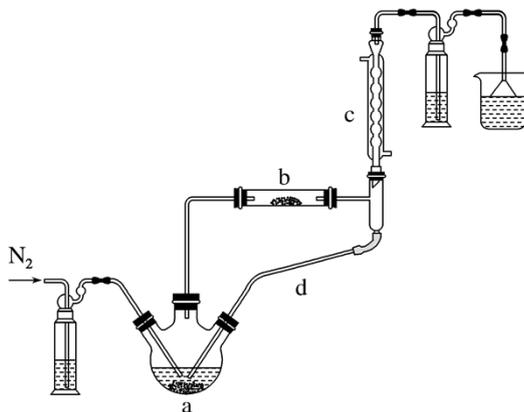


专题十二 综合实验探究

真题研练·析考情

【真题研练】

1. [2022·山东卷]实验室利用 $\text{FeCl}_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ 和亚硫酰氯(SOCl_2)制备无水 FeCl_2 的装置如图所示(加热及夹持装置略)。已知 SOCl_2 沸点为 $76\text{ }^\circ\text{C}$ ，遇水极易反应生成两种酸性气体。回答下列问题：



(1) 实验开始先通 N_2 。一段时间后，先加热装置_____ (填“a”或“b”)。装置 b 内发生反应的化学方程式为_____。装置 c、d 共同起到的作用是_____。

(2) 现有含少量杂质的 $\text{FeCl}_2 \cdot n\text{H}_2\text{O}$ ，为测定 n 值进行如下实验：

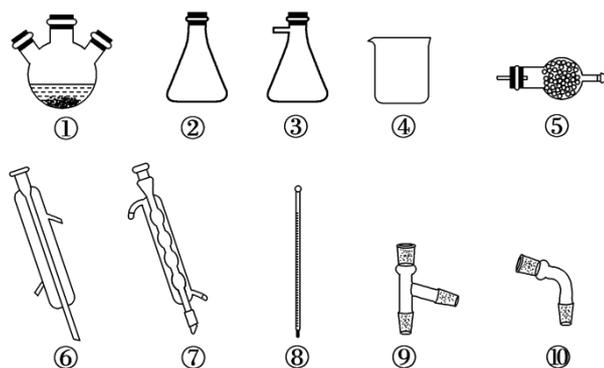
实验 I：称取 $m_1\text{ g}$ 样品，用足量稀硫酸溶解后，用 $c\text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ 标准溶液滴定 Fe^{2+} 达终点时消耗 $V\text{ mL}$ (滴定过程中 $\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-}$ 转化为 Cr^{3+} ， Cl^- 不反应)。

实验 II：另取 $m_1\text{ g}$ 样品，利用上述装置与足量 SOCl_2 反应后，固体质量为 $m_2\text{ g}$ 。

则 $n = \underline{\hspace{2cm}}$ ；下列情况会导致 n 测量值偏小的是_____ (填标号)。

- A. 样品中含少量 FeO 杂质
- B. 样品与 SOCl_2 反应时失水不充分
- C. 实验 I 中，称重后样品发生了潮解
- D. 滴定达终点时发现滴定管尖嘴内有气泡生成

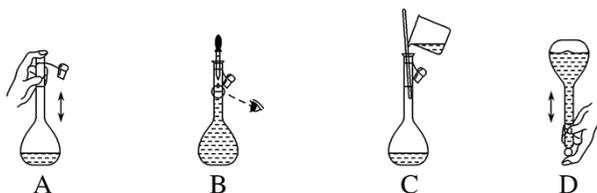
(3) 用上述装置、根据反应 $\text{TiO}_2 + \text{CCl}_4 \rightleftharpoons \text{TiCl}_4 + \text{CO}_2$ 制备 TiCl_4 。已知 TiCl_4 与 CCl_4 分子结构相似，与 CCl_4 互溶，但极易水解。选择合适仪器并组装蒸馏装置对 TiCl_4 、 CCl_4 混合物进行蒸馏提纯(加热及夹持装置略)，安装顺序为①⑨⑧_____ (填序号)，先馏出的物质为_____。



