 27(2)	物质的分离提纯;实验操作	10

#### 三、备考建议

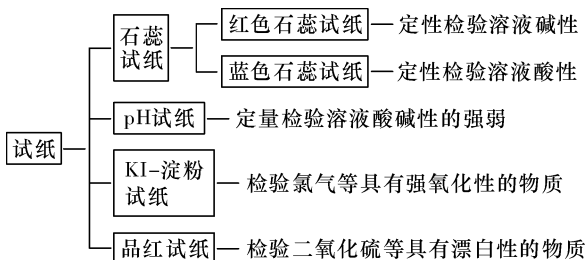
1. 回归教材,拓展教材实验广度,挖掘教材实验深度。
2. 选择典例,启思思维,形成方法。选择一些典型的实验习题进行训练,提高分析问题和解决问题的能力,进而提高实验学习和实验复习的效果。
3. 细化考点,品味细则,训练规范。有目的地进行规范答题习惯的培养(包括实验操作描述、实验现象描述、仪器或装置作用的描述、仪器规格及有效数字的处理、试剂名称的准确描述等),在循序渐进的演练中形成良好的答题习惯。

## 探究一 化学实验重要仪器、药品保存和基本操作

### 一、知识归纳

#### 1. 化学实验仪器

##### (1) 试纸的种类及用途



##### (2) 试纸的使用方法

① 检验液体：取一小块试纸放在\_\_\_\_\_上，用玻璃棒蘸取待测液，点在试纸中部，观察试纸颜色变化，在测溶液的pH时，注意待颜色稳定后与标准比色卡对照、读数。

② 检验气体：一般先\_\_\_\_\_，再粘在玻璃棒一端，并使其接近试管口，观察颜色变化。

★ 常见计量仪器的测量精确度及使用时的注意事项

##### ① 中学化学实验仪器中的几个“0”

a. 滴定管的“0”刻度在其上部(但不是最上部)，在量取液体的体积时，液面要在“0”刻度或“0”刻度以下。

b. 托盘天平的“0”刻度在标尺的最左边，天平在使用时要调“0”，使用后要回“0”。

c. 量筒、容量瓶没有“0”刻度，但标有使用温度20℃；温度计的“0”刻度在中下部，有负刻度。

d. 实验记录中的一切非“0”数字都是有效数字。

##### ② 实验仪器使用中的几个“数据”

a. 托盘天平的精确度为0.1 g，量筒的精确度为0.1 mL，滴定管、移液管的精确度为0.01 mL。

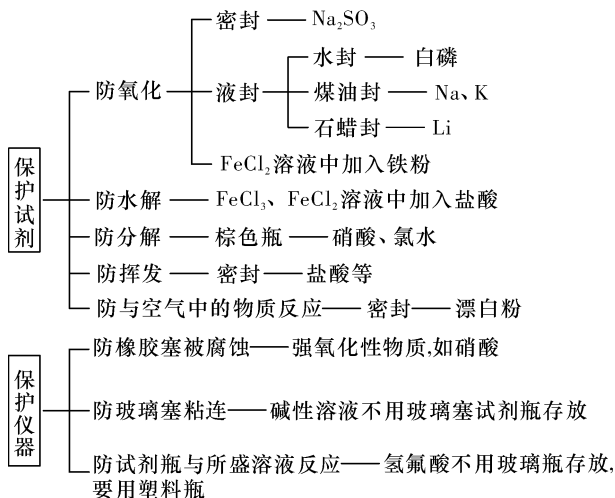
b. 酒精灯内酒精容量不超过 $\frac{2}{3}$ ，不少于 $\frac{1}{3}$ 。

c. 蒸发皿在加热液体时，盛液体量不超过其容积的 $\frac{2}{3}$ ；烧杯、烧瓶加热时盛液体量应在 $\frac{1}{3} \sim \frac{2}{3}$ 之间。

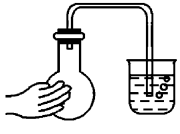
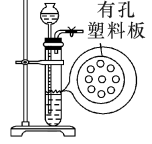
d. 试管在加热时，所盛液体量不能超过试管容积的 $\frac{1}{3}$ ，且要与桌面成45°角。试管夹应夹持在离管口 $\frac{1}{3}$ 处。

e. 在测定晶体中结晶水含量时，为保证加热过程中结晶水全部失去，实验中需加热、称量、再加热、再称量，直到最后两次称量值之差不超过0.1 g。

#### 2. 化学试剂的保存



#### 3. 装置气密性的检查

方法	微热法	液差法	外压法
图例			
具体操作	塞紧橡胶塞，将导气管末端伸入盛水的烧杯中，用手捂热(或用酒精灯微热)烧瓶	塞紧橡胶塞，用止水夹夹住导气管的橡皮管部分，从长颈漏斗向试管中注水	塞紧橡胶塞，打开止水夹推动或拉动注射器
现象说明	烧杯中有气泡产生，停止微热，冷却后导气管末端形成一段水柱，且保持一段时间不下降	停止加水后，长颈漏斗中的液面高于试管中的液面，且_____	推动注射器之后，导管中出现一段液柱，且液面差不改变；拉动注射器，试管中产生气泡

#### 4. 洗涤沉淀的方法

向过滤器中加入蒸馏水至刚好浸没沉淀，使水自然滤出，反复数次。洗涤时不能在过滤器中搅拌，以免将滤纸戳破。

#### 5. 化学实验中的几个标志

(1) 玻璃仪器洗净的标志：玻璃仪器内壁附着的水既不聚成水滴也不成股流下，而是均匀附着。

(2) 沉淀完全的标志：静置后，取适量上层清液于试管中，继续滴加沉淀剂，无沉淀生成。

(3) 沉淀洗净的标志：\_\_\_\_\_。

## 二、典题导法

**例 1** (2019·天津卷)下列实验操作或装置能达到目的的是 ( )

目的是 ( )

