

第五部分 化学实验

在奋斗者的眼里 理想是岸 生命是船 命运就是手中的双桨。

——但丁

实验部分采取分散与集中相结合的复习方法,即六部分实验分散在元素及化合物或其他部分复习内容中,本部分是对一些重点或有代表性实验进行专题复习讲解。

考点 24 化学实验基础知识及化学实验基本操作

高考考点检索

1. 了解化学仪器的主要用途和使用方法;
2. 掌握化学实验的基本操作;
3. 掌握试剂的保存原则和特殊试剂的存放。

实验要点归纳

一、化学实验基础知识

1. 常见化学仪器的用途和使用方法

类别	名称	主要用途	使用方法和主要注意事项
容器与反应器	可直接加热	试管	进行少量物质间的反应
		坩锅	固体物质的高温灼烧
		蒸发皿	溶液的蒸发、浓缩、结晶
	隔网可加热	烧杯	溶解、配液、反应器
		烧瓶(圆底、平底和蒸馏烧瓶)	反应器、液体的蒸馏等
		锥形瓶	反应器、接受器
	不能加热	集气瓶	收集气体或暂时贮气
		试剂瓶(广口、细口)	广口:盛固体药品 细口:盛液体药品
		启普发生器	固—液不加热反应器
测量器	粗量器	量筒	粗略量取一定体积的液体(精确度:0.1mL)
	精量器	容量瓶	配制一定体积、一定物质的量浓度的溶液
		滴定管	酸、碱中和滴定(精确度=0.01mL)
计量器	天平	称量物质的质量(精确度=0.1g)	称前用“0”点,称量时左物右码,不能称热物质,被称物不能直接放在托盘上,两盘各放一张大小相同的纸,易潮解的或具有腐蚀性的放在玻璃器皿中称量
	温度计	测量温度	水银球不能接触器壁,不能当搅拌器使用





漏斗	普通漏斗	向小口容器中注液与滤纸配合, 分离固液混和物	过滤时应“一贴二低三靠”
	长颈漏斗	装配反应器	长管末端插入反应器的液面以下
	分液漏斗	分离密度不同且互不相溶的液体, 作反应器的随时加液装置	分液时, 下层液体自下口放出, 上层液体自上口倒出, 不宜盛碱性液
其他	干燥管(U 型, 球型)	干燥或吸收某些气体	内装固体干燥剂, 球型细口处垫小棉球以防堵塞, 气流“大进小出”
	洗气瓶	除去气体中混杂的某些成分, 净化气体, 测气装置, 排气集气装置	内装液体吸收剂如浓 H_2SO_4 、饱和 $NaHCO_3$ 等, 作测气装置时, 气流自短管进, 液体自长管排出, 排气集气时, 视气体密度定进出口。

2. 常用试剂的贮存

类 别	试 剂	保存方法	原 因
能自燃的试剂	白磷	应保存在水中, 切割时也应在水面下进行	着火点低, 易被空气中氧气氧化而自燃
遇水反应的试剂	K, Na	应保存在煤油中, 隔绝空气	易被空气氧化, 与水反应剧烈, 放出易燃易爆的氢气
	电石 (CaC_2)	保存在干燥密封的容器中	遇水反应产生易燃的乙炔
易燃液体和固体试剂	CS_2 、醇、醚、低级酯、苯类、硫、镁粉等	不能与氧化剂一起存放, 要远离火源, 单独在阴凉处密闭保存	易燃, 遇火或氧化剂易爆炸燃烧
氧化剂	$KClO_3$ 过氧化物、 $KMnO_4$ 、 KNO_3 等	保存在阴凉处, 严禁受热或撞击, 严禁与易燃物质同时存放	本身不燃烧, 但与易燃品接触时易发生放热反应而引起燃烧或爆炸
吸湿性强的试剂	CaO 、 P_2O_5 、碱石灰、苛性钠、无水 $CaCl_2$ 、浓 H_2SO_4 、浓 H_3PO_4	密封保存	易吸收空气中的水而变质或潮解或稀释
易与空气中 O_2 、 CO_2 反应而变化的试剂	P_4 、Na、K、 Na_2SO_3 、KI、 $FeSO_4$ 、苯酚、氢硫酸	密闭保存, 溶液最好现用现配, 制 Fe^{2+} 溶液中加入少量铁屑	易被 O_2 氧化, Fe^{2+} 溶液中加入 Fe 防止被氧化
	碱液、水玻璃	胶塞密闭保存	易与 CO_2 反应, 碱液腐蚀玻璃
	漂白粉	密闭保存	易与 CO_2 、水反应而变质
易水解的盐类	$FeCl_3$ 溶液 $AlCl_3$ 溶液	向溶液中加入相应的酸	加酸能抑制水解
见光易分解的试剂	$AgNO_3$ 、 $KMnO_4$ 、浓 HNO_3 、氯水	应盛放在棕色瓶中, 阴凉避光处密闭保存	
易挥发的试剂	氯水、浓 HCl、醋酸、液溴、碘等	应密闭保存, 液溴应用水封, 保存在玻璃塞试剂瓶中	碘易升华, 液溴腐蚀胶塞
其他	氢氟酸有机试剂(如苯)	应用塑料瓶, 不可用玻璃瓶, 不可用橡胶塞	$SiO_2 + 4HF = 2H_2O + SiF_4$ 相似相溶

