

# 专题十六 实验方案的设计与评价

## 1 真题多维细目表

真题	涉分	考点		关联考点	核心素养
		制备实验方案的设计与评价	探究物质组成、性质的实验方案的设计与评价		
2020 课标Ⅱ,27	15	苯甲酸的制备		中和滴定	试题中实验方案的设计非常严谨,具有可持续发展意识,遵循了绿色发展的理念,具有原料廉价、原理绿色、条件优化、仪器简单、分离方便的特点。试题很好地考查了实验能力,充分体现了科学态度与社会责任感的学科核心素养
2019 课标Ⅰ,9	6	溴苯的制备		物质的分离和提纯	
2019 课标Ⅰ,26	14	硼酸和轻质氧化镁的制备		物质的分离	
2019 课标Ⅰ,27	15	硫酸铁铵的制备		物质的分离方法	
2019 课标Ⅲ,12	6	次氯酸和 SO <sub>2</sub> 的制备		乙酸乙酯的提纯	
2019 海南单科,17	9	氨基甲酸铵的制备		气体的制备	
2019 天津理综,9	18	环己烯的制备		环己烯的提纯和含量测定	
2018 课标Ⅰ,26	14	醋酸亚铬的制备		物质的分离和提纯	
2016 课标Ⅱ,13	6	胶体的制备		物质的提纯	
2020 课标Ⅰ,27	15		探究型实验	铁及其化合物的性质	
2019 北京理综,28	16		探究型实验方案的设计与评价	SO <sub>2</sub> 的性质	
2019 天津理综,4	6		探究型实验方案的评价	溶液的配制	
2018 课标Ⅱ,13	6		探究型实验方案的评价	溶液的配制	
2018 课标Ⅱ,28	15		探究型实验方案的设计与评价	物质的检验和元素含量的测定	
2018 海南单科,17	10		探究型实验方案的设计与评价	气体的净化	
2018 北京理综,28	16		K <sub>2</sub> FeO <sub>4</sub> 的性质探究实验方案的设计与评价	K <sub>2</sub> FeO <sub>4</sub> 的制备	
2017 课标Ⅲ,26	14		性质探究实验方案的设计与评价	绿矾晶体结晶水含量的测定	
考试内容要求		1.根据化学实验的目的和要求,能做到: ①设计实验方案; ②正确选用实验装置; ③掌握控制实验条件的方法; ④预测或描述实验现象、分析或处理实验数据,得出合理结论; ⑤评价或改进实验方案。 2.以上实验知识与技能的综合应用			

## 2 命题规律与备考策略

**命题规律与趋势** 本专题通常从三个角度来命题,一是以新物质制备为背景进行命题,试题涉及知识面较广,形式灵活多变,思维发散空间大,能够很好地考查综合运用化学实验基础知识解决实际问题的能力;二是将元素化合物知识与实验知识巧妙地融合在一起进行命题,试题增加了新颖度和难度,能充分考查发散思维能力和分析问题的能力;三是将化学实验与化学计算有机地结合在一起进行命题,试题在设计中先通过实验测出相关的有效数据,然后经计算得出物质的组成与含量,题型以综合实验题为主,往往有一定的难度。

预计未来本专题知识依然是高考的必考点,试题将更加灵活多变,会以元素及其化合物和典型有机物的性质为基础,依托新的信息背景来进行实验方案的设计和评价。

**备考方法与策略** 化学创造了一个全新的物质世界,制备物质是化学研究的亮点。备考中要加强教材基础实验的学习,理清实验目的、原理、步骤及结果的关系,熟记解题的切入点——从安全、环保、可行、简约等角度进行设计、评价。关注物质制备、性质探究和定量实验在化学工业生产中的应用。

## 考点清单

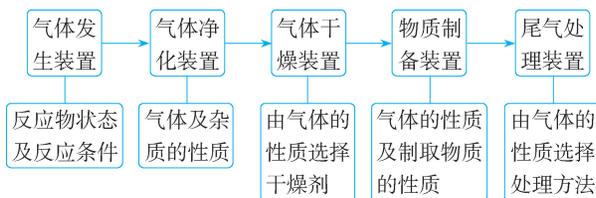
### 考点 1 制备实验方案的设计与评价

#### 一、物质制备实验方案的设计

1. 条件合适,操作方便;
2. 原理正确,步骤简单;
3. 原料丰富,价格低廉;
4. 产物纯净,污染物少。

即从多种路线中选一种最佳的制备途径,合理地选择化学仪器与药品,设计合理的实验装置和实验操作步骤。

#### 二、物质制备一般流程



#### 三、制备实验方案的评价

##### 1. 从实验方案可行性角度评价

只有合理且切实可行的实验方案才有意义。可行性是方案的第一要素,评价方案时应注意从实验原理和操作两个方面分析:理论上要科学合理;操作上要简便可行。

##### 2. 从经济效益角度评价

评价一种实验方案,不仅要从科学性上判断是否可行,还要从经济效益上考虑是否切合实际。

##### 3. 从环保角度评价

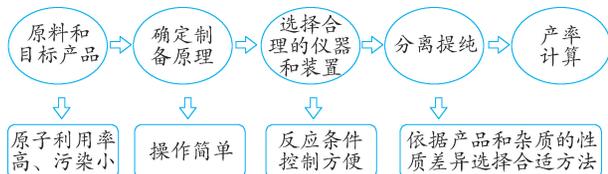
防止污染的根本途径在于控制“三废”的排放,在对实验方案进行评价时,不可忽视环境保护的重要性。

##### 4. 从“安全性”方面评价

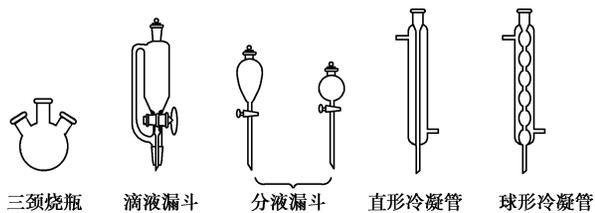
化学实验安全通常要考虑气密性检查、气体纯度检验、加热的顺序、防倒吸、有毒气体的吸收处理等问题。