A	B	C	D
混合浓硫酸和乙醇	配制一定浓度的溶液	收集 NO <sub>2</sub> 气体	证明乙炔可使溴水褪色

**【名师点睛】** 本题考查实验装置和基本操作,易错项为 D,学生易忽略实验室用电石制得的乙炔中的 H<sub>2</sub>S 等还原性杂质也能使溴水褪色。

## 探究二 气体的制备

### 一、知识归纳

#### 1. 气体制备的基本步骤和尾气处理的常见方法

##### (1) 气体制备的基本步骤

实验操作顺序一般包括下列几部分:连接仪器→检查气密性→装药品→先通气体排出装置中空气→开始反应→防倒吸、防氧化措施→仪器拆卸等。对环境有害的气体,在实验中必须\_\_\_\_\_。

##### (2) 尾气处理的常见方法

分析、选择尾气吸收方法的依据是:使有害气体反应掉,同时不能再产生有害气体。主要方法有:①可燃性气体可采用“火封法”(即通过点燃使其燃烧掉,如 CO、CH<sub>4</sub>、C<sub>2</sub>H<sub>4</sub>、C<sub>2</sub>H<sub>2</sub> 等气体);②水溶性大的气体可采用“\_\_\_\_\_法”(即将该气体通入水中,如 HCl、NH<sub>3</sub> 等气体);③酸性气体可采用“碱封法”(即用碱液吸收该气体,如 SO<sub>2</sub>、Cl<sub>2</sub> 等气体);④H<sub>2</sub>S 气体可用 CuSO<sub>4</sub> 溶液吸收等。

#### 2. 气体的收集方法

有关集气装置问题,要弄清使用装置的原理:

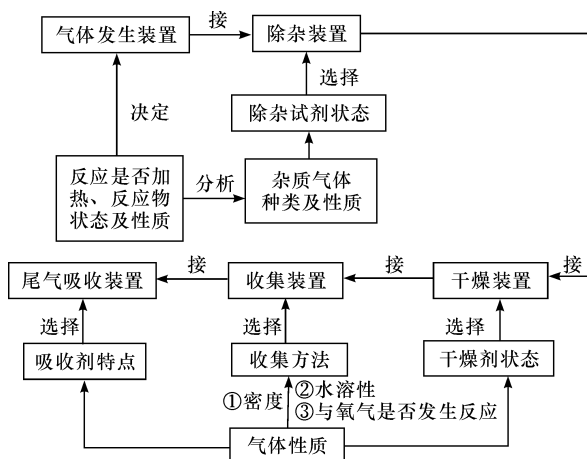
##### (1) 难、微溶于水的用排水集气法;

(2) 密度大于空气的用向上排空气法,密度小于空气的用向下排空气法,要注意密度与空气接近的(如\_\_\_\_\_等)或易与空气中 O<sub>2</sub> 反应的(如\_\_\_\_\_等)不宜用排空气法;

##### (3) 有毒气体一定要注意带尾气处理装置。

必要时,如 NO、N<sub>2</sub>、CO 等用气袋、球胆之类密封收集。

## 二、有关气体制备实验装置的解题思路



## 三、典题导法

**例 2** (2019·全国卷Ⅲ)下列实验不能达到目的的是 ( )

选项	目的	实验
A	制取较高浓度的次氯酸溶液	将 Cl <sub>2</sub> 通入碳酸钠溶液中
B	加快氧气的生成速率	在过氧化氢溶液中加入少量 MnO <sub>2</sub>
C	除去乙酸乙酯中的少量乙酸	加入饱和碳酸钠溶液洗涤、分液
D	制备少量二氧化硫气体	向饱和亚硫酸钠溶液中滴加浓硫酸

## 探究三 物质的分离、提纯和鉴别

### 一、知识归纳

#### 1. 化学提纯方法应遵循的“四原则”和“三必须”

(1)“四原则”:一是不增——提纯过程中\_\_\_\_\_;二是不减——不减少被提纯的物质;三是易分离——被提纯物质与杂质容易分离;四是易复原——被提纯物质易复原。

(2)“三必须”:一是除杂试剂用量必须过量;二是过量试剂必须除尽——因为过量试剂会带入新的杂质;三是除杂途径选\_\_\_\_\_,注意除多种杂质时顺序要合理。

#### 2. 化学分离提纯方法

(1)加热法:混合物中混有热稳定性差或易升华的物质时,可直接加热,使热稳定性差的物质分解或变为

气体而分离出去。例如：纯碱中混有小苏打可直接加热。

(2)沉淀法：在化合物中加入试剂，使其中一种以沉淀形式分离出去的方法。如加适量的  $\text{BaCl}_2$  除去  $\text{NaCl}$  中的  $\text{Na}_2\text{SO}_4$ 。

(3)转化法：不能一次反应达到分离的目的，而要先转化为其他物质才能分离，然后将转化物恢复为原来的物质。如分离  $\text{Fe}^{3+}$  和  $\text{Al}^{3+}$  时，可先加入过量的  $\text{NaOH}$  溶液，生成  $\text{Fe}(\text{OH})_3$  和  $\text{NaAlO}_2$ ，过滤后，分别再加盐酸重新生成  $\text{Fe}^{3+}$  和  $\text{Al}^{3+}$ 。

(4)酸碱法：被提纯物质不与酸碱反应，而杂质可与酸碱发生反应，用酸碱作除杂试剂。如用盐酸除去  $\text{SiO}_2$  中的石灰石。

(5)氧化还原法：加入合适的物质，使杂质发生氧化还原反应转化为被提纯物质。如将\_\_\_\_\_滴入混有  $\text{FeCl}_2$  的  $\text{FeCl}_3$  溶液中，除去  $\text{FeCl}_2$ 。