2. [2022·广东卷]食醋是烹饪美食的调味品,有效成分主要为醋酸(用HAc表示)。HAc的应用与其电离平衡密切相关。25℃时,HAc的 $K_a=1.75\times 10^{-5}=10^{-4.76}$ 。

(1)配制250 mL $0.1\text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$ 的HAc溶液,需 $5\text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$ HAc溶液的体积为 mL。

(2)下列关于250 mL容量瓶的操作,正确的是_____。



(3)某小组研究25℃下HAc电离平衡的影响因素。

提出假设 稀释HAc溶液或改变 Ac^- 浓度,HAc电离平衡会发生移动。

设计方案并完成实验 用浓度均为 $0.1\text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$ 的HAc和NaAc溶液,按下表配制总体积相同的系列溶液;测定pH,记录数据。

序号	$V(\text{HAc})/\text{mL}$	$V(\text{NaAc})/\text{mL}$	$V(\text{H}_2\text{O})/\text{mL}$	$n(\text{NaAc}) : n(\text{HAc})$	pH
I	40.00	/	/	0	2.86
II	4.00	/	36.00	0	3.36
...					
VII	4.00	a	b	3 : 4	4.53
VIII	4.00	4.00	32.00	1 : 1	4.65

①根据表中信息,补充数据: a=_____, b=_____。

②由实验I和II可知,稀释HAc溶液,电离平衡_____ (填“正”或“逆”)向移动;结合表中数据,给出判断理由:

③由实验Ⅱ～Ⅷ可知，增大 Ac^- 浓度，HAc 电离平衡逆向移动。

实验结论 假设成立。

(4)小组分析上表数据发现：随着 $\frac{n(\text{NaAc})}{n(\text{HAc})}$ 的增加， $c(\text{H}^+)$ 的值逐渐接近 HAc 的 K_a 。

查阅资料获悉：一定条件下，按 $\frac{n(\text{NaAc})}{n(\text{HAc})}=1$ 配制的溶液中， $c(\text{H}^+)$ 的值等于 HAc 的 K_a 。

对比数据发现，实验Ⅷ中 $\text{pH}=4.65$ 与资料数据 $K_a=10^{-4.76}$ 存在一定差异；推测可能由物质浓度准确程度不够引起，故先准确测定 HAc 溶液的浓度再验证。

(i)移取 20.00 mL HAc 溶液，加入 2 滴酚酞溶液，用 $0.1000 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$ NaOH 溶液滴定至终点，消耗体积为 22.08 mL，则该 HAc 溶液的浓度为 _____ $\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}$ 。画出上述过程的滴定曲线示意图并标注滴定终点。

(ii)用上述 HAc 溶液和 $0.1000 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$ NaOH 溶液，配制等物质的量的 HAc 与 NaAc 混合溶液，测定 pH，结果与资料数据相符。

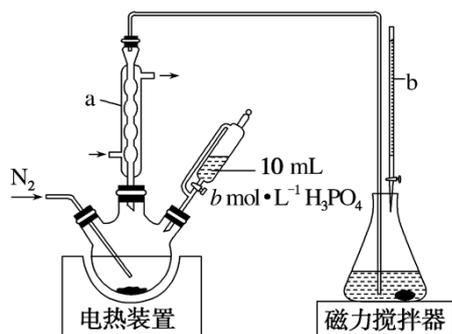
(5)小组进一步提出：如果只有浓度均约为 $0.1 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$ 的 HAc 和 NaOH 溶液，如何准确测定 HAc 的 K_a ？小组同学设计方案并进行实验。请完成下表中Ⅱ的内容。

I	移取 20.00 mL HAc 溶液，用 NaOH 溶液滴定至终点，消耗 NaOH 溶液 V_1 mL
II	_____，测得溶液的 pH 为 4.76

实验总结 得到的结果与资料数据相符，方案可行。

(6)根据 K_a 可以判断弱酸的酸性强弱。写出一种无机弱酸及其用途

3. [2022·河北卷]某研究小组为了更准确检测香菇中添加剂亚硫酸盐的含量，设计实验如下：



①三颈烧瓶中加入 10.00 g 香菇样品和 400 mL 水；锥形瓶中加入 125 mL 水、1 mL 淀粉溶液，并预加 0.30 mL $0.010\ 00\ \text{mol}\cdot\text{L}^{-1}$ 的碘标准溶液，搅拌。