#### 方法技巧 有机物制备实验题的解题方法

##### (1) 分析制备流程



##### (2) 熟悉重要仪器



##### (3) 找准答题思路

根据题给信息,初步判定物质性质	有机物制备中一般会以表格的形式给出相应的信息,表格中的数据主要是有机化合物的密度、沸点和在水中的溶解性,在分析这些数据时,要多进行横向和纵向比较,挖掘出有价值的信息
注意仪器名称和作用	所给的装置图中有一些不常见的仪器,要明确这些仪器的作用
关注有机反应条件	大多数有机反应副反应较多,且为可逆反应,因此设计有机物制备实验方案时,要注意控制反应条件,尽可能选择步骤少、副产物少的反应

##### (4) 熟悉常考问题

① 有机物易挥发,因此在反应中通常采用冷凝回流装置,以减少有机物的挥发,提高原料的利用率和产物的产率。

② 有机反应通常都是可逆反应,因此常使某种价格较低的反应物过量,以提高另一反应物的转化率和产物的产率。

③ 根据产品与杂质的性质特点选择合适的分离提纯方法,如蒸馏、分液等。

④ 温度计水银球的位置:若要控制反应温度,则应插入反应液中;若蒸馏(或分馏),则应放在蒸馏烧瓶支管口处。

⑤ 冷凝管的选择:球形冷凝管只能用于冷凝回流,直形冷凝管既能用于冷凝回流,又能用于冷凝收集馏分。蒸馏时冷凝管的进出水方向是下进上出。

##### ⑥ 加热方法的选择

a. 酒精灯加热:需要温度不太高的实验。

b. 水浴加热:温度不超过 100 ℃。

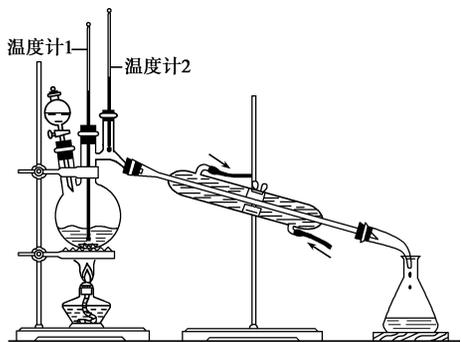
⑦ 防暴沸:加碎瓷片或沸石,防止溶液暴沸。

针对训练

学生用书 P204

1. 已知  $\text{CH}_3\text{CH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{OH} \xrightarrow[90\sim 95\text{ }^\circ\text{C}]{\text{Na}_2\text{Cr}_2\text{O}_7/\text{H}^+} \text{CH}_3\text{CH}_2\text{CH}_2\text{CHO}$ , 利用如图所示装置通过正丁醇合成正丁醛。相关数据如下表所示:

物质	沸点/ $^\circ\text{C}$	密度/ $(\text{g}\cdot\text{cm}^{-3})$	水中溶解性
正丁醇	117.2	0.810 9	微溶
正丁醛	75.7	0.840 0	微溶

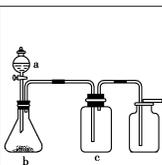


- 下列说法中不正确的是 ( )
- A. 为防止产物进一步被氧化, 应将酸化的  $\text{Na}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$  溶液逐滴加入正丁醇中
  - B. 当温度计 1 示数在  $90\sim 95\text{ }^\circ\text{C}$  之间, 温度计 2 示数在  $76\text{ }^\circ\text{C}$  左右时, 收集产物
  - C. 反应结束后, 将馏出物倒入分液漏斗中, 分去水层, 粗正丁醛从分液漏斗上口倒出
  - D. 向获得的粗正丁醛中加入少量金属钠, 检验其中是否含有正丁醇

**答案 D** 本题涉及正丁醇的氧化、物质的蒸馏、正丁醇的检验方法等知识, 考查了知识的迁移、应用能力及分析和解决问题的能力, 体现了科学探究与创新意识的学科核心素养。A 项,  $\text{Na}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$  溶液在酸性条件下具有强氧化性, 可能继续氧化正丁醛, 因此应逐滴加入, 控制其用量, 正确。B 项, 温度计 1 控制反应温度, 根据反应条件可知应保持在  $90\sim 95\text{ }^\circ\text{C}$ , 既可保证正丁醛及时蒸出, 又可减少进一步反应; 温度计 2 控制馏分温度, 由产物的沸点数据可知, 温度计 2 示数在  $76\text{ }^\circ\text{C}$  左右时, 收集产物正丁醛, 正确。C 项, 正丁醛密度为  $0.840\text{ g}\cdot\text{cm}^{-3}$ , 小于水的密度, 故粗正丁醛应从分液漏斗上口倒出, 正确。D 项, 正丁醇能与钠反应, 但粗正丁醛中含有少量水, 水也能与钠反应, 所以无法检验粗正丁醛中是否含有正丁醇, 错误。

2. 用如图装置制取、提纯并收集表中的四种气体(a、b、c 表示相应仪器中加入的试剂), 其中可行的是 ( )

选项	气体	a	b	c
A	$\text{NO}_2$	浓硝酸	铜片	$\text{NaOH}$ 溶液
B	$\text{SO}_2$	浓硫酸	$\text{Cu}$	酸性 $\text{KMnO}_4$ 溶液
C	$\text{NH}_3$	浓氨水	生石灰	碱石灰
D	$\text{O}_2$	双氧水	$\text{MnO}_2$	浓硫酸