(6)洗气法：分离气体混合物，采用洗气瓶或干燥管将一种气体洗去。如要除去  $\text{CO}_2$  中的  $\text{HCl}$ ，可将气体通入饱和的  $\text{NaHCO}_3$  溶液中。

### 3. 物质的检验

解答物质检验的有关题目时，应按取样→操作→现象→结论的顺序进行描述。

(1)“先取样，后操作”。如果样品是固体，一般先用水溶解，配成溶液后再检验。

(2)要“各取少量溶液分别加入几支试管中”进行检验，不得在原试剂瓶中进行检验。

(3)要“先现象，后结论”。

(4)基本步骤：外观初步判断(固体、溶液中离子及气体的颜色)→化学方法进一步确认(利用特征反应)→得出正确结论(根据现象作出判断)。

### 4. 常见物质的检验方法

(1)气体的检验方法：先观察气体颜色，再考虑其溶于水后溶液的酸碱性，最后考虑气体的其他化学性质。

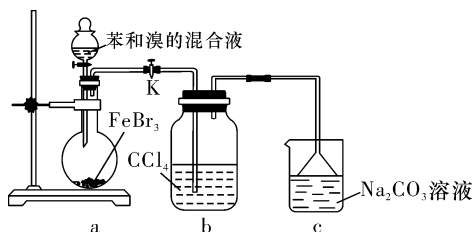
(2)固体的检验：先观察固体\_\_\_\_\_，再考虑其水溶性，最后考虑物质的特征性质。

(3)无色溶液的检验：先用指示剂或  $\text{pH}$  试纸检验其酸碱性，然后根据离子的特征性质进行检验。

(4)有机物的检验：先分析物质的官能团，然后根据这些官能团的性质，确定检验的方法。

## 二、典题导法

**例3** (2019·全国卷I)实验室制备溴苯的反应装置如下图所示，关于实验操作或叙述错误的是 ( )



A. 向圆底烧瓶中滴加苯和溴的混合液前需先打开 K

B. 实验中装置 b 中的液体逐渐变为浅红色

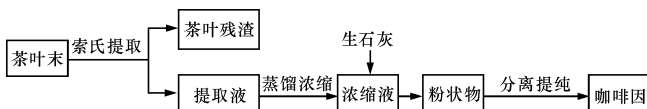
C. 装置 c 中的碳酸钠溶液的作用是吸收溴化氢

D. 反应后的混合液经稀碱溶液洗涤、结晶，得到溴苯

**【名师点睛】** 本题考查化学实验方案的设计与评价，侧重于学生的分析能力、实验能力和评价能力的考查，注意把握实验操作要点，并结合物质的性质综合考虑、分析是解答的关键。

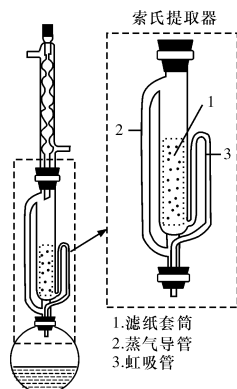
## 真题赏析

(2019·全国卷II)咖啡因是一种生物碱(易溶于水及乙醇，熔点  $234.5\text{ }^\circ\text{C}$ ， $100\text{ }^\circ\text{C}$  以上开始升华)，有兴奋大脑神经和利尿等作用。茶叶中含咖啡因约  $1\%\sim 5\%$ 、单宁酸( $K_a$  约为  $10^{-6}$ ，易溶于水及乙醇)约  $3\%\sim 10\%$ ，还含有色素、纤维素等。实验室从茶叶中提取咖啡因的流程如下图所示。



索氏提取装置如图所示。实验时烧瓶中的溶剂受热蒸发，蒸气沿蒸气导管 2 上升至球形冷凝管，冷凝后滴入滤纸套筒 1 中，与茶叶末接触，进行萃取。萃取液液面达到虹吸管 3 顶端时，经虹吸管 3 返回烧瓶，从而实现茶叶末的连续萃取。

请回答下列问题：



(1)实验时需将茶叶研细，放入滤纸套筒 1 中，研细的目的是\_\_\_\_\_，圆底烧瓶中加入

95%乙醇为溶剂,加热前还要加几粒\_\_\_\_\_。

(2)提取过程不可选用明火直接加热,原因是\_\_\_\_\_,与常规的萃取相比,采用索氏提取器的优点是\_\_\_\_\_。

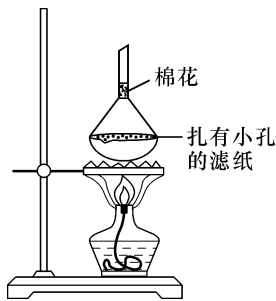
(3)提取液需经“蒸馏浓缩”除去大部分溶剂,与水相比,乙醇作为萃取剂的优点是\_\_\_\_\_。

“蒸馏浓缩”需选用的仪器除了圆底烧瓶、蒸馏头、温度计、接收管之外,还有\_\_\_\_\_ (填字母代号)。

- A. 直形冷凝管      B. 球形冷凝管  
C. 接收瓶          D. 烧杯

(4)向浓缩液中加入生石灰的作用是中和\_\_\_\_\_和吸收\_\_\_\_\_。

(5)可采用如图所示的简易装置分离提纯咖啡因。将粉状物放入蒸发皿中并用小火加热,咖啡因在扎有小孔的滤纸上凝结,该分离提纯方法的名称是\_\_\_\_\_。



**【解析】**(1)萃取时将茶叶研细可以增加固液接触面积,从而使提取更充分;由于需要加热,为防止液体暴沸,加热前还要加入几粒沸石。

(2)由于乙醇易挥发,易燃烧,为防止温度过高使挥发出来的乙醇燃烧,因此提取过程中不可选用明火直接加热;根据题干中的已知信息可判断,与常规的萃取相比,采用索式提取器的优点是使用溶剂量少,可连续萃取(萃取效率高)。