②以 $0.2\ \text{L}\cdot\text{min}^{-1}$ 流速通氮气，再加入过量磷酸，加热并保持微沸，同时用碘标准溶液滴定，至终点时滴定消耗了 1.00 mL 碘标准溶液。

③做空白实验，消耗了 0.10 mL 碘标准溶液。

④用适量 Na_2SO_3 替代香菇样品，重复上述步骤，测得 SO_2 的平均回收率为 95%。

已知：

$$K_{a1}(\text{H}_3\text{PO}_4) = 7.1 \times 10^{-3}, \quad K_{a1}(\text{H}_2\text{SO}_3) = 1.3 \times 10^{-2}$$

回答下列问题：

(1) 装置图中仪器 a、b 的名称分别为_____、_____。

(2) 三颈烧瓶适宜的规格为_____ (填标号)。

A. 250 mL B. 500 mL C. 1 000 mL

(3) 解释加入 H_3PO_4 能够生成 SO_2 的原因：

_____。

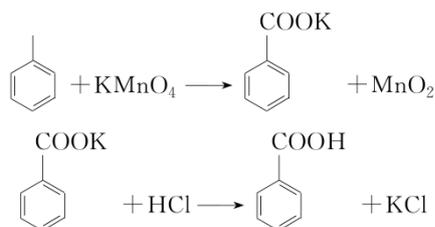
(4) 滴定管在使用前需要_____、洗涤、润洗；滴定终点时溶液的颜色为_____；
滴 定 反 应 的 离 子 方 程 式 为

_____。

(5) 若先加磷酸再通氮气，会使测定结果_____ (填“偏高”“偏低”或“无影响”)。

(6) 该样品中亚硫酸盐含量为_____ $\text{mg}\cdot\text{kg}^{-1}$ (以 SO_2 计，结果保留三位有效数字)。

4. [2020·全国 II 卷] 苯甲酸可用作食品防腐剂。实验室可通过甲苯氧化制苯甲酸，其反应原理简示如下：



名称	相对分子质量	熔点/°C	沸点/°C	密度/(g·mL ⁻¹)	溶解性
甲苯	92	-95	110.6	0.867	不溶于水，易溶于乙醇
苯甲酸	122	122.4(100 °C左右开始升华)	248	——	微溶于冷水，易溶于乙醇、热水

实验步骤:

(1) 在装有温度计、冷凝管和搅拌器的三颈烧瓶中加入 1.5 mL 甲苯、100 mL 水和 4.8 g (约 0.03 mol) 高锰酸钾，慢慢开启搅拌器，并加热回流至回流液不再出现油珠。

(2) 停止加热，继续搅拌，冷却片刻后，从冷凝管上口慢慢加入适量饱和亚硫酸氢钠溶液，并将反应混合物趁热过滤，用少量热水洗涤滤渣。合并滤液和洗涤液，于冰水浴中冷却，然后用浓盐酸酸化至苯甲酸析出完全。将析出的苯甲酸过滤，用少量冷水洗涤，放在沸水浴上干燥。称量，粗产品为 1.0 g。

(3) 纯度测定: 称取 0.122 g 粗产品，配成乙醇溶液，于 100 mL 容量瓶中定容。每次移取 25.00 mL 溶液，用 0.010 00 mol·L⁻¹ 的 KOH 标准溶液滴定，三次滴定平均消耗 21.50 mL 的 KOH 标准溶液。

回答下列问题:

(1) 根据上述实验药品的用量，三颈烧瓶的最适宜规格为 _____ (填标号)。

- A. 100 mL B. 250 mL
C. 500 mL D. 1 000 mL

(2) 在反应装置中应选用 _____ 冷凝管(填“直形”或“球形”)，当回流液不再出现油珠即可判断反应已完成，其判断理由是

(3)