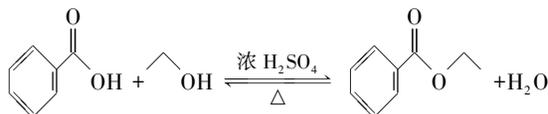


**答案 D** 本题涉及  $\text{NO}_2$ 、 $\text{SO}_2$ 、 $\text{NH}_3$ 、 $\text{O}_2$  制备的原理、发生装置的选择、气体的干燥、收集的方法等知识, 考查了学生对知识的识记、再现及应用等能力, 体现了科学态度与社会责任感的学科核心素养。A 项,  $\text{NO}_2$  能与氢氧化钠溶液反应, 收集不到  $\text{NO}_2$  气体, 错误; B 项, 铜和浓硫酸反应需要加热, 且  $\text{SO}_2$  能被酸性  $\text{KMnO}_4$  溶液

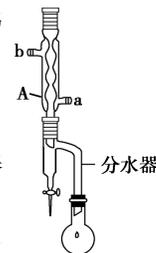
氧化, 故不能用酸性  $\text{KMnO}_4$  溶液除杂, 错误; C 项, 碱石灰是固体干燥剂, 应放在干燥管中, 且应用向下排空气法收集  $\text{NH}_3$ , 错误; D 项,  $\text{H}_2\text{O}_2$  在  $\text{MnO}_2$  的催化作用下分解放出  $\text{O}_2$ ,  $\text{O}_2$  能用浓硫酸干燥, 其密度大于空气, 可用向上排空气法收集, 正确。

3. 实验室制备苯甲酸乙酯的反应装置示意图和有关数据如下:

名称	相对分子质量	密度/ $(\text{g}\cdot\text{cm}^{-3})$	沸点/ $^\circ\text{C}$	水中溶解性
苯甲酸	122	1.266	249	微溶
乙醇	46	0.789	78.3	溶
苯甲酸乙酯	150	1.045	213	难溶
环己烷	84	0.779	80.8	难溶



环己烷、乙醇和水可形成共沸物, 其混合物沸点为  $62.1\text{ }^\circ\text{C}$ 。合成反应: 向圆底烧瓶中加入  $6.1\text{ g}$  苯甲酸、 $20\text{ mL}$  无水乙醇、 $25\text{ mL}$  环己烷和 2 片碎瓷片, 搅拌后再加入  $2\text{ mL}$  浓硫酸。按图组装好仪器后, 水浴加热回流  $1.5$  小时。分离提纯: 继续水浴加热蒸出多余乙醇和环己烷, 经分水器放出。剩余物质倒入盛有  $60\text{ mL}$  冷水的烧杯中, 依次用碳酸钠、无水氯化钙处理后, 再蒸馏纯化, 收集  $210\sim 213\text{ }^\circ\text{C}$  的馏分, 得产品  $5.0\text{ g}$ 。



- 回答下列问题:
- (1) 仪器 A 的名称为 \_\_\_\_\_, 冷却水应从 \_\_\_\_\_ (填“a”或“b”) 口流出。
  - (2) 加入环己烷的目的为 \_\_\_\_\_。
  - (3) 合成反应中, 分水器中会出现分层现象, 且下层液体逐渐增多, 当下层液体高度距分水器支管约  $2\text{ cm}$  时开启活塞放出少量下层液体。该操作的目的是 \_\_\_\_\_。
  - (4) 实验中加入碳酸钠的目的为 \_\_\_\_\_; 经碳酸钠处理后, 若粗产品与水分层不清, 可采取的措施为 \_\_\_\_\_。
  - (5) 在该实验中, 圆底烧瓶的容积最适合的是 \_\_\_\_\_ (填字母)。
    - A.  $50\text{ mL}$       B.  $100\text{ mL}$       C.  $200\text{ mL}$       D.  $300\text{ mL}$
  - (6) 本实验的产率为 \_\_\_\_\_。

**答案** (1) 球形冷凝管 b (2) 在较低温度下除去产物水, 提高产率 (3) 确保乙醇和环己烷及时返回反应体系而下层水不会回流到体系中 (4) 除去苯甲酸和硫酸 加氯化钠进行盐析 (5) B (6)  $66.7\%$

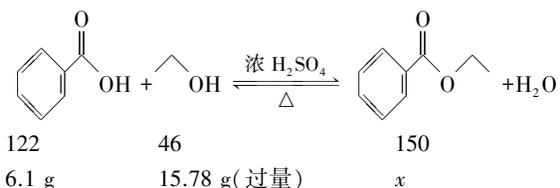
**解析** 本题涉及苯甲酸乙酯的制备、分离与提纯等知识, 是教材中乙酸乙酯的制备的拓展延伸, 考查了知识的迁移、应用能力和实验能力, 体现了科学探究与创新意识的学科核心素养。(2) 根据环己烷、乙醇和水可形成共沸物, 其混合物沸点为  $62.1\text{ }^\circ\text{C}$  可知, 环己烷在合成反应中的作用是与水形成共沸物, 在较低温度下除去生成的水, 促进酯化反应向右进行, 提高产率。

(3)分水器中上层是油状物,下层是水,当油层液面高于支管口时,油层会沿着支管流回烧瓶,达到了反应物回流、提高产率的目的。因此当下层液体高度距分水器支管约2 cm时,应开启活塞,放出下层的水,避免水层升高流入烧瓶。

(4)合成反应结束后,圆底烧瓶中主要含有苯甲酸乙酯(产物)、苯甲酸(未反应完)、硫酸(催化剂)、乙醇、环己烷,水浴加热除去乙醇和环己烷,剩余的物质主要为苯甲酸乙酯、苯甲酸、硫酸。加入碳酸钠溶液可除去苯甲酸、硫酸,生成易溶于水的盐;经碳酸钠溶液处理后,若粗产品与水分层不清,可加入食盐进行盐析,进一步降低酯的溶解;然后用分液漏斗分离出有机层,加入无水氯化钙吸收残余的水,再进行蒸馏,接收210~213℃的馏分。

(5)圆底烧瓶中需要加入液体的总体积约为20 mL+25 mL+2 mL=47 mL,而圆底烧瓶中所能盛放的液体的体积应不超过圆底烧瓶容积的2/3,故应选择容积为100 mL的圆底烧瓶。