(3)乙醇是有机溶剂,沸点低,因此与水相比较,乙醇作为萃取剂的优点是乙醇沸点低,易浓缩;蒸馏浓缩时需要冷凝管,为防止液体残留在冷凝管中,应该选用直形冷凝管,而不选用球形冷凝管,A正确,B错误;为防止液体挥发,冷凝后得到的馏分需要有接收瓶接收,不选用烧杯,C正确,D错误。

(4)由于茶叶中还含有单宁酸,且单宁酸也易溶于水和乙醇,因此浓缩液中加入氧化钙的作用是中和单宁酸,同时吸收水。

(5)咖啡因在100℃以上开始升华,根据已知信息并结合图示可知,该分离提纯方法的名称是升华。

**【答案】**(1)增加固液接触面积,使提取更充分  
沸石

(2)乙醇易挥发,易燃 使用溶剂量少,可连续萃取(萃取效率高)

(3)乙醇沸点低,易浓缩 AC

(4)单宁酸 水

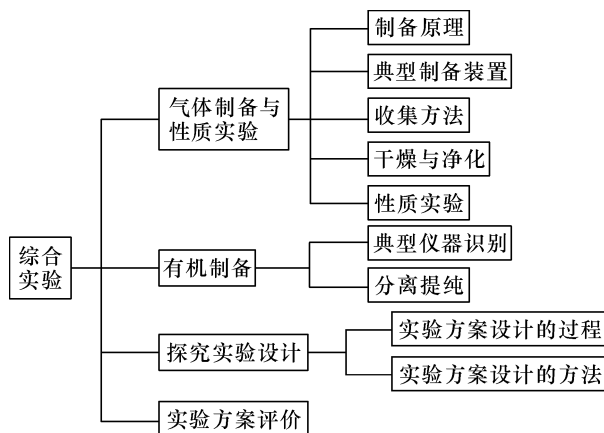
(5)升华

**温馨提示:**请完成考点限时训练(十三)P129

## 学习札记

# 专题十四 综合实验探究

## 知识网络



## 专题探究

### 一、命题趋势

1. 高考主要从以下四个方面进行考查:

(1) 气体制取装置的选择、仪器的连接顺序、气体净化试剂的选用、尾气吸收装置、实验操作等;

(2) 利用限定的仪器装置、药品, 根据题目要求进行实验方案的设计;

(3) 给出部分实验环节, 根据题目要求设计完整的实验方案;

(4) 对给出的实验方案作出科学的评估, 选择最佳方案。

2. 题型有选择题和综合实验题, 试题以中等难度及中等难度偏上为主。

### 二、考情分析

近三年全国卷 I 综合实验探究考查内容统计

年份	题号	涉及知识点	赋分
2017	10 26 27(1)	物质的分离提纯; 实验操作; 实验仪器的名称、选择、作用, 倒吸原理分析; 实验条件的选择	21
2018	7 26(1)(2) (3)(4)	物质的分离提纯; 实验操作; 实验仪器的名称、选择、作用	20

年份	题号	涉及知识点	赋分
2019	10 27(1)(2) (3)(4)	物质的制备; 实验操作; 实验装置的选择	21

### 三、备考建议

1. 本部分的知识繁杂, 能力要求跨度大。其中化学实验基础知识需要记忆的知识点很多, 对于物质的检验和气体的制备等实验基础知识, 要求逐个知识点去记忆, 侧重初步掌握知识结构。

2. 在注重基础知识记忆的同时, 还要注意培养实验能力, 如培养对实验目的、实验原理的审题能力, 实验步骤的设计能力, 对实验中的细节问题的分析能力以及规范的文字表达能力, 等等。

3. 化学实验的设计与评价的难度较大、区分度较高, 要求深刻理解教材中出现的实验原理、熟悉实验现象、掌握实验操作、注意实验的干扰因素等, 以积极思维、探索创新为核心, 将知识转化为能力, 将技能转化为文字表述能力。

## 探究一 定量测定型实验题

### 一、知识归纳

常见的定量测定实验包括混合物成分的测定、物质纯度的测定等。该类试题常涉及物质的称量、物质的分离与提纯、中和滴定等实验操作。实验过程中或问题解答中要特别注意以下几个问题:

## 1. 气体的测量

(1)使被测量气体全部被测量,如可采取反应结束后继续向装置中通入“惰性”气体以使被测量气体全部被吸收剂吸收。

(2)气体体积的测量是考查的重点和难点,对于气体体积的测量,读数时要特别注意消除“\_\_\_\_\_”差,保持液面相平,还要注意视线与液面最低处相平。

## 2. 消除“干扰气体”的影响

测定实验中还要注意消除\_\_\_\_\_的影响,如可利用“惰性”气体(指对于反应中涉及的物质来说是“惰性”的气体)将装置中的干扰气体排出等。

## 3. 数据处理

许多实验中的数据处理,都是对多次测定结果求取平均值,但对于“离群”数据(指与其他测定数据有很大差异的数据)要舍弃,因为数据“离群”的原因可能是在操作中出现了\_\_\_\_\_。

## 二、典题导法

**例 1** (2019·北京卷)化学小组用如下方法测定经处理后的废水中苯酚的含量(废水中不含干扰测定的物质)。

I. 用已准确称量的  $\text{KBrO}_3$  固体配制一定体积的  $a \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$   $\text{KBrO}_3$  标准溶液;

II. 取  $V_1 \text{ mL}$  上述溶液,加入过量  $\text{KBr}$ ,加  $\text{H}_2\text{SO}_4$  酸化,溶液颜色呈棕黄色;

III. 向 II 所得溶液中加入  $V_2 \text{ mL}$  废水;

IV. 向 III 中加入过量  $\text{KI}$ ;

V. 用  $b \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$   $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  标准溶液滴定 IV 中溶液至浅黄色时,滴加 2 滴淀粉溶液,继续滴定至终点,共消耗  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  溶液  $V_3 \text{ mL}$ 。