加入适量饱和亚硫酸氢钠溶液的目的是_____；
该步骤亦可用草酸在酸性条件下处理，请用反应的离子方程式表达其原理

(4) “用少量热水洗涤滤渣”一步中滤渣的主要成分是_____。

(5) 干燥苯甲酸晶体时，若温度过高，可能出现的结果是_____。

(6) 本实验制备的苯甲酸的纯度为_____；据此估算本实验中苯甲酸的产率最接近于
(填标号)。

A. 70% B. 60%

C. 50% D. 40%

(7) 若要得到纯度更高的苯甲酸，可通过在水中_____的方法提纯。

【考情分析】

题型	考向	预测
制备型 综合实验	仪器的名称、选择及连接	综合性实验仍会以经典传统题型为主,注重对化学基本实验知识的考查,通过实验过程和实验装置的分析,要求回答仪器的名称及仪器的选择,常涉及除杂分离方法、尾气处理方法、实验现象描述、实验方案的设计或评价,体现对实验考查的全覆盖。除常见的题型外还要关注课本必做实验的改进、变式及实验设计与评价的题型。
	实验条件的选择及控制	
	实验现象的描述	
	化学方程式、离子方程式的书写	
	产物的分离与提纯、尾气的处理	
探究型 综合实验	产品纯度或产率的计算	
	物质成分及性质的探究	
	化学反应原理的探究	
定量型 综合实验	实验方案的设计与评价	
	物质组成、纯度(含量)的测定	

核心突破·提能力

考点1 实验仪器的选择与连接顺序

【核 心 梳 理】

1. 仪器的选择

依据实验原理(化学方程式)中反应物及制备物质的状态、用量来选择合适的容器。例如

(1) 固体与固体混合物加热, 多采用大试管盛放。

(2) 液体与液体加热多采用烧瓶盛放。

(3) 固体与液体反应可采用大试管或烧瓶。

(4) 反应需要加热的应根据温度的高低选择酒精灯(500 ℃左右)、水浴(小于 100 ℃)、酒精喷灯(高温)等条件。

(5) 反应物挥发或有副产物生成的需要选择除杂装置, 如洗气瓶(除气体杂质)、过滤、蒸发结晶、分液、分馏装置等。

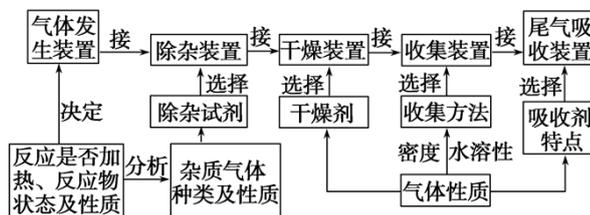
(6) 根据制备物质的量选择合适规格的仪器。

2. 仪器的连接

实验仪器大多按物质制备→纯化→性质探究或验证→环保处理的顺序装配。

(1) 若制备物质为液态时, 装置一般按制备(蒸馏烧瓶)→蒸馏(温度计控温)→冷凝(冷凝管)→接收(牛角管、锥形瓶)顺序连接。

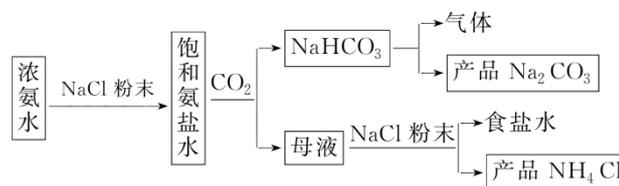
(2) 若制备物质为气态时, 一般按如下思路思考并选择装置连接:



【典 题 精 研】

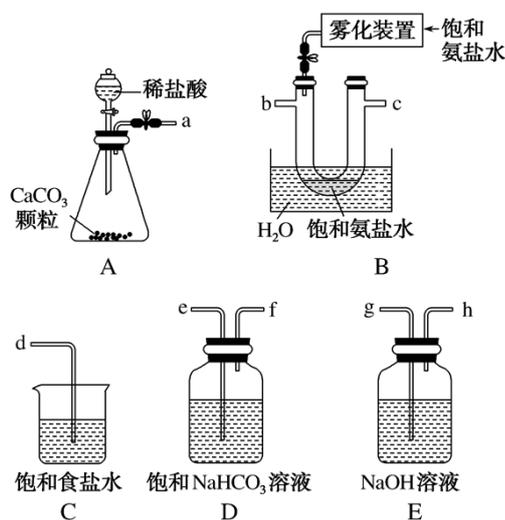
考向实验仪器的选择与连接顺序

例 1 [2021·河北卷节选] 化工专家侯德榜发明的侯氏制碱法为我国纯碱工业和国民经济发展做出了重要贡献。某化学兴趣小组在实验室中模拟并改进侯氏制碱法制备 NaHCO_3 ，进一步处理得到产品 Na_2CO_3 和 NH_4Cl 。实验流程如图：



回答下列问题：

(1) 从 A~E 中选择合适的仪器制备 NaHCO_3 ，正确的连接顺序是_____ (按气流方向，用小写字母表示)。为使 A 中分液漏斗内的稀盐酸顺利滴下，可将分液漏斗上部的玻璃塞打开或_____。



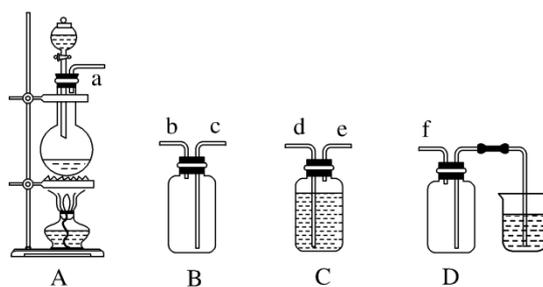
(2) B 中使用雾化装置的优点是_____。

2023 年高考可能这样考

1. 二氧化硫用途广泛，既可用于制造硫酸，又可用于食品的漂白和防腐。

(1) 工业上可用煅烧黄铁矿 (FeS_2) 的方法制取 SO_2 ，发生反应的化学方程式为_____。

(2) 实验室制备并收集干燥的 SO_2 ，所需仪器如图。装置 A 产生 SO_2 ，按气流方向连接各仪器接口顺序 a→_____→_____→_____→_____。



考点 2 实验基本操作与条件的控制

【核 心 梳 理】

1. 基本操作的答题规范

基本操作	答题规范
检查装置气密性	<p>微热法：封闭(关闭活塞、导管末端插入盛水的烧杯中等)、微热(双手捂热或用酒精灯稍微加热)、气泡(观察到导管口有气泡逸出)、水柱(移开双手或停止加热，观察到导管中液面上升形成一段稳定的水柱)</p> <p>液差法：封闭(关闭活塞或用止水夹夹住橡皮管等)、液差(向×××容器中加水，使××和××形成液面差，停止加水，放置一段时间，液面差保持不变)</p>
滴定操作	滴定时，左手控制滴定管活塞，右手振荡锥形瓶，眼睛注视锥形瓶内溶液颜色的变化
证明沉淀完全	静置，取沉淀后的上层清液，加入××试剂(沉淀剂)，若没有沉淀生成，说明沉淀完全
洗涤沉淀	沿玻璃棒向过滤器中的沉淀上加蒸馏水至没过沉淀，静置使其全部滤出，重复操作数 2 至 3 次
检验沉淀是否洗净	取最后一次洗涤液，加入××试剂(根据沉淀可能吸附的杂质离子，选择合适的检验试剂)，若没有××(特征现象)出现，证明沉淀已洗涤干净

降温结晶	蒸发浓缩→冷却结晶→过滤→洗涤(包括水洗、冰水洗、热水洗、乙醇洗等)→干燥
蒸发结晶	将溶液转移到蒸发皿中加热,并用玻璃棒不断搅拌,待有大量晶体出现时停止加热,利用余热蒸干剩余水分

