

板块一

高考题型突破

题型突破 化学实验综合

突破点 综合实验中的定量分析与计算





栏目导航

高考真题赏析 明考向

规律方法整合 建模型

强基培优精练 提能力

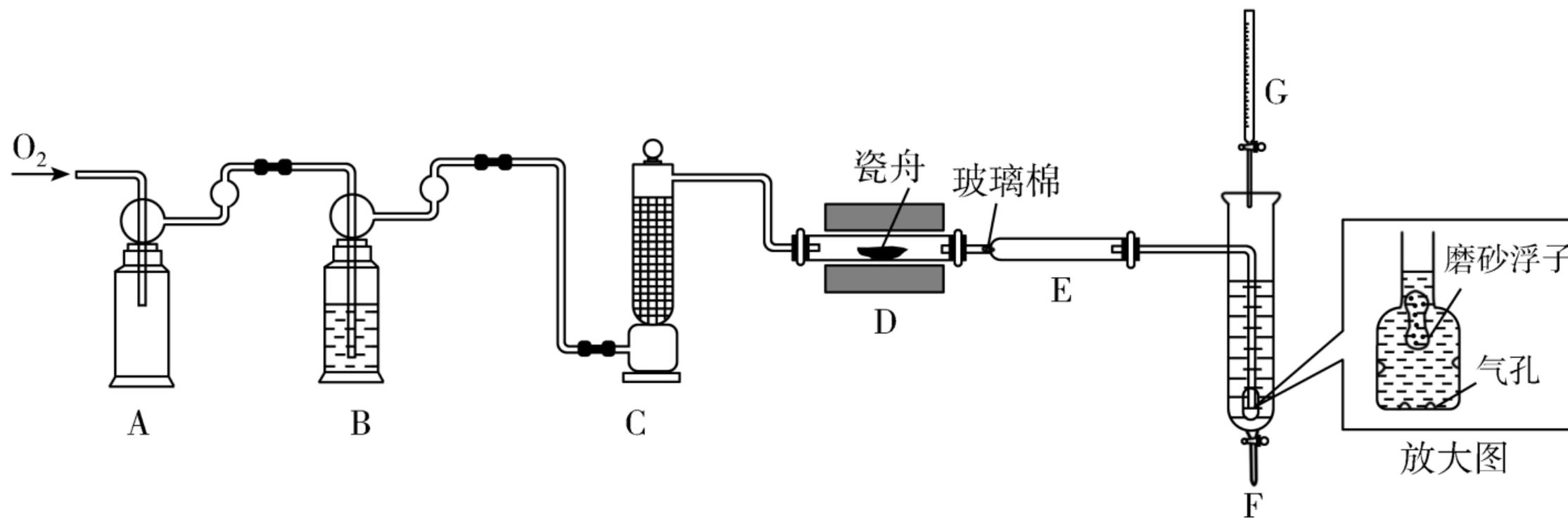
考前名校押题 练预测



高考 2025^版
2 轮总复习

高考真题赏析 明考向

1. (2024·山东选考)利用“燃烧—碘酸钾滴定法”测定钢铁中硫含量的实验装置如下图所示(夹持装置略)。



实验过程如下：

①加样，将 a mg样品加入管式炉内瓷舟中(瓷舟两端带有气孔且有盖)，聚四氟乙烯活塞滴定管G内预装 $c(\text{KIO}_3) : c(\text{KI})$ 略小于1 : 5的 KIO_3 碱性标准溶液，吸收管F内盛有盐酸酸化的淀粉水溶液。向F内滴入适量 KIO_3 碱性标准溶液，发生反应： $\text{KIO}_3 + 5\text{KI} + 6\text{HCl} \rightleftharpoons 3\text{I}_2 + 6\text{KCl} + 3\text{H}_2\text{O}$ ，使溶液显浅蓝色。

②燃烧：按一定流速通入 O_2 ，一段时间后，加热并使样品燃烧。

③滴定：当F内溶液浅蓝色消退时(发生反应： $\text{SO}_2 + \text{I}_2 + 2\text{H}_2\text{O} \rightleftharpoons \text{H}_2\text{SO}_4 + 2\text{HI}$)，立即用 KIO_3 碱性标准溶液滴定至浅蓝色复现。随 SO_2 不断进入F，滴定过程中溶液颜色“消退—变蓝”不断变换，直至终点。

回答下列问题:

(1)取20.00 mL $0.100\ 0\ \text{mol}\cdot\text{L}^{-1}$ KIO_3 的碱性溶液和一定量的KI固体,配制1 000 mL KIO_3 碱性标准溶液,下列仪器必须用到的是 _____ (填标号)。

- A. 玻璃棒
- B. 1 000 mL锥形瓶
- C. 500 mL容量瓶
- D. 胶头滴管

(2)装置B和C的作用是充分干燥 O_2 ，B中的试剂为_____。
装置F中通气管末端多孔玻璃泡内置一密度小于水的磨砂浮子(见放大图)，目的是_____。

(3)该滴定实验达终点的现象是_____；
滴定消耗 KIO_3 碱性标准溶液 V mL，样品中硫的质量分数是_____
_____(用代数式表示)。

(4)若装置 D 中瓷舟未加盖,会因燃烧时产生粉尘而促进 SO_3 的生成,粉尘在该过程中的作用是 _____;若装置 E 冷却气体不充分,可能导致测定结果偏大,原因是 _____;若滴定过程中,有少量 IO_3^- 不经 I_2 直接将 SO_2 氧化成 H_2SO_4 ,测定结果会 _____(填“偏大”“偏小”或“不变”)。