已知:  $\text{I}_2 + 2\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \rightleftharpoons 2\text{NaI} + \text{Na}_2\text{S}_4\text{O}_6$ ;

$\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  和  $\text{Na}_2\text{S}_4\text{O}_6$  溶液颜色均为无色。

(1) I 中配制溶液用到的玻璃仪器有烧杯、玻璃棒、胶头滴管和\_\_\_\_\_。

(2) II 中发生反应的离子方程式是\_\_\_\_\_。

(3) III 中发生反应的化学方程式是\_\_\_\_\_。

(4) IV 中加  $\text{KI}$  前,溶液颜色须为黄色,原因是\_\_\_\_\_。

(5)  $\text{KI}$  与  $\text{KBrO}_3$  物质的量关系为  $n(\text{KI}) \geq 6n(\text{KBrO}_3)$  时,  $\text{KI}$  一定过量,理由是\_\_\_\_\_。

(6) V 中滴定至终点的现象是\_\_\_\_\_。

(7) 废水中苯酚的含量为\_\_\_\_\_  $\text{g} \cdot \text{L}^{-1}$  (苯酚摩尔质量:  $94 \text{ g} \cdot \text{mol}^{-1}$ )。

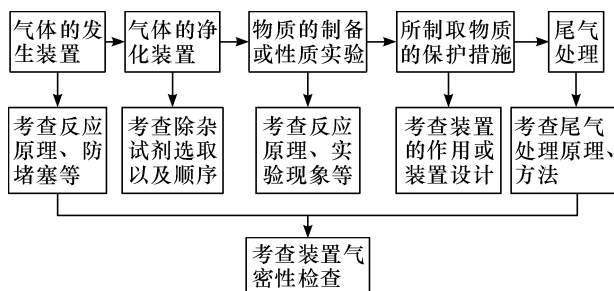
(8) 由于  $\text{Br}_2$  具有\_\_\_\_\_性质, II ~ IV 中反应须在密闭容器中进行,否则会造成测定结果偏高。

## 探究二 评价型实验题

## 一、知识归纳

## 1. 实验流程与考查内容

该类试题一般以实验装置图的形式给出实验的流程,其实验流程与考查内容一般为:



## 2. 实验方案合理性与严密性的评判

对实验方案的合理与否、严密与否作出评判要从“合理选择,排除干扰,操作准确”等方面入手。

(1)“合理选择”是指仪器的选择、药品的选择、连接方式的选择等。仪器的选择又包括\_\_\_\_\_装置(几种基本类型)、\_\_\_\_\_装置(除杂质的试剂与顺序)、反应装置、\_\_\_\_\_处理装置等;药品的选择包括药品的种类、浓度、状态等;连接方式的选择指仪器的先后顺序,导管接口的连接等。

(2)“排除干扰”是指反应条件的控制、防止空气成分介入、副反应尽量避免、杂质的清除,以及防止物质的挥发性、溶解性、颜色等对实验的干扰。

(3)“操作准确”则要求熟悉主要仪器的性能、用途和典型的实验操作步骤。

## 二、实验方案的评价

## 1. 评价原则

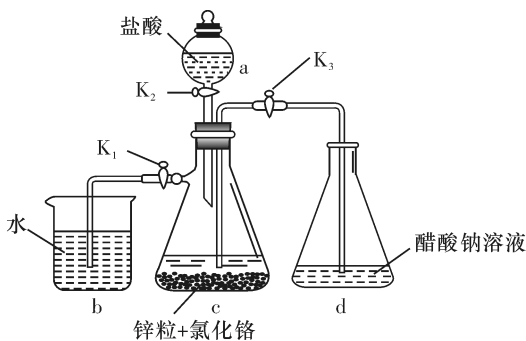
(1)实验原理科学合理;(2)操作和装置简单可行;(3)符合绿色化学理念;(4)药品和操作安全可靠。

## 2. 评价类型

(1)评价实验原理;(2)评价实验方案;(3)评价药品和仪器;(4)评价实验现象和结论。

## 三、典题导法

**例 2** (2018·全国卷 I)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,请回答下列问题:



(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<sub>1</sub>和K<sub>2</sub>,关闭K<sub>3</sub>。

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<sub>3</sub>,关闭K<sub>1</sub>和K<sub>2</sub>。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\_\_\_\_\_。

### 【名师点睛】 化学实验方案常见误区

(1)规范方面,如操作、观察、读数等。

(2)安全方面,如安全瓶、气体点燃、防暴沸、防倒吸、防污染等。

(3)量化方面,如仪器规格的选择、数据记录与处理、误差分析等。

(4)创新方面,如装置的改进、方案的优化等。

## 探究三 有机实验题

### 一、知识归纳

“有机实验”在近年高考中频频出现,主要涉及有机物的制备及有机物官能团性质实验探究等。解答“有机物的制备”实验题时,应注意以下问题:

#### 1. 原料的选择与处理

制备一种物质,首先应根据目标产物的组成去\_\_\_\_\_,原料的来源要经济、易得、安全。

#### 2. 反应原理和途径的确定

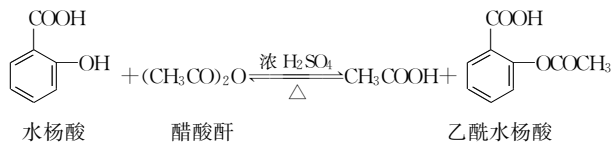
根据原料确定反应原理,要求考虑环保、节约等因素,找出最佳制备途径。制备途径一般包括中间产物的制取、粗产品的制得及粗产品的\_\_\_\_\_等几个部分。选择途径时应注意杂质少易除去、步骤少产率高、副反应少好控制、污染少可循环、易提纯好分离等特点。