2. 操作目的分析角度

常考操作	思维方向	
末端放置干燥管	防止空气中的水蒸气或二氧化碳干扰实验	
通入 N ₂ 或惰性气体	实验前	防止可燃气体与空气混合加热爆炸;防止反应物与空气中的 O ₂ 、CO ₂ 反应
	实验后	让产生的气体完全排至某一装置被完全吸收
洗涤晶体	①水洗:通常是为了除去晶体表面水溶性的杂质 ②冰水洗涤:能洗去晶体表面的杂质离子,同时防止晶体在洗涤过程中的溶解损耗 ③用特定有机试剂清洗晶体:洗去晶体表面的杂质,降低晶体的溶解度、有利于析出,减少损耗等	
恒压滴液漏斗上的支管的作用	保证反应器(一般为圆底烧瓶)内气压与恒压滴液漏斗内气压相等(平衡气压),使滴液漏斗中的液体易于滴下	
冷凝回流的作用及目的	防止××蒸气逸出(脱离反应体系),提高××物质的转化率	

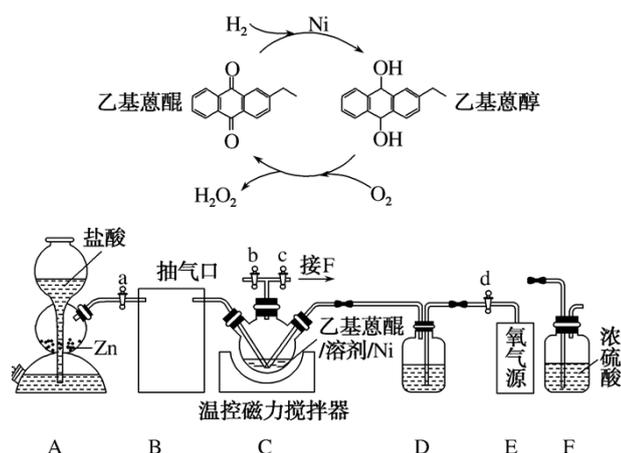
3. 实验条件控制分析角度

实验条件控制		思维方向
改变 试剂、 用量	加过量试剂	使反应完全进行(或增大产率、提高另一反应物的转化率)
	加氧化剂 (如 H_2O_2)	氧化还原性物质, 生成目标产物、除去某种离子
温度 控制	加热	加快化学反应速率或使化学平衡向某方向移动
	降温	防止某物质在高温时分解或使化学平衡向某方向移动
	控制温度范围	若温度过低, 则反应速率(或溶解速率)较慢; 若温度过高, 则某物质(如 H_2O_2 、氨水、草酸、浓硝酸、铵盐等)会分解或挥发
	水浴加热	受热均匀, 温度可控, 且温度不超过 $100\text{ }^\circ\text{C}$
	冰水浴冷却	防止某物质分解或挥发
	趁热过滤	保持过滤温度, 防止温度降低后某物质析出
	减压蒸发(蒸馏)	减压蒸发(蒸馏)降低了温度, 可以防止某物质分解
控制 溶液 pH	分离除杂	抑制水解; 使杂质充分沉淀或溶解, 提高纯度
	调控反应	使溶液呈酸性, 提高氧化性, 除去氧化物(膜)等, 促进氧化还原反应的发生; 或使溶液呈碱性, 除去油污, 除去铝片氧化膜, 溶解铝、二氧化硅等; 控制水解反应的发生

【典 题 精 研】

考向实验基本操作与条件的控制

例 2[2022·辽宁卷节选] H_2O_2 作为绿色氧化剂应用广泛, 氢醌法制备 H_2O_2 原理及装置如下:



已知： H_2O 、 HX 等杂质易使 Ni 催化剂中毒。回答下列问题：

(1) A 中反应的离子方程式为_____。

(2) 装置 B 应为_____ (填序号)。



(3) 检查装置气密性并加入药品，所有活塞处于关闭状态。开始制备时，打开活塞_____，控温 $45\text{ }^\circ\text{C}$ 。一段时间后，仅保持活塞 b 打开，抽出残留气体。随后关闭活塞 b，打开活塞_____，继续反应一段时间。关闭电源和活塞，过滤三颈烧瓶中混合物，加水萃取，分液，减压蒸馏，得产品。