(6) $m(\text{乙醇})=(0.789 \times 20) \text{ g} = 15.78 \text{ g}$ ,设苯甲酸乙酯的理论产量为 $x$ ,则:

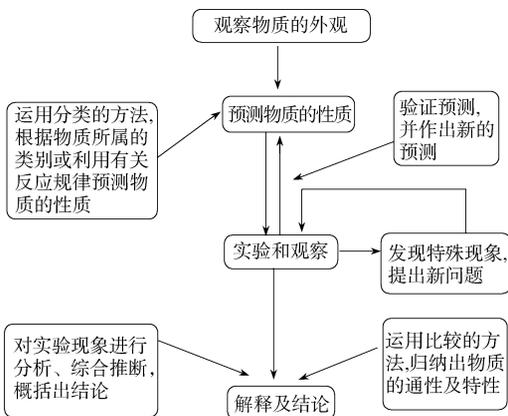


解得  $x = 7.5 \text{ g}$ , 则产率 =  $\frac{\text{实际产量}}{\text{理论产量}} \times 100\% = \frac{5.0 \text{ g}}{7.5 \text{ g}} \times 100\% \approx 66.7\%$ 。

## 考点 2 探究物质组成、性质的实验方案的设计与评价

### 一、探究物质组成、性质的实验方案的设计程序

观察物质的外观→预测物质的性质→实验和观察→解释及结论。图示如下:



### 二、探究实验方案的评价

#### 1. 对实验用品选择的评价

包括仪器的选择、药品的选择、连接方式的选择等。仪器的选择包括发生装置(几种基本类型)、净化装置(除杂质的试剂与顺序)、反应装置、收集装置、尾气处理装置等的选择;药品的选择包括种类、浓度、物质状态等的选择;连接方式的选择,包括仪器连接的先后顺序、导管接口的连接方式等的选择。

#### 2. 对不同实验方案的评价

对几个实验方案的正确与错误、严密与不严密、准确与不准确作出判断。要考虑是否合理、有无干扰现象、经济上是否合算

和对环境有无污染等。

### 3. 最佳方案的选用

几个实验方案都能达到目的,应分析各方案的优劣并选出其中最佳的一个。所谓最佳,无非是装置最简单、药品容易取得且价格低廉、原料利用率高、现象明显、无干扰物质以及无污染等。

### 针对训练

学生用书 P205

1. 为探讨化学平衡移动原理与氧化还原反应规律的联系,进行如图所示实验:

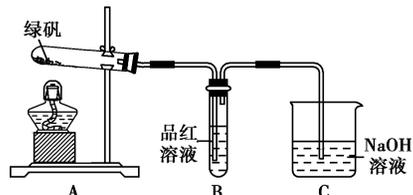
下列说法不正确的是 ( )

- A. 试管 i 溶液变蓝证明有  $\text{I}_2$  生成  
 B. 结合试管 i、ii 中现象,可知  $2\text{Fe}^{3+} + 2\text{I}^- \rightleftharpoons 2\text{Fe}^{2+} + \text{I}_2$   
 C. 试管 iii 中溶液褪色说明  $\text{I}_2$  转化为  $\text{I}^-$ ,此时  $\text{I}^-$  还原性强于  $\text{Fe}^{2+}$   
 D. 对比实验 I 和试管 iii 中现象,说明物质的氧化性与还原性强弱受浓度影响

**答案 C** 本题涉及  $\text{I}_2$  的检验、 $\text{Fe}^{3+}$  的检验等知识,考查了分析问题、解决问题的能力,体现了科学探究与创新意识的学科核心素养。

A 项,淀粉遇碘变蓝,试管 i 中溶液变蓝证明有  $\text{I}_2$  生成,正确; B 项,试管 ii 中溶液变红,说明有  $\text{Fe}^{3+}$  存在,同时存在  $\text{Fe}^{3+}$  与  $\text{I}_2$  说明实验 I 中反应为可逆反应,即  $2\text{Fe}^{3+} + 2\text{I}^- \rightleftharpoons 2\text{Fe}^{2+} + \text{I}_2$ ,正确; C 项,试管 iii 中产生  $\text{AgI}$  沉淀,溶液褪色,说明  $\text{I}_2$  转化为  $\text{I}^-$ ,平衡逆向移动, $\text{Fe}^{2+}$  为还原剂, $\text{I}^-$  为还原产物,故此时  $\text{Fe}^{2+}$  还原性强于  $\text{I}^-$ ,错误; D 项,实验 I 中  $\text{Fe}^{2+}$  为还原产物, $\text{I}^-$  为还原剂,故  $\text{I}^-$  还原性强于  $\text{Fe}^{2+}$ ,试管 iii 中加入  $\text{AgNO}_3$  溶液, $\text{I}^-$  浓度降低,还原性减弱,故可以说明物质的氧化性与还原性强弱受浓度影响,正确。

2. 绿矾( $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ )在不同温度下可分解得到各种铁的氧化物和硫的氧化物。已知  $\text{SO}_3$  是一种无色晶体,熔点  $16.8 \text{ }^\circ\text{C}$ ,沸点  $44.8 \text{ }^\circ\text{C}$ ,氧化性及脱水性较浓硫酸强,能漂白某些有机染料,如品红等。回答下列问题:

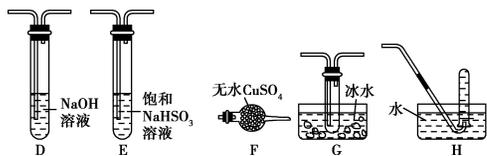


(1) 同学甲按如图所示装置实验检验绿矾的分解产物。装置 B 中可观察到的现象是 \_\_\_\_\_,由此得出绿矾的分解产物中含有  $\text{SO}_2$ 。装置 C 的作用是 \_\_\_\_\_。

(2) 同学乙认为同学甲的实验结论不严谨。乙对甲做完实验的 B 装置试管进行加热,发现褪色的品红溶液未恢复红色,则可证明绿矾分解的产物中 \_\_\_\_\_ (填字母)。