### 3. 产品的分离提纯

根据产品的\_\_\_\_\_特点选择合适的分离提纯方案。

### 二、典题导法

**例3** (2019·全国卷Ⅲ)乙酰水杨酸(阿司匹林)是目前常用药物之一。实验室通过水杨酸进行乙酰化制备阿司匹林的一种方法如下所示:



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

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

①在不断搅拌下将反应后的混合物倒入100 mL冷水中,析出固体,过滤。

②将所得结晶粗品加入50 mL饱和碳酸氢钠溶液,溶解、过滤。

③滤液用浓盐酸酸化后冷却、过滤得固体。

④固体经纯化得到白色的乙酰水杨酸晶体5.4 g。

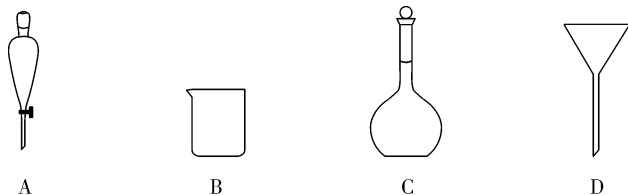
请回答下列问题:

(1)该合成反应中应采用\_\_\_\_\_ (填字母代号)加热。

A. 热水浴                      B. 酒精灯

C. 煤气灯                      D. 电炉

(2)下列玻璃仪器中,操作①中需使用的有\_\_\_\_\_ (填字母代号),不需使用的有\_\_\_\_\_ (填名称)。



(3)操作①中需使用冷水,目的是\_\_\_\_\_。

(4)操作②中饱和碳酸氢钠溶液的作用是\_\_\_\_\_ ,以便过滤除去难溶杂质。

(5)操作④采用的纯化方法为\_\_\_\_\_。

(6)本实验的产率是\_\_\_\_\_ %。



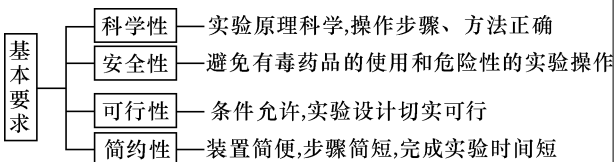
**【名师点睛】** 本题分别从实验条件的控制与分析、实验仪器的选用、实验原理的理解、产品的分离和提纯等方面,综合考查学生对化学实验原理、实验方法和实验技能的掌握和运用水平,重点考查学生在真实的化学实验情境中解决问题的能力。解题时可分为三步:整体了解实验过程、准确获取题示信息、认真解答题中设问。备考时要注意以下几个方面:①熟悉实验室常见仪器的使用方法和主要用途。②掌握常见物质的分离和提纯方法。③了解典型物质制备的实验原理、操作步骤、条件控制及注意事项。④掌握重要的定量实验原理和操作。

## 探究四 实验设计探究题

### 一、知识归纳

#### 1. 实验方案的设计

##### (1) 基本要求



##### (2) 基本步骤

①明确实验目的,确定实验原理。

②根据实验原理选择仪器和药品,并设计出合理的实验装置和操作步骤。

③准确地记录实验过程中的现象和数据,并运用分析、计算、图表、推理等方法处理有关实验现象和数据,得出正确的结论。

#### 2. 实验探究

##### (1) 基本要求

主要考查部分基础化学反应原理、物质的检验、实验分析、有盐桥的原电池结构、实验设计等知识,考查考生实验理解能力、根据要求进行实验设计的能力和对问题的综合分析能力。注意控制变量思想方法的应用,探究实验异常现象成为近几年实验探究命题的热点,突出对实验能力的考查。

##### (2) 解题策略

①巧审题,明确实验的目的和原理。实验原理是解答实验题的核心,是实验设计的依据和起点。实验原理可从题给的化学情景(或题首所给实验目的)并结合元素化合物等有关知识获取。在此基础上,遵循可靠性、简捷性、安全性的原则,确定符合实验目的、要求的方案。

②想过程,理清实验操作的先后顺序。根据实验原

理所确定的实验方案中的实验过程,确定实验操作的方法步骤,把握各步骤实验操作的要点,理清实验操作的先后顺序。

③看准图,分析各项实验装置的作用。有许多综合实验题图文结合,思考容量大。在分析解答过程中,要认真细致地分析图中所示的各项装置,并结合实验目的和原理,确定它们在该实验中的作用。

④细分析,得出正确的实验结论。实验现象(或数据)是化学原理的外在表现。在分析实验现象(或数据)的过程中,要善于找出影响实验成败的关键以及产生误差的原因,或从有关数据中归纳出定量公式,绘制变化曲线等。

### 二、典题导法

**例 4** 某小组在验证反应“ $\text{Fe} + 2\text{Ag}^+ \rightleftharpoons \text{Fe}^{2+} + 2\text{Ag}$ ”的实验中检测到  $\text{Fe}^{3+}$ ,发现和探究过程如下:

向硝酸酸化的  $0.05 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$  硝酸银溶液( $\text{pH} \approx 2$ )中加入过量铁粉,搅拌后静置,烧杯底部有黑色固体,溶液呈黄色。

#### (1) 检验产物

①取出少量黑色固体,洗涤后,\_\_\_\_\_

\_\_\_\_\_ (填操作和现象),证明黑色固体中含有 Ag。

②取上层清液,滴加  $\text{K}_3[\text{Fe}(\text{CN})_6]$  溶液,产生蓝色沉淀,说明溶液中含有\_\_\_\_\_。

(2) 针对“溶液呈黄色”,甲认为溶液中有  $\text{Fe}^{3+}$ ,乙认为铁粉过量时不可能有  $\text{Fe}^{3+}$ ,乙依据的原理是\_\_\_\_\_ (用离子方程式表示)。