(4) 装置 F 的作用为_____。

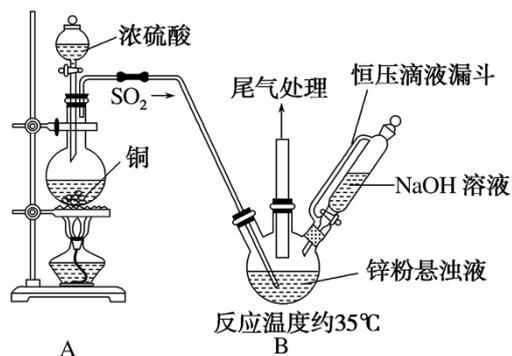
(5) 反应过程中，控温 $45\text{ }^\circ\text{C}$ 的原因为_____

_____。

[题型分析] 综合实验中常考查实验基本操作和反应条件的控制，分析这类问题是要依据实验过程中所涉及物质的性质、实验要求选择合理的操作及条件。

2023 年高考可能这样考

2. 连二亚硫酸钠($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_4$) 也称为保险粉，在空气中极易被氧化，不溶于乙醇、易溶于水，在碱性介质中较稳定，是用途广泛的无机精细化学品。某科研小组设计锌粉法制备 $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_4$ ，装置(部分夹持仪器已省略) 如图所示。回答下列问题：



(1) 通入 SO_2 前装置 B 的三颈烧瓶内应通入 N_2 ，目的是_____。
 通入 SO_2 ，控制反应温度约为 $35\text{ }^\circ\text{C}$ ，反应一段时间后再滴加 NaOH 溶液将有 $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_4$ 和 $\text{Zn}(\text{OH})_2$ 生成。控制反应温度约为 $35\text{ }^\circ\text{C}$ 的方法是_____，写出生成 $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_4$ 和 $\text{Zn}(\text{OH})_2$ 总反应的离子方程式：_____。

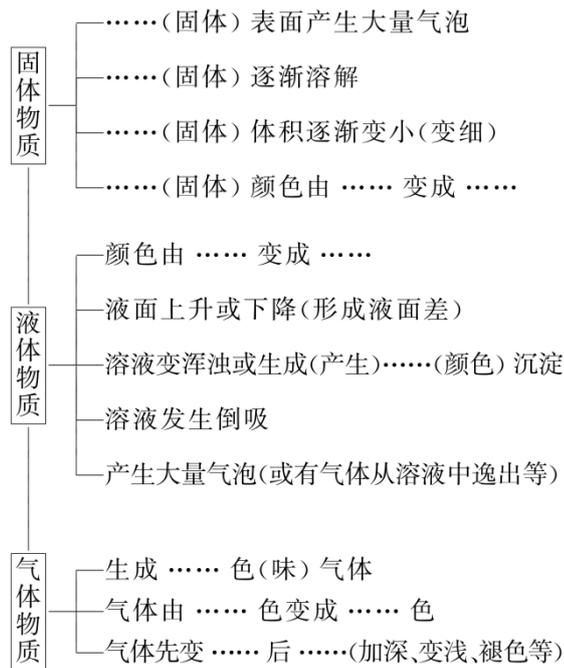
(2) 将反应后的悬浊液过滤后，在微热下加入氯化钠，冷却至 $20\text{ }^\circ\text{C}$ ，析出 $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_4$ 结晶，过滤后再用乙醇洗涤几次后，置于真空干燥箱中干燥即得到 $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_4$ 。简述用乙醇洗涤的原因：