二、化学实验基本操作

1. 药品的取用

取用药品	固体药品			液体药品		
	粉末	块状	一定量	少量	多量	一定量
使用仪器	药匙(或纸槽)	镊子	托盘天平	胶头滴管	用试剂瓶倾倒	量筒、滴定管(或移液管)

2. 物质的溶解

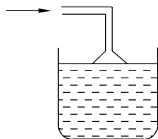
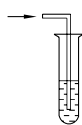
(1) 固体: 用烧杯、试管溶解, 振荡、搅拌、粉碎、升温等可加快溶解速度。



(2) 液体 注意浓 H_2SO_4 的稀释. 当混和浓 HNO_3 和浓 H_2SO_4 时, 也类似于浓 H_2SO_4 的稀释, 即必须把浓 H_2SO_4 慢慢地注入浓 HNO_3 中. (即一般密度大的溶液注入密度小的溶液中)

(3) 气体的溶解:

① 溶解度不大的气体 (Cl_2 、 H_2S) ② 易溶于水的气体 (HCl 、 HBr 、 NH_3 、 NO_2) 及 SO_2 等用 NaOH 溶液吸收时



3. 物质的加热

(1) 酒精灯的使用方法 (略)

(2) 给固体加热时, 可用试管或坩埚. 给液体加热可用试管、烧杯或蒸发皿等.

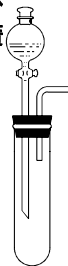
(3) 在对各种仪器采用不同的方法加热时, 要严格按照有关操作规程, 以保证实验安全.

加热方式	优点	适应范围	注意事项
直接加热	升温快, 易获得较高温度	瓷质、金属质或小而薄的玻璃仪器(如试管)等	玻璃仪器外壁要干燥
隔石棉网加热	受热较均匀, 温度较易控制	较大的玻璃反应器(如烧杯、烧瓶)等	同上
加热浴(水浴、油浴、砂浴、铅浴等)	受热均匀、反应平稳、具有上限温度	①需严格控制温度的(如硝基苯的制取)②需反应混合物静置的(如银镜反应)③精馏沸点差较小的混合液	根据不同温度选取浴热方式. 加热上限温度为热浴介质的沸点

4. 气密性检验

将已连接好的装置的导管的一端伸入水中, 用手掌紧贴容器外壁, 如装置不漏气, 则管口有气泡冒出, 移开手掌后, 水就会升到导管里形成一段水柱.

注意 若欲检气密装置本身明显是一个非气密性装置. 如右图所示, 则第一步骤要处理成一个密闭体系, 如上述装置可先向试管中加水至水没及长颈漏斗下管口. 并将右导管连接一导管插入水中(或用弹簧夹夹住). 第二步, 想办法使密封系统内产生压强变化, 并以一种现象表现出来.



5. 试纸的使用

- (1) 试纸种类
- 石蕊试纸(红、蓝色) 定性检验酸、碱性
 - pH 试纸 定量(粗测) 检验酸、碱性的强弱
 - 品红试纸 检验 SO_2 等有漂白性的物质
 - KI—淀粉试纸 检验 Cl_2 等有氧化性的物质
 - 醋酸铅试纸 检验 H_2S 气体或其溶液

(2) 使用方法:

① 检验液体 取一小块试纸放在表面皿或玻璃片上, 用沾有待测液的玻璃棒(或胶头滴管)点在试纸中部, 观察试纸颜色变化

② 检验气体: 一般先用蒸馏水把试纸润湿, 粘在玻璃棒的一端, 并使接近试管口, 观察颜色变化

注意 a. 试纸不可伸入溶液中也绝不能与管口接触.