- A. 不含  $\text{SO}_2$     B. 可能含  $\text{SO}_2$     C. 一定含有  $\text{SO}_3$

(3) 同学丙查阅资料发现绿矾受热分解还可能有  $O_2$  放出, 为此, 丙选用甲的部分装置和下列部分装置设计出了一套检验绿矾分解气态产物的装置:



① 同学丙的实验装置中, 依次连接的合理顺序为 \_\_\_\_\_。

② 能证明绿矾分解产物中有  $O_2$  的实验操作及现象是 \_\_\_\_\_。

(4) 为证明绿矾分解产物中含有三价铁, 选用的实验仪器有试管、药匙、\_\_\_\_\_ ; 选用的试剂为 \_\_\_\_\_。

**答案** (1) 品红溶液褪色 吸收尾气, 防止  $SO_2(SO_3)$  等气体扩散到空气中, 污染环境

(2) BC

(3) ① AFGBDH ② 把 H 中的导管移出水面, 撤走酒精灯, 用拇指堵住试管口, 取出试管, 立即把带火星的木条伸入试管内, 木条复燃, 证明试管中收集的气体是氧气

(4) 胶头滴管 盐酸、KSCN 溶液

**解析** 本题涉及化学仪器的使用、 $SO_2$  的检验、 $Fe^{3+}$  的检验、

气体的收集等知识, 考查了实验能力和分析问题、解决问题的能力, 体现了科学探究与创新意识和科学态度与社会责任学科核心素养。

(1) 绿矾在不同温度下可分解得到各种铁的氧化物和硫的氧化物,  $SO_2$ 、 $SO_3$  都能使品红溶液褪色, 则装置 B 中可观察到的现象是品红溶液褪色; 装置 C 的作用是吸收尾气, 防止  $SO_2(SO_3)$  等气体扩散到空气中, 污染环境。

(2) 经  $SO_2$  漂白过的品红溶液加热后可恢复红色,  $SO_3$  也能漂白品红, 但  $SO_3$  漂白后的品红溶液加热后不恢复红色。对 B 装置试管进行加热, 褪色的品红溶液未恢复红色, 说明产物中一定含  $SO_3$ 、可能含  $SO_2$ 。

(3) ① 根据题意, 绿矾分解的气态产物可能有  $H_2O(g)$ 、 $SO_2$ 、 $SO_3$  和  $O_2$ 。检验  $H_2O(g)$  用无水  $CuSO_4$ ; 检验  $SO_2$  用品红溶液; 根据  $SO_3$  的熔点为  $16.8\text{ }^\circ\text{C}$ , 检验  $SO_3$  可将气态产物冷却, 观察是否有晶体析出; 检验  $O_2$  时用带火星的木条。为了防止检验其他气体时溶液挥发的  $H_2O(g)$  干扰检验, 故先检验  $H_2O(g)$ ; 由于  $SO_3$  也能漂白品红, 所以先检验  $SO_3$  并除去  $SO_3$ , 后检验  $SO_2$ ; 检验  $SO_2$  后用碱液吸收  $SO_2$ , 收集并检验  $O_2$ , 装置连接的合理顺序为 AFGBDH。

(4) 绿矾分解得到铁的氧化物和硫的氧化物, 要证明分解产物中含有三价铁, 可用非氧化性酸将分解的固体产物溶解, 再用 KSCN 溶液检验; 选用的实验仪器有试管、药匙、胶头滴管; 选用的试剂是盐酸、KSCN 溶液。

## 微专题

## 实验综合题的解题策略

## 素养提升

**变化观念与平衡思想:**运用实验验证、预测或探究问题时,要注意化学反应的条件,条件不同,产物不同,在例题中设计了平衡移动的问题,借以达到提升变化观念与平衡思想学科核心素养的目的。

**科学探究与创新意识:**从问题和假设出发,确定探究目的,设计探究方案,进行实验探究,如例题中的“(3)探究棕黑色沉淀的组成”,对实验过程中出现的特殊现象敢于提出自己的见解,并进行进一步的探究。

**证据推理与模型认知:**建立观点、结论和证据之间的逻辑关系,针对不同类型的综合实验题建立思维模型,运用模型解释化学现象,依据答题模板快速准确地回答问题。

**科学态度与社会责任:**实验方案的设计要严谨,具有可持续发展意识和绿色化学观念,遵循的优化原则是原料廉价、原理绿色、条件优化、仪器简单、分离方便,如强化训练2中的(2)等问题就是本着上述原则设计的。

## 方法指导

## 1. 解题思路、方法

(1)巧审题,明确实验目的和实验原理。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境(或题中所给实验目的),结合元素及化合物等有关知识获取。

(2)想过程,理清实验操作的先后顺序,把握各步实验操作的要点。

(3)看准图,分析各实验装置的作用。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功的关键,以及产生误差的原因,或从有关数据中归纳出定量关系式,绘制变化曲线等。

## 2. 解题技巧

一个化学实验必须依据一定的实验原理,使用一定的仪器组装成一套实验装置,按一定顺序操作,才能顺利完成。因此,我们可以把一道综合实验题分解成几个既相互独立又互相关联的小实验、小操作来解答。由各个小实验确定各步操作,再由各个小实验之间的关系确定操作的先后顺序。基本思路如下:

综合实验  $\xrightarrow{\text{分析、拆解}}$  小实验  $\xrightarrow{\text{根据各个小实验原理}}$  确定基本操作及其先后顺序

**例** 实验小组探究 KI 与  $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2$  的反应,进行实验一:

2 mL 1 mol · L<sup>-1</sup> KI 溶液  $\xrightarrow{\text{滴加 1 mL 1 mol · L}^{-1} \text{ Cu}(\text{NO}_3)_2 \text{ 溶液 (硝酸酸化, pH=1.5)}}$  棕黑色浊液  $\xrightarrow{\text{静置}}$  棕黑色沉淀 + 棕黄色清液