_____。

考点 3 实验现象描述及方案设计

【核 心 梳 理】

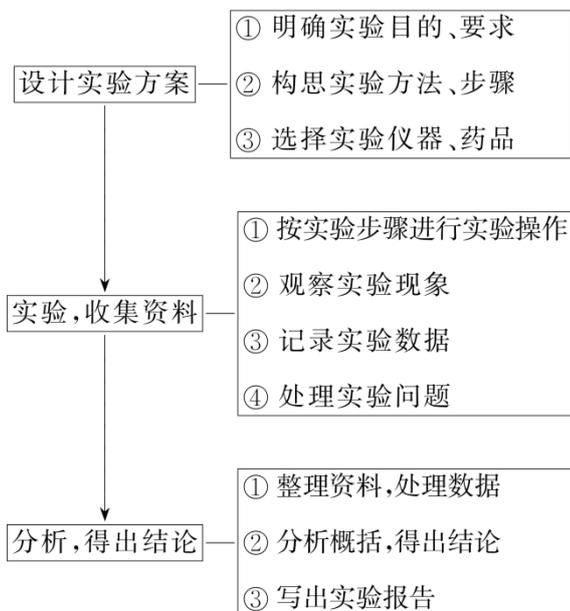
1. 实验现象描述答题模板



[微点拨] 描述实验现象时要注意语言表达的规范性，同时还要注意不要遗漏现象，要从“海”“陆”“空”三个方面进行检查和思考。

2. 实验方案设计的基本思路及原则

(1) 基本思路



(2) 基本原则



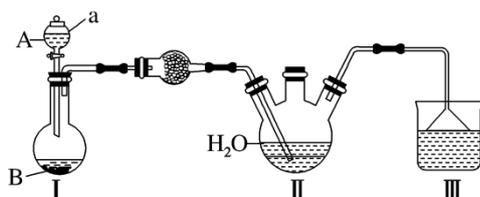
【典题精研】

考向实验现象描述及方案设计

例 3 硫氰化铵(NH_4SCN)可以作为聚合反应和过氧化氢生产的催化剂,某化学实验小组在实验室条件下模拟制备少量样品,常压下的制备原理为 $\text{CS}_2 + 2\text{NH}_3 \xrightarrow{95^\circ\text{C}} \text{NH}_4\text{SCN} + \text{H}_2\text{S}$ 。

步骤 1: 将装置 I 中药品 A 以恒定的速度滴入装有药品 B 的烧瓶中,确保有稳定的氨气缓慢通入装置 II;

步骤 2: 装置 II 加热至 95°C , 发生反应,观察到装置 II 下层液体逐渐减少,直至近乎消失时停止通入氨气。



该实验小组同学为检验生成的产物,设计了如下实验探究。

(1) 取少量 II 中反应后的溶液于试管中，滴加 _____ 溶液，振荡，出现 _____ (填现象)，得出结论产物中含有 SCN^- 。

(2) 设计实验证明产物中存在 NH_4^+ ： _____ (简述实验操作及现象)。

[题型分析] 实验现象的描述一般依据教材演示实验进行融合，要注意全面性、准确性和规范性；实验设计常以物质的分离提纯或检验为载体，应识记常见物质、离子的检验方法，结合设问方式规范作答。

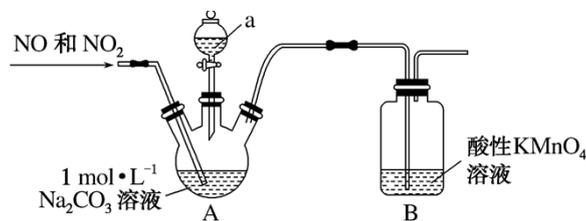
2023 年高考可能这样考

3. 亚硝酸钠 (NaNO_2) 是一种常见的食品添加剂。某实验小组制备 NaNO_2 并对其性质进行探究。

资料： Ag^+ 与 NO_2^- 反应，可生成 AgNO_2 白色沉淀或无色配离子。

I. NaNO_2 的制取 (夹持装置略)

实验 i



向装置 A 中通入一段时间 N_2 ，再通入 NO 和 NO_2 混合气体，待 Na_2CO_3 反应完全后，将所得溶液经系列操作，得到 NaNO_2 白色固体。

(1) 制取 NaNO_2 的离子方程式是 _____。

(2) 小组成员推测 HNO_2 是弱酸。为证实推测，向 NaNO_2 溶液中加入试剂 X，“实验现象”证实该推测合理，加入的试剂及现象分别是 _____。

II. NaNO_2 性质探究

将实验 i 制取的 NaNO_2 固体配制成约 $0.1 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$ NaNO_2 溶液，进行实验 ii 和 iii。

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/995130024314011223>