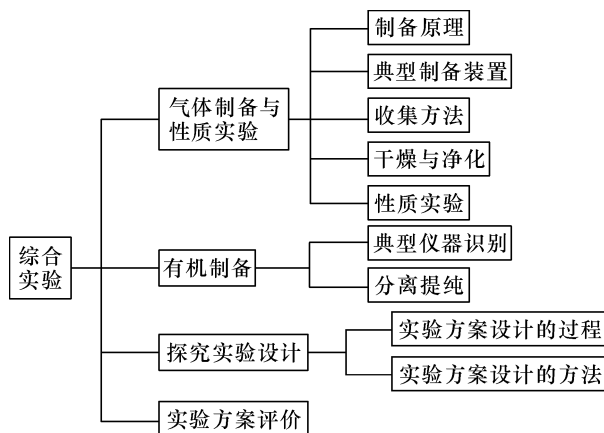


专题十四 综合实验探究

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 KBrO_3 固体配制一定体积的 $a \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$ KBrO_3 标准溶液;

II. 取 $V_1 \text{ mL}$ 上述溶液,加入过量 KBr ,加 H_2SO_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 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 KI 前,溶液颜色须为黄色,原因是_____。

(5) KI 与 KBrO_3 物质的量关系为 $n(\text{KI}) \geq 6n(\text{KBrO}_3)$ 时, 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: $94 \text{ g} \cdot \text{mol}^{-1}$)。

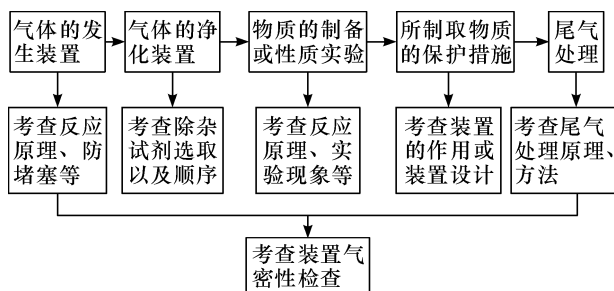
(8) 由于 Br_2 具有_____性质, II ~ IV 中反应须在密闭容器中进行,否则会造成测定结果偏高。

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

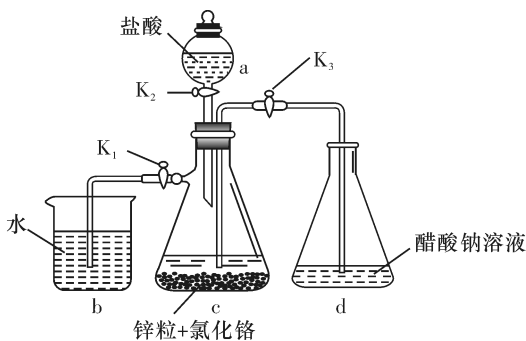
(1)实验原理科学合理;(2)操作和装置简单可行;(3)符合绿色化学理念;(4)药品和操作安全可靠。

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K₁和K₂,关闭K₃。

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_____。

【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

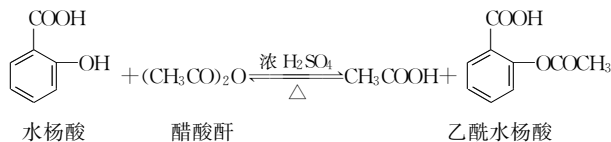
根据原料确定反应原理,要求考虑环保、节约等因素,找出最佳制备途径。制备途径一般包括中间产物的制取、粗产品的制得及粗产品的_____等几个部分。选择途径时应注意杂质少易除去、步骤少产率高、副反应少好控制、污染少可循环、易提纯好分离等特点。

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 ⁻³)	1.44	1.10	1.35
相对分子质量	138	102	180

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

①在不断搅拌下将反应后的混合物倒入100 mL冷水中,析出固体,过滤。

②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。

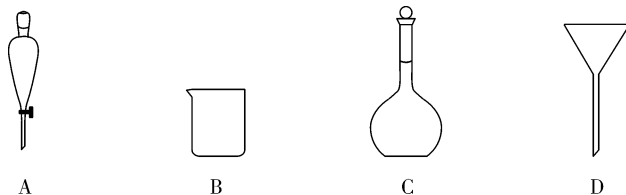
请回答下列问题:

(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_____ %。

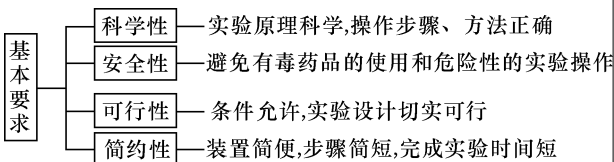
【名师点睛】 本题分别从实验条件的控制与分析、实验仪器的选用、实验原理的理解、产品的分离和提纯等方面,综合考查学生对化学实验原理、实验方法和实验技能的掌握和运用水平,重点考查学生在真实的化学实验情境中解决问题的能力。解题时可分为三步:整体了解实验过程、准确获取题示信息、认真解答题中设问。备考时要注意以下几个方面:①熟悉实验室常见仪器的使用方法和主要用途。②掌握常见物质的分离和提纯方法。③了解典型物质制备的实验原理、操作步骤、条件控制及注意事项。④掌握重要的定量实验原理和操作。

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 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 Fe^{3+} ,乙认为铁粉过量时不可能有 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: Ag^+ 与 SCN^- 生成白色沉淀 AgSCN)

②对 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 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+} 。

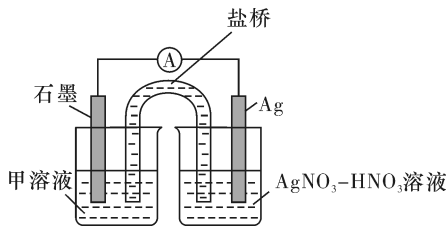
③下列实验 I 可证实假设 a、b、c 不是产生 Fe^{3+} 的主要原因。实验 II 可证实假设 d 成立。

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?

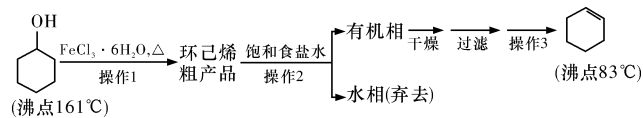
(4) 操作方法、操作顺序、注意事项或操作错误的后果如何?

(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:

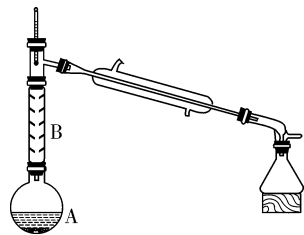


请回答下列问题:

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 _____。

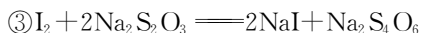
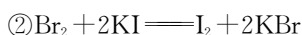
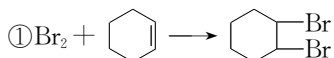
(3) 操作 2 用到的玻璃仪器是 _____。

(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)。

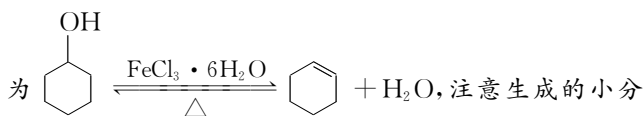
(6) 下列情况会导致测定结果偏低的是 _____

(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 FeCl_3 溶液, 原料环己醇中若含苯酚杂质, 加入 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



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。

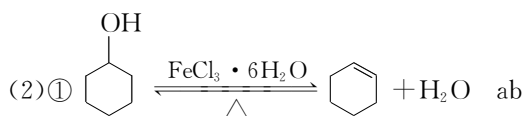
II. (5) 因滴定的是碘单质的溶液, 所以选取淀粉溶液作指示剂。根据所给的②式和③式, 可知剩余的 Br_2 与反应消耗的 $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 的物质的量之比为 1 : 2, 所以剩余 Br_2 的物质的量为 $n(\text{Br}_2)_{\text{余}} = \frac{1}{2} \times c \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1} \times V \text{ mL} \times 10^{-3} \text{ L} \cdot \text{mL}^{-1} = \frac{cV}{2000} \text{ mol}$, 则反应①消耗的 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 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 Br_2 偏多, 计算得出的与环己烯反应的 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) 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 $2\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \sim \text{I}_2 \sim \text{Br}_2$, $\text{Br}_2 \sim$, 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。