注:本实验忽略  $\text{Cu}^{2+}$  在此条件下的水解。

(1)取棕黄色清液,加入少量 \_\_\_\_\_ 溶液(试剂 a),清液变为 \_\_\_\_\_ 色,说明生成了  $\text{I}_2$ 。

(2)探究生成  $\text{I}_2$  的原因。

①甲同学进行如下实验:向 2 mL 1 mol · L<sup>-1</sup> KI 溶液中加入 1 mL \_\_\_\_\_ 溶液(硝酸酸化, pH=1.5),再加入少量试剂 a,观察到与(1)相同的现象。甲同学由此得出结论:实验一中生成  $\text{I}_2$  的原因是酸性条件下  $\text{NO}_3^-$  氧化了  $\text{I}^-$ 。

②乙同学认为仅由甲同学的实验还不能得出相应结论。他的理由是实验没有排除 \_\_\_\_\_ 氧化  $\text{I}^-$  的可能性。

③若要证明实验一中确实是  $\text{NO}_3^-$  氧化了  $\text{I}^-$ ,应在实验一的基础上进行检验 \_\_\_\_\_ 的实验。

(3)探究棕黑色沉淀的组成。

①查阅资料得知:  $\text{CuI}$  为难溶于水的白色固体。于是对棕黑色沉淀的组成提出两种假设:

a.  $\text{CuI}$  吸附  $\text{I}_2$ ;

b. \_\_\_\_\_ 吸附  $\text{I}_2$ 。

为证明上述假设是否成立,取棕黑色沉淀进行实验二:

棕黑色沉淀  $\xrightarrow{\text{滴加 } x \text{ mL 1 mol · L}^{-1} \text{ Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \text{ 溶液, 振荡, 静置}}$  现象 i.  $x=0.5$  时, 沉淀变为白色, 上层清液无色; 现象 ii.  $x=1$  时, 沉淀消失, 溶液仍为无色

$\xrightarrow{\text{滴加 1 mL CCl}_4 \text{ 溶液, 振荡, 静置}}$  现象 iii.

已知:  $\text{CuI}$  难溶于  $\text{CCl}_4$ ;  $\text{I}_2 + 2\text{S}_2\text{O}_3^{2-} \rightleftharpoons 2\text{I}^- + \text{S}_4\text{O}_6^{2-}$  (无色);  $\text{Cu}^+ + 2\text{S}_2\text{O}_3^{2-} \rightleftharpoons \text{Cu}(\text{S}_2\text{O}_3)_2^{3-}$  (无色)。

由实验二得出结论:棕黑色沉淀是  $\text{CuI}$  吸附  $\text{I}_2$  形成的。

②现象 iii 为 \_\_\_\_\_。

③用化学平衡移动原理解释产生现象 ii 的原因: \_\_\_\_\_

④由实验二可推知,  $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2$  与 KI 反应过程中,一定发生的反应的离子方程式为 \_\_\_\_\_。

## 命题分析

本题涉及  $\text{I}^-$  的性质、 $\text{I}_2$  的检验、 $\text{HNO}_3$  的氧化性及化学平衡

移动和离子方程式的书写等知识,考查了实验探究能力及分析问题、解决问题的能力,体现了科学探究与创新意识和变化观念与平衡思想的学科核心素养。

**解析** (1)此实验的目的是验证发生氧化还原反应产生了 I<sub>2</sub>,利用淀粉遇碘变蓝进行验证,即试剂 a 为淀粉溶液,清液变为蓝色,说明生成了 I<sub>2</sub>。

(2)①实验一中 Cu<sup>2+</sup>有可能氧化 I<sup>-</sup>得到 I<sub>2</sub>,因此需要排除 Cu<sup>2+</sup>的干扰,可向 2 mL 1 mol · L<sup>-1</sup> KI 溶液中加入 1 mL 2 mol · L<sup>-1</sup> KNO<sub>3</sub> 溶液(硝酸酸化, pH = 1.5),再加入少量淀粉溶液;②溶液中的 Cu<sup>2+</sup>和溶液中溶解的氧气都有可能氧化 I<sup>-</sup>;③根据实验目的,需要检验 NO<sub>3</sub><sup>-</sup> 的还原产物。

(3)①根据假设 a, Cu<sup>2+</sup>的化合价降低到+1 价形成 CuI,则也有可能降低到 0 价形成 Cu,因此假设 b 为 Cu 吸附 I<sub>2</sub>;②I<sub>2</sub> 易溶于有机溶剂,而 CuI 不溶于 CCl<sub>4</sub>,因此实验 iii 的现象是棕黑色固体颜色变浅,液体变为紫红色;③CuI 在溶液中存在沉淀溶解平衡: CuI(s) ⇌ Cu<sup>+</sup>(aq) + I<sup>-</sup>(aq),加入足量 Na<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 溶液后, S<sub>2</sub>O<sub>3</sub><sup>2-</sup> 与 Cu<sup>+</sup> 反应生成 Cu(S<sub>2</sub>O<sub>3</sub>)<sub>2</sub><sup>3-</sup>,使 c(Cu<sup>+</sup>) 减小,平衡正向移动,从而使白色沉淀溶解;④因为不考虑 Cu<sup>2+</sup> 的水解,根据实验二, Cu<sup>2+</sup> 把 I<sup>-</sup> 氧化成 I<sub>2</sub>,自身被还原成+1 价的 Cu<sup>+</sup>, Cu<sup>+</sup> 与 I<sup>-</sup> 结合形成沉淀,因此反应的离子方程式为 2Cu<sup>2+</sup> + 4I<sup>-</sup> = 2CuI ↓ + I<sub>2</sub>。

**答案** (1)淀粉 蓝

(2)①2 mol · L<sup>-1</sup> NaNO<sub>3</sub>(或 KNO<sub>3</sub>)

②溶液中的 Cu<sup>2+</sup>、空气中的 O<sub>2</sub>

③NO<sub>3</sub><sup>-</sup> 的还原产物(NO、NO<sub>2</sub>等)