针对两种观点继续实验:

①取上层清液,滴加 KSCN 溶液,溶液变红,证实了甲的猜测。同时发现有白色沉淀产生,且溶液颜色深浅、沉淀量多少与取样时间有关,对比实验记录如下:

序号	取样时间 /min	现象
i	3	产生大量白色沉淀;溶液呈红色
ii	30	产生白色沉淀,较 3 min 时量少;溶液红色较 3 min 时加深
iii	120	产生白色沉淀,较 30 min 时量少;溶液红色较 30 min 时变浅

(资料:  $\text{Ag}^+$  与  $\text{SCN}^-$  生成白色沉淀  $\text{AgSCN}$ )

②对  $\text{Fe}^{3+}$  产生的原因作出如下假设:

假设 a: 可能是铁粉表面有氧化层,能产生  $\text{Fe}^{3+}$ ;

假设 b: 空气中存在  $O_2$ , 由于 \_\_\_\_\_

(用离子方程式表示), 可产生  $Fe^{3+}$ ;

假设 c: 酸性溶液中  $NO_3^-$  具有氧化性, 可产生  $Fe^{3+}$ ;

假设 d: 根据 \_\_\_\_\_ 现象, 判断

溶液中存在  $Ag^+$ , 可产生  $Fe^{3+}$ 。

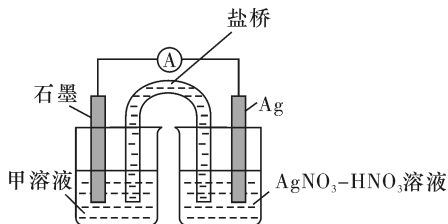
③下列实验 I 可证实假设 a、b、c 不是产生  $Fe^{3+}$  的主要原因。实验 II 可证实假设 d 成立。

实验 I: 向硝酸酸化的 \_\_\_\_\_ 溶液

( $pH \approx 2$ ) 中加入过量铁粉, 搅拌后静置, 不同时间取上层清液滴加 KSCN 溶液, 3 min 时溶液呈浅红色, 30 min 后溶液几乎无色。

实验 II: 实验装置如图所示。其中甲溶液是 \_\_\_\_\_,

操作及现象是 \_\_\_\_\_。



(3) 根据实验现象, 结合方程式推测实验 i ~ iii 中  $Fe^{3+}$  浓度变化的原因: \_\_\_\_\_

### 【变式分析】 综合性实验设计与评价题

(1) 实验是根据什么性质和原理设计的? 实验的目的是什么?

(2) 反应物的性质、状态及发生反应时的条件是什么?

(3) 有关装置的性能、使用方法、适用范围、注意问题、是否有替代装置可用、仪器规格如何?

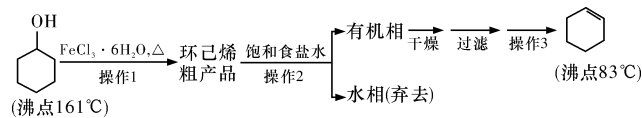
(4) 操作方法、操作顺序、注意事项或操作错误的后果如何?

(5) 实验现象和实验结论如何?

**【名师点睛】** 该题是一个探究性试题, 另外探究性题型中考虑问题的思路不能局限于个别问题、不能局限于固定的知识, 需要全面考虑。如本题最后一问的解答以及中间涉及的 Fe 与  $Fe^{3+}$  的反应在本题中的理解。证明一个问题时, 为了防止干扰, 一般都需要做对比试验、空白试验。

## 真题赏析

(2019·天津卷) 环己烯是重要的化工原料。其实实验室制备流程如下图所示:

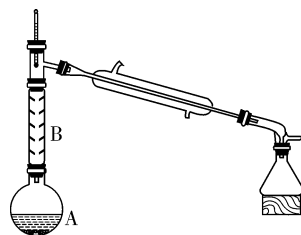


请回答下列问题:

I. 环己烯的制备与提纯

(1) 原料环己醇中若含苯酚杂质, 检验试剂为 \_\_\_\_\_, 现象为 \_\_\_\_\_。

(2) 操作 1 装置如图所示(加热和夹持装置已略去)。



①烧瓶 A 中进行的可逆反应化学方程式为 \_\_\_\_\_, 浓硫酸也可作该反应的催化剂, 选择  $FeCl_3 \cdot 6H_2O$  而不用浓硫酸的原因为 \_\_\_\_\_ (填字母代号)。

a. 浓硫酸易使原料炭化并产生  $SO_2$

b.  $FeCl_3 \cdot 6H_2O$  污染小、可循环使用, 符合绿色化学理念

c. 同等条件下, 用  $FeCl_3 \cdot 6H_2O$  比浓硫酸的平衡转化率高

②仪器 B 的作用为 \_\_\_\_\_。

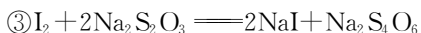
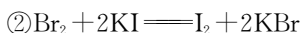
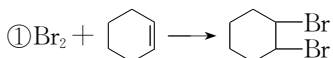
(3) 操作 2 用到的玻璃仪器是 \_\_\_\_\_。

(4) 将操作 3 (蒸馏) 的步骤补齐: 安装蒸馏装置, 加入待蒸馏的物质和沸石, \_\_\_\_\_, 弃去前馏分, 收集  $83^\circ C$  的馏分。

II. 环己烯含量的测定

在一定条件下, 向  $a$  g 环己烯样品中加入定量制得的  $b$  mol  $Br_2$ , 与环己烯充分反应后, 剩余的  $Br_2$  与足量 KI 作用生成  $I_2$ , 用  $c$  mol  $\cdot$  L $^{-1}$  的  $Na_2S_2O_3$  标准溶液滴定, 终点时消耗  $Na_2S_2O_3$  标准溶液  $V$  mL (以上数据均已扣除干扰因素)。