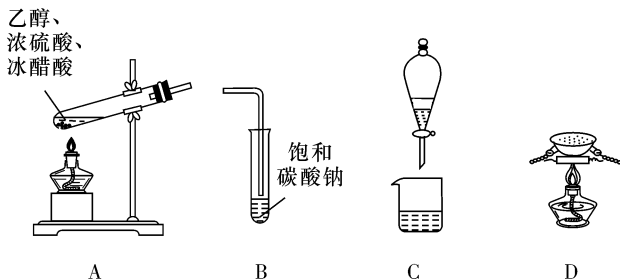
温馨提示: 请完成考点限时训练(十四)P133

走进高考(四)

可能用到的相对原子质量: H~1 N~14 O~16 Na~23 K~39 Mn~55

一、选择题

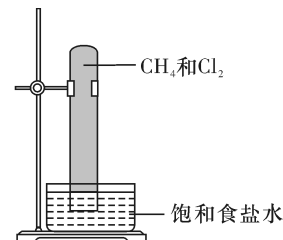
1. (2018·全国卷 I) 在生成和纯化乙酸乙酯的实验过程中, 下列操作未涉及的是 ()



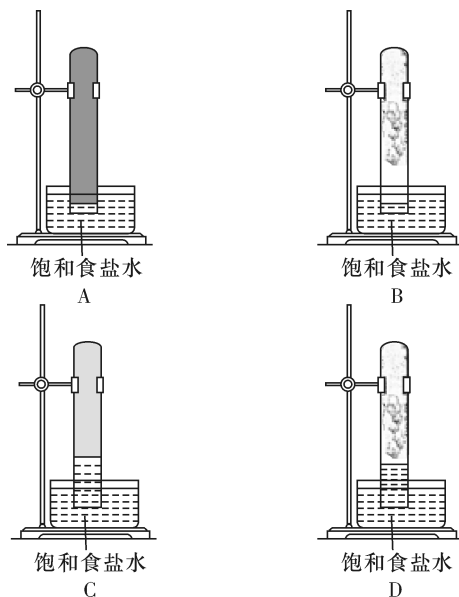
2. (2018·全国卷 II) 下列实验过程可以达到实验目的的是 ()

选项	实验目的	实验过程
A	配制 $0.4000 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$ 的 NaOH 溶液	称取 4.0 g 固体 NaOH 于烧杯中, 加入少量蒸馏水溶解, 转移至 250 mL 容量瓶中定容
B	探究维生素 C 的还原性	向盛有 2 mL 黄色氯化铁溶液的试管中滴加浓的维生素 C 溶液, 观察颜色变化
C	制取并纯化氢气	向稀盐酸中加入锌粒, 将生成的气体依次通过 NaOH 溶液、浓硫酸和 KMnO_4 溶液
D	探究浓度对反应速率的影响	向 2 支盛有 5 mL 不同浓度 NaHSO_3 溶液的试管中同时加入 2 mL 5% H_2O_2 溶液, 观察实验现象

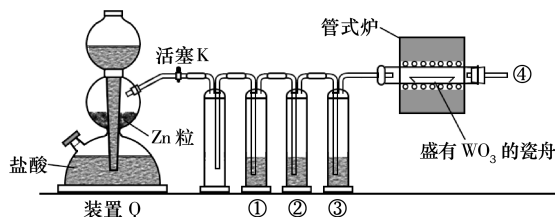
3. (2018·全国卷 II) 实验室中用如图所示的装置进行甲烷与氯气在光照下反应的实验。



- 光照下反应一段时间后, 下列装置示意图中能正确反映实验现象的是 ()



4. (2017·全国卷 I) 实验室用 H_2 还原 WO_3 制备金属 W 的装置如图所示 (Zn 粒中往往含有硫等杂质, 焦性没食子酸溶液用于吸收少量氧气)。下列说法正确的是 ()



- A. ①②③中依次盛装 KMnO_4 溶液、浓 H_2SO_4 、焦性没食子酸溶液
 B. 管式炉加热前, 用试管在④处收集气体并点燃, 通过声音判断气体纯度
 C. 结束反应时, 先关闭活塞 K, 再停止加热
 D. 装置 Q (启普发生器) 也可用于二氧化锰与浓盐酸反应制备氯气
5. (2017·全国卷 II) 下列由实验得出的结论正确的是 ()

选项	实验	结论
A	将乙烯通入溴的四氯化碳溶液, 溶液最终变为无色透明	生成的 1,2-二溴乙烷无色、可溶于四氯化碳

选项	实验	结论
B	乙醇和水都可与金属钠反应产生可燃性气体	乙醇分子中的氢与水分子中的氢具有相同的活性
C	用乙酸浸泡水壶中的水垢,可将其清除	乙酸的酸性小于碳酸的酸性
D	甲烷与氯气在光照下反应后的混合气体能使湿润的石蕊试纸变红	生成的氯甲烷具有酸性