(3)①Cu

②棕黑色固体颜色变浅,溶液变为紫红色

③CuI 在溶液中存在溶解平衡: CuI(s) ⇌ Cu<sup>+</sup>(aq) + I<sup>-</sup>(aq),加入足量 Na<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 溶液后, S<sub>2</sub>O<sub>3</sub><sup>2-</sup> 与 Cu<sup>+</sup> 反应生成 Cu(S<sub>2</sub>O<sub>3</sub>)<sub>2</sub><sup>3-</sup>,使 c(Cu<sup>+</sup>) 减小,平衡正向移动,从而使白色沉淀溶解

④2Cu<sup>2+</sup> + 4I<sup>-</sup> = 2CuI ↓ + I<sub>2</sub>

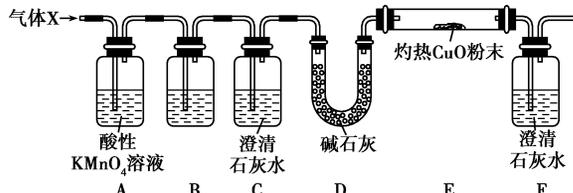
**强化训练**

学生用书 P207

1.钢材在社会发展中应用广泛。为研究某种碳素钢(含少量碳和硫)的成分,科研小组进行了如下探究活动。

称取碳素钢(已除表面氧化物) 24.0 g 放入耐高温反应管中与 O<sub>2</sub> 反应,除去未反应的 O<sub>2</sub>,收集到干燥混合气体 X 1.12 L(已折算成标准状况下的体积)。

(1)科研小组用下图所示实验装置检验混合气体 X 的组成。



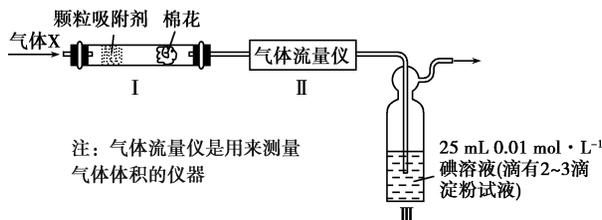
①装置 B 中的试剂是 \_\_\_\_\_, 装置 C 的作用是 \_\_\_\_\_。

②若观察到 \_\_\_\_\_ (填写实验现象), 证明 X 中含有 CO。

(2)反应后,耐高温反应管内固体中除含有 Fe<sup>3+</sup> 之外,还可能含有 Fe<sup>2+</sup>。要确定其中的 Fe<sup>2+</sup>, 可选用 \_\_\_\_\_ (填序号)。

- a. KSCN 溶液和氯水
- b. KSCN 溶液和铁粉
- c. 稀盐酸和 K<sub>3</sub>[Fe(CN)<sub>6</sub>] 溶液
- d. 稀硫酸和 KMnO<sub>4</sub> 溶液

(3)科研小组用下图所示装置(部分)测定 SO<sub>2</sub> 的体积分数,并计算碳素钢的含碳量。将气体 X 缓慢通过实验装置,当观察到 \_\_\_\_\_ (填写实验现象)时,停止通气,此时气体流量仪显示的流量为 112 mL(已换算成标准状况下的体积)。则气体 X 中 SO<sub>2</sub> 的体积分数为 \_\_\_\_\_, 碳素钢中碳元素的质量分数为 \_\_\_\_\_ (保留 1 位小数)。



注: 气体流量仪是用来测量气体体积的仪器

**答案** (1)①品红溶液 验证 X 中是否含有 CO<sub>2</sub>

②E 中黑色固体逐渐变红, F 中澄清石灰水变浑浊

(2)cd

(3)Ⅲ中溶液由蓝色突变为无色 5% 2.4%

**解析** 本题涉及 SO<sub>2</sub> 的性质、Fe<sup>2+</sup> 的检验、仪器的使用和化学计算等知识,考查了实验探究能力及分析问题、解决问题的能力,体现了科学探究与创新意识和科学态度与社会责任学科核心素养。

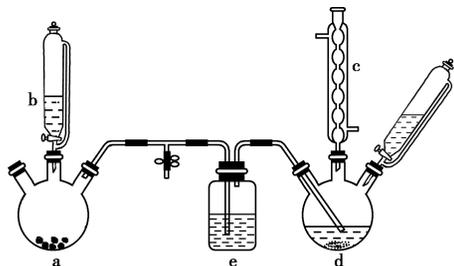
(1)碳素钢在耐高温反应管中与 O<sub>2</sub> 反应,碳和硫可能转化为 CO、CO<sub>2</sub>、SO<sub>2</sub>。①气体 X 通过装置 A,酸性高锰酸钾溶液褪色,可以证明其中含有 SO<sub>2</sub> 并能除去 SO<sub>2</sub>;装置 B 中盛装品红溶液,品红溶液不褪色,说明 SO<sub>2</sub> 已经除尽;装置 C 中盛装澄清石灰水,作用是检验气体 X 中是否含有 CO<sub>2</sub>;装置 D 中碱石灰的作用是除去 CO<sub>2</sub>。②若气体 X 中含有 CO,则装置 E 中灼热 CuO 粉末(黑色)转化成 Cu(红色),装置 F 中澄清石灰水变浑浊。

(2)取反应后耐高温反应管内的固体于试管中,可先加稀盐酸或稀硫酸溶解,此时溶液中一定含有 Fe<sup>3+</sup>,可能含有 Fe<sup>2+</sup>,因此不能通过先将 Fe<sup>2+</sup> 氧化为 Fe<sup>3+</sup>,再用 KSCN 溶液检验 Fe<sup>3+</sup> 的方法来确定 Fe<sup>2+</sup> 是否存在;当利用 Fe<sup>2+</sup> 的还原性来检验时,可以选择酸性 KMnO<sub>4</sub> 溶液,现象是酸性 KMnO<sub>4</sub> 溶液褪色;也可以选择 K<sub>3</sub>[Fe(CN)<sub>6</sub>] 溶液检验 Fe<sup>2+</sup>,现象是生成蓝色沉淀。