测定过程中, 发生的反应如下:



(5) 滴定所用指示剂为 \_\_\_\_\_。样品中环己烯的质量分数为 \_\_\_\_\_ (用字母表示)。

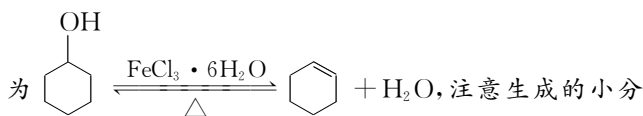
(6) 下列情况会导致测定结果偏低的是 \_\_\_\_\_

(填字母代号)。

- a. 样品中含有苯酚杂质
- b. 在测定过程中部分环己烯挥发
- c.  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  标准溶液部分被氧化

**【解析】**I. (1) 检验苯酚的首选试剂是  $\text{FeCl}_3$  溶液, 原料环己醇中若含苯酚杂质, 加入  $\text{FeCl}_3$  溶液后, 溶液将显紫色。

(2) ① 从题给的制备流程可以看出, 环己醇在  $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  的作用下, 反应生成了环己烯, 对比环己醇和环己烯的结构, 可知发生了消去反应, 反应方程式



分子水勿漏写, 题目已明确提示该反应可逆, 要标出可逆符号,  $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  是反应条件(催化剂)别漏标。该反应用  $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  作催化剂而不用浓硫酸的原因分析:

浓硫酸具有强脱水性, 往往能使有机物脱水至炭化, 该过程中放出大量的热, 又可以使生成的炭与浓硫酸发生反应  $\text{C} + 2\text{H}_2\text{SO}_4(\text{浓}) \xrightarrow{\Delta} \text{CO}_2 \uparrow + 2\text{SO}_2 \uparrow + 2\text{H}_2\text{O}$ , a 项合理; 与浓硫酸相比,  $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  对环境相对友好, 污染小, 绝大部分都可以回收并循环使用, 更符合绿色化学理念, b 项合理; 浓硫酸具有吸水性, 可促进反应的正向进行, 即同等条件下使用浓硫酸作为催化剂, 平衡转化率更高, 故 c 项不合理。② 仪器 B 的作用除了导气外, 主要作用是冷凝回流, 尽可能减少加热时反应物环己醇的蒸出, 提高原料环己醇的利用率。

(3) 操作 2 实现了互不相溶的两种液体的分离, 应是分液操作, 分液操作时需要用到的玻璃仪器主要有分液漏斗和烧杯。

(4) 题目中已明确提示了操作 3 是蒸馏操作。蒸馏操作在加入药品后, 要先通冷凝水, 再加热; 如先加热再通冷凝水, 必有一部分馏分没有来得及被冷凝, 造成浪费和污染。

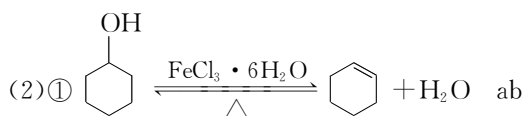
II. (5) 因滴定的是碘单质的溶液, 所以选取淀粉溶液作指示剂。根据所给的②式和③式, 可知剩余的  $\text{Br}_2$  与反应消耗的  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  的物质的量之比为 1 : 2, 所以剩余  $\text{Br}_2$  的物质的量为  $n(\text{Br}_2)_{\text{余}} = \frac{1}{2} \times c \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1} \times V \text{ mL} \times 10^{-3} \text{ L} \cdot \text{mL}^{-1} = \frac{cV}{2000} \text{ mol}$ , 则反应①消耗的  $\text{Br}_2$  的物

质的量为  $(b - \frac{cV}{2000}) \text{ mol}$ , 依据①式中环己烯与溴单质以物质的量之比 1 : 1 反应, 可知环己烯的物质的量也为  $(b - \frac{cV}{2000}) \text{ mol}$ , 则环己烯的质量为  $(b - \frac{cV}{2000}) \times 82 \text{ g}$ ,

所以 a g 样品中环己烯的质量分数为  $\frac{(b - \frac{cV}{2000}) \times 82}{a}$ 。

(6) 苯酚的混入, 将使耗  $\text{Br}_2$  量增大, 从而使测定结果偏大, a 项错误; 测定过程中如果部分环己烯挥发, 必然导致测定结果偏低, b 项正确;  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  标准溶液被氧化, 则滴定时消耗的体积增大, 计算出剩余的  $\text{Br}_2$  偏多, 计算得出的与环己烯反应的  $\text{Br}_2$  的量偏低, 导致最终计算得到的环己烯的质量分数偏低, c 项正确。

**【答案】**(1)  $\text{FeCl}_3$  溶液 溶液显紫色



- ② 减少环己醇蒸出
- (3) 分液漏斗、烧杯
- (4) 通冷凝水, 加热

(5) 淀粉溶液  $\frac{(b - \frac{cV}{2000}) \times 82}{a}$

(6) bc

**【名师点睛】** (1) 向规范、严谨要分数。要注意题设所给的引导限定词语, 如“可逆”等, 这些是得分点, 也是易扣分点。

(2) 要计算样品中环己烯的质量分数, 只需要算出环己烯的物质的量即可顺利求解。从所给的 3 个反应方程式可以得出  $2\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \sim \text{I}_2 \sim \text{Br}_2$ ,  $\text{Br}_2 \sim \text{C}_6\text{H}_{10}$ , 将相关已知数据代入计算即可。

(3) 对于第(6)问 a 项的分析, 要粗略计算出因苯酚的混入, 导致单位质量样品消耗溴单质的量增加, 最终使计算得到的环己烯的质量分数偏高。

**温馨提示:** 请完成考点限时训练(十四)P133