【答案】 (1)AD (2)浓硫酸 防止倒吸

(3)当加入最后半滴 KIO_3 碱性标准溶液后, 溶液由无色突变为蓝色

且 30 s 内不变色 $\frac{19.200V}{a}\%$

(4)催化剂 通入 F 的气体温度过高, 导致部分 I_2 升华, 从而消耗更多的 KIO_3 碱性标准溶液 不变

【解析】 由题中信息可知，利用“燃烧—碘酸钾滴定法”测定钢铁中硫含量的实验中，将氧气经干燥、净化后通入管式炉中将钢铁中硫氧化为 SO_2 ，然后将生成的 SO_2 导入碘液中吸收，通过消耗 KIO_3 碱性标准溶液的体积来测定钢铁中硫的含量。(1)取 $20.00\text{ mL } 0.100\ 0\text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$ KIO_3 的碱性溶液和一定量的KI固体，配制 $1\ 000\text{ mL } \text{KIO}_3$ 碱性标准溶液(稀释了50倍后 KIO_3 的浓度为 $0.002\ 0\text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$)，需要用碱式滴定管或移液管量取 $20.00\text{ mL } 0.100\ 0\text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$ KIO_3 的碱性溶液，需要用一定精确度的天平称量一定质量的KI固体，需要在烧杯中溶解KI固体，溶解时要用到玻璃棒搅拌，需要用 $1\ 000\text{ mL}$ 容量瓶配制标准溶液，需要用胶头滴

管定容，因此，下列仪器必须用到的是AD。(2)装置B和C的作用是充分干燥O₂，浓硫酸具有吸水性，常用于干燥某些气体，因此B中的试剂为浓硫酸。装置F中通气管末端多孔玻璃泡内置一密度小于水的磨砂浮子，其目的是防止倒吸，因为磨砂浮子的密度小于水，若球泡内水面上升，磨砂浮子也随之上升，磨砂浮子可以作为一个磨砂玻璃塞将导气管的出气口堵塞上，从而防止倒吸。(3)该滴定实验是利用过量的1滴或半滴标准溶液来指示滴定终点的，因此，该滴定实验达终点的现象是当加入最后半滴KIO₃碱性标准溶液后，溶液由无色突变为蓝色且30 s内不变色；由S元素守恒及 $\text{SO}_2 + \text{I}_2 + 2\text{H}_2\text{O} \rightleftharpoons \text{H}_2\text{SO}_4 + 2\text{HI}$ 、 $\text{KIO}_3 + 5\text{KI} + 6\text{HCl}$

$\text{S} \xrightarrow{\text{HNO}_3} \text{SO}_2 \xrightarrow{\text{I}_2} \text{I}^-$ 可得关系式 $3\text{S} \sim 3\text{SO}_2 \sim 3\text{I}_2 \sim \text{KIO}_3$ ，若滴定消耗 KIO_3 碱性标准溶液 V mL，则 $n(\text{KIO}_3) = V \times 10^{-3} \text{ L} \times 0.0020 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1} = 2.0000 \times 10^{-6} V \text{ mol}$ ， $n(\text{S}) = 3n(\text{KIO}_3) = 3 \times 2.0000 \times 10^{-6} V \text{ mol} = 6.0000 \times 10^{-6} V \text{ mol}$ ，样品中硫的质量分数是 $\frac{6.0000 \times 10^{-6} V \text{ mol} \times 32 \text{ g} \cdot \text{mol}^{-1}}{a \times 10^{-3} \text{ g}} \times 100\% = \frac{19.200V}{a}\%$ 。(4)若装置 D 中瓷舟未加盖，燃烧时产生粉尘中含有铁的氧化物，铁的氧化物能催化 SO_2 的氧化反应从而促进 SO_3 的生成，因此，粉尘在该过程中的作用是催化剂；若装置 E 冷却气体不充分，则

通入 F 的气体温度过高,可能导致部分 I_2 升华,这样就要消耗更多 KIO_3 碱性标准溶液,从而可能导致测定结果偏大;若滴定过程中,有少量 IO_3^- 不经 I_2 直接将 SO_2 氧化成 H_2SO_4 ,从电子转移守恒的角度分析, IO_3^- 得到 $6e^-$ 被还原为 I^- ,仍能得到关系式 $3S \sim 3SO_2 \sim KIO_3$,测定结果不变。

2. (2023·河北选考)配合物 $\text{Na}_3[\text{Co}(\text{NO}_2)_6]$ ($M=404\text{ g}\cdot\text{mol}^{-1}$)在分析化学中用于 K^+ 的鉴定,其制备步骤如下:

- ①向三颈烧瓶中加入15.0 g NaNO_2 和15.0 mL热蒸馏水,搅拌溶解。
- ②磁力搅拌下加入5.0 g $\text{Co}(\text{NO}_3)_2\cdot 6\text{H}_2\text{O}$,从仪器a加入50%醋酸7.0 mL。冷却至室温后,再从仪器b缓慢滴入30%双氧水8.0 mL。待反应结束,滤去固体。
- ③在滤液中加入95%乙醇,静置40分钟。固液分离后,依次用乙醇、乙醚洗涤固体产品,称重。

以上内容仅为本文档的试下载部分，为可阅读页数的一半内容。如要下载或阅读全文，请访问：
<https://d.book118.com/046005032201011015>