(3)测定 SO<sub>2</sub> 的体积分数的实验原理: SO<sub>2</sub> + I<sub>2</sub> + 2H<sub>2</sub>O = 2HI + H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>,开始时Ⅲ中溶液为蓝色,当溶液由蓝色变为无色时,停止通气。n(SO<sub>2</sub>) = n(I<sub>2</sub>) = 0.01 mol · L<sup>-1</sup> × 0.025 L = 0.000 25 mol, 气体 X 中 SO<sub>2</sub> 的体积分数为  $\frac{0.000\ 25\ \text{mol} \times 22.4\ \text{L} \cdot \text{mol}^{-1}}{0.112\ \text{L}} \times 100\% = 5\%$ 。气体 X 中 SO<sub>2</sub> 占总体积的 5%, 则 CO、CO<sub>2</sub> 共占总体积的 95%, n(C) =

$\frac{1.12 \text{ L}}{22.4 \text{ L} \cdot \text{mol}^{-1}} \times 95\% = 0.0475 \text{ mol}$ , 故碳素钢中碳元素的质量分数为  $\frac{12 \text{ g} \cdot \text{mol}^{-1} \times 0.0475 \text{ mol}}{24.0 \text{ g}} \times 100\% \approx 2.4\%$ 。

2. 氯苯在染料、医药工业中常用于制造苯酚、硝基氯苯、苯胺、硝基苯酚等有机中间体。实验室中制备氯苯的装置如图所示(其中夹持仪器已略去)。



请回答下列问题:

- 仪器 a 中盛有  $\text{KMnO}_4$  晶体, 仪器 b 中盛有浓盐酸。打开仪器 b 中的活塞, 使浓盐酸缓缓滴下, 可观察到仪器 a 内的现象是 \_\_\_\_\_, 用离子方程式表示产生该现象的原因: \_\_\_\_\_。
- 仪器 b 外侧的细玻璃导管的作用是 \_\_\_\_\_。
- 仪器 d 中盛有苯、 $\text{FeCl}_3$  粉末, 仪器 a 中生成的  $\text{Cl}_2$  经过仪器 e 进入仪器 d 中。
  - 仪器 e 盛装的试剂名称是 \_\_\_\_\_。
  - 仪器 d 中的反应进行过程中, 应保持温度在  $40 \sim 60 \text{ }^\circ\text{C}$  之间, 以减少副反应的发生。仪器 d 的加热方式最好采用 \_\_\_\_\_ 加热。
- 仪器 c 的作用是 \_\_\_\_\_。
- 该方法制备的氯苯中含有很多杂质。在工业生产中, 先通过水洗除去  $\text{FeCl}_3$ 、 $\text{HCl}$  及部分  $\text{Cl}_2$ , 然后通过碱洗除去其余  $\text{Cl}_2$ , 碱洗后通过分液得到含氯苯的有机混合物, 混合物成分及各成分的沸点如下表所示:

有机物	苯	氯苯	邻二氯苯	间二氯苯	对二氯苯
沸点/ $^\circ\text{C}$	80.0	132.2	180.4	172.0	173.4

- 碱洗前先进行水洗的目的是 \_\_\_\_\_。
- 从该有机混合物中提取氯苯时, 采用蒸馏方法, 收集 \_\_\_\_\_  $^\circ\text{C}$  左右的馏分。

- (6) 实际工业生产中, 苯的流失量如下表所示:

损失项目	蒸气挥发	二氯苯	其他	合计
苯流失量/ $(\text{kg} \cdot \text{t}^{-1})$	20.8	11.7	56.7	89.2

某一次投产, 加入 13 t 苯, 则制得的氯苯为 \_\_\_\_\_ t (保留一位小数)。

- 答案** (1) 有黄绿色气体生成  $2\text{MnO}_4^- + 10\text{Cl}^- + 16\text{H}^+ = 2\text{Mn}^{2+} + 5\text{Cl}_2 \uparrow + 8\text{H}_2\text{O}$   
 (2) 使浓盐酸能顺利滴下(或平衡仪器 a、b 内的压强)  
 (3) ①浓硫酸 ②水浴  
 (4) 冷凝回流  
 (5) ①减少后续碱洗操作时碱的用量, 节约成本  
 ②132.2  
 (6) 17.1

**解析** (1) 仪器 a 内发生的反应是  $\text{KMnO}_4$  在酸性条件下氧化  $\text{Cl}^-$  生成  $\text{Cl}_2$  的反应。

(2) 仪器 b 外侧的细玻璃导管能使仪器 a 与仪器 b 中的压强保持相同, 从而使浓盐酸能顺利滴下。

(3) ①仪器 a 中制备的  $\text{Cl}_2$  中含有水蒸气和  $\text{HCl}$  杂质, 而后续氯苯的制备中也产生  $\text{HCl}$ , 故  $\text{HCl}$  对氯苯的制备无影响, 因此洗气瓶中应盛有浓硫酸, 对气体进行干燥; ②制备氯苯的反应需要温度低于  $100 \text{ }^\circ\text{C}$ , 故最好采用平缓易控的水浴加热方式。

(4) 仪器 c 为球形冷凝管, 起冷凝回流的作用。

(6) 由苯制取氯苯的反应中  $n(\text{C}_6\text{H}_6) : n(\text{C}_6\text{H}_5\text{Cl}) = 1 : 1$ , 又  $M(\text{C}_6\text{H}_6) = 78 \text{ g} \cdot \text{mol}^{-1}$ ,  $M(\text{C}_6\text{H}_5\text{Cl}) = 112.5 \text{ g} \cdot \text{mol}^{-1}$ , 故最终制得

$$\text{氯苯的质量} = 13 \text{ t} \times \frac{1000 - 89.2}{1000} \times \frac{112.5}{78} \approx 17.1 \text{ t}。$$