③ 事项 b. 测溶液 pH 时, pH 试纸不能先润湿, 因为这相当于将原溶液稀释了.

6. 仪器的洗涤

(1) 标准: 仪器内壁附着的水既不聚成水滴, 也不成股流下时, 表示仪器已洗干净.

(2) 若附着不易用水洗净的物质时, 应选不同的“洗涤剂”区别对待.(原则是使不溶物转化成可溶物再洗)

仪器内常附有的特殊洗物及洗涤试剂(括号内为洗涤试剂):

2 MnO_2 、 KMnO_4 、 $\text{Ca}(\text{OH})_2$ 、 $\text{Fe}(\text{OH})_3$ 等(浓盐酸)

② 眼镜(稀 HNO_3)

③ 硫(CS_2 或热的 KOH 溶液)

④ 酚醛树脂、碘(乙醇)



7. 安全操作

(1) 实验室操作首先注意以下五防:

① 防爆炸 点燃可燃气体(如 H_2 、 CO 、 CH_4 、 C_2H_2 、 C_2H_4)或用 CO 、 H_2 还原 Fe_2O_3 、 CuO 之前,要检验气体纯度;

② 防暴沸 配制硫酸的水溶液或硫酸的酒精溶液时,要将密度大的浓硫酸缓慢倒入水或酒精中,加热液液混合物时要加沸石;

③ 防失火 实验室中的可燃物质一定要远离火源;

④ 防中毒 制取有毒气体(如 Cl_2 、 CO 、 SO_2 、 H_2S 、 NO_2 、 NO)时,应在通风橱中进行;

⑤ 防倒吸 加热法制取并用排水法收集气体或吸收溶解度较大气体时,要注意熄灯顺序或加装安全瓶。

(2) 妥善处理实验废液:

常见废液的处理方法:

废液	处理方法	注意事项
酸或碱	中和法	分别收集,混合无危险时,将废酸、废碱混合
氧化剂 还原剂	氧化还原法	分别收集,查明废液性质,将其中一种废液分次少量加入另一种废液中
含重金属 离子废液	氢氧化物沉淀法 硫化物共沉淀法	用过滤或倾析法将沉淀分离,滤液不含重金属离子再排放
含 Ba^{2+}	沉淀法	加入 Na_2SO_4 溶液,过滤,除去沉淀方可排放
有机物	焚烧法 有机溶剂萃取回收利用	生成水、 CO_2 等不污染环境用溶剂萃取分液,分馏后回收利用

(3) 常见意外事故的处理

意外事故	处理方法
洒在桌面的酒精燃烧	立即用湿抹布扑盖
酸洒在皮肤上	立即用较多的水冲洗(皮肤上不慎洒上浓 H_2SO_4 ,不得先用水冲洗而要根据情况迅速用布擦去,再用水冲洗),再涂上 3%~5% 的 $NaHCO_3$ 溶液
碱洒在皮肤上	用较多的水冲洗,再涂上硼酸溶液
液溴、苯酚洒在皮肤上	用酒精擦洗
水银洒在桌面上	洒上硫粉进行回收
酸液溅到眼中	立即用水冲洗,边洗边眨眼睛
酒精等有机物在实验台上着火	用湿抹布、石棉或砂子盖灭,火势较大时,可用灭火剂扑救

典型例题追踪

例 1 实验员在课前临时给化学老师准备了一套乙醛性质实验和洗涤银镜的药品: $NaOH$ 、氨水、 $CuSO_4$ 、 $AgNO_3$ 、稀 HNO_3 、乙醛六瓶规定浓度的溶液。由于时间仓促,仅在盛乙醛的试剂瓶上贴上标签。但这位老师在演示实验时每次都能准确地选取所需药品。他辨认药品的方法是:

解析 此题考查了几种特殊药品的存放方法。在所给的五瓶无标签试剂中, $CuSO_4$ 溶液为蓝色, $NaOH$ 溶液应是橡皮塞, $AgNO_3$ 溶液和稀 HNO_3 都应是棕色瓶,但稀 HNO_3 不能配用胶头滴管,剩余的那瓶便是氨水。