6. (2017·全国卷Ⅱ)由下列实验及现象不能推出相应结论的是 ()

选项	实验	现象	结论
A	向 2 mL 0.1 mol·L ⁻¹ 的 FeCl ₃ 溶液中加入足量铁粉,振荡,加 1 滴 KSCN 溶液	黄色逐渐消失,加 KSCN 溶液颜色不变	还原性: Fe > Fe ²⁺
B	将金属钠在燃烧匙中点燃,迅速伸入集满 CO ₂ 的集气瓶	集气瓶中产生大量白烟,瓶内有黑色颗粒产生	CO ₂ 具有氧化性
C	加热盛有少量 NH ₄ HCO ₃ 固体的试管,并在试管口放置湿润的红色石蕊试纸	石蕊试纸变蓝	NH ₄ HCO ₃ 显碱性
D	向 2 支盛有 2 mL 相同浓度银氨溶液的试管中分别加入 2 滴相同浓度的 NaCl 和 NaI 溶液	一支试管中产生黄色沉淀,另一支中无明显现象	K _{sp} (AgI) < K _{sp} (AgCl)

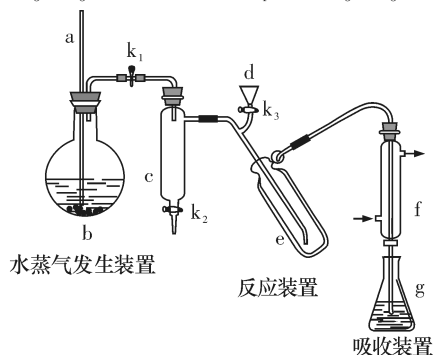
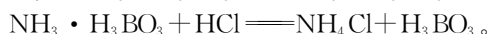
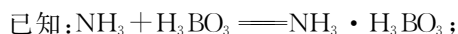
7. (2017·全国卷Ⅲ)下列实验操作规范且能达到目的的是 ()

选项	目的	操作
A	取 20.00 mL 盐酸	在 50 mL 酸式滴定管中装入盐酸,调整初始读数为 30.00 mL 后,将剩余盐酸放入锥形瓶
B	清洗碘升华实验所用试管	先用酒精清洗,再用水清洗

选项	目的	操作
C	测定醋酸钠溶液 pH	用玻璃棒蘸取溶液,点在湿润的 pH 试纸上
D	配制浓度为 0.010 mol·L ⁻¹ 的 KMnO ₄ 溶液	称取 KMnO ₄ 固体 0.158 g,放入 100 mL 容量瓶中,加水溶解并稀释至刻度

二、非选择题

8. (2017·全国卷Ⅰ)凯氏定氮法是测定蛋白质中氮含量的经典方法,其原理是用浓硫酸在催化剂存在下将样品中有机氮转化成铵盐,利用如图所示装置处理铵盐,然后通过滴定测量。



请回答下列问题:

- a 的作用是_____。
- b 中放入少量碎瓷片的目的是_____，f 的名称是_____。
- 清洗仪器: g 中加蒸馏水; 打开 k₁, 关闭 k₂、k₃, 加热 b, 水蒸气充满管路; 停止加热, 关闭 k₁, g 中蒸馏水倒吸进入 c, 原因是_____;
打开 k₂ 放掉水, 重复操作 2~3 次。
- 仪器清洗后, g 中加入硼酸 (H₃BO₃) 和指示剂。铵盐试样由 d 注入 e, 随后注入氢氧化钠溶液, 用蒸馏水冲洗 d, 关闭 k₃, d 中保留少量水。打开 k₁, 加热 b, 使水蒸气进入 e。
① d 中保留少量水的目的是_____。
② e 中主要反应的离子方程式为_____, e 采用中空双层玻璃瓶的作用是_____。
- 取某甘氨酸 (C₂H₅NO₂) 样品 m 克进行测定, 滴定 g 中吸收液时消耗浓度为 c mol·L⁻¹ 的盐酸 V mL, 则样品中氮的质量分数为_____% , 样品的纯度 ≤ ____%。

温馨提示: 请完成专题小综合(四)P173