答案 溶液显蓝色的是 $CuSO_4$ 溶液,配有橡皮塞的是 $NaOH$ 溶液,棕色瓶且配有胶头滴管的是 $AgNO_3$ 溶液,棕色瓶不带胶头滴管的是稀 HNO_3 ,余下无签者是氨水。

例 2 关于药品的取用有下列说法: ①实验中剩余的药品要放回原试剂瓶,以免浪费; ②实验中剩余的药品应该扔掉; ③实验中剩余的药品要倒入废液桶中; ④剩余的固体应放回原试剂瓶,液体应倒入废液桶中。其中不正确的是 ()

A. 只有 7

B. 只有 1

C. 只有②、1

D. 全部

解析 根据药品取用原则①②③④均不正确

答案 D

例3 用 pH 试纸测定某无色溶液的 pH 时,规范操作是 ()

- A. 将 pH 试纸放入溶液中观察其颜色变化 跟标准比色卡比较
B. 将溶液倒在 pH 试纸上 跟标准比色卡比较
C. 用干燥的洁净玻璃棒蘸取溶液 滴在 pH 试纸上 跟标准比色卡比较
D. 在试管内放入少量溶液 煮沸 把 pH 试纸放在管口观察颜色 跟标准比色卡比较

解析 pH 试纸使用步骤 ①取待测液滴在 pH 试纸上 ②半分钟内与标准比色卡对比 ③不得将试纸润湿,且试纸仅用于检查溶液 pH.

答案 C

例4 指出使用下列仪器或用品的第一步操作:

- ①托盘天平_____ ②酸式滴定管_____ ③红色石蕊试纸_____.

答案 ①调零 ②试漏 ③将试纸用蒸馏水润湿

例5 实验室制取氯气时涉及到几个实验步骤:

- a. 把烧瓶固定在铁架台上,在烧瓶上装好分液漏斗并连接好导管;
b. 用药匙把少量 MnO_2 粉末放入烧瓶中,再向分液漏斗中加入浓盐酸,并把导气管插入集气瓶中,同时连接好吸收多余氯气的吸收装置;
c. 把酒精灯放在铁架台上,根据酒精灯高度,固定好铁圈,放好石棉网;
d. 用分液漏斗向烧瓶内注入浓盐酸,再点燃酒精灯,缓缓加热;
e. 检查装置气密性.

以上步骤先后排列的正确顺序是 ()

- A. a, b, c, d, e B. b, d, e, a, c C. c, d, e, a, b D. c, a, e, b, d

解析 组装顺序一般①从下到上,从左到右②组装→检密→装药品(先固后液)→制取

答案 D.

例6 下列操作 ①用铁坩埚灼烧烧碱;②用瓷坩埚除去纯碱晶体中的结晶水;③用酸式滴定管装 KMnO_4 溶液;④直接加热蒸发皿.其中正确的是 ()

- A. ①②③④ B. ①④ C. ③④ D. ②③

解析 根据加热规则可知答案为 A.

例7 下列实验不需要水浴加热的是 ()

- A. 制溴苯 B. 乙醛的银镜反应
C. 制硝基苯 D. 实验室制取乙烯

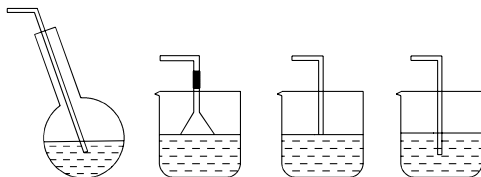
答案 A、D

例8 (1)实验室洗涤仪器规范程序一般是:①用_____擦洗;②用_____冲洗;③用_____润洗.3次,即称“一擦二冲三润”.

(2)玻璃仪器洗净的标志是_____.当玻璃器皿沾有难溶物质时,可先用溶解试剂溶解(如:管壁有硫磺应用_____溶解除去;盛过植物油的瓶子用_____清洗;久盛 AgNO_3 溶液而导致底部有黑色沉淀物的试管用_____清洗;做过高锰酸钾分解实验的硬质试管用_____清洗)然后按规程洗涤各器皿.

答案 (1)①去污粉或洗涤剂;②自来水;③蒸馏水.(2)器壁上附的水既不聚成滴也不能成股流下; CS_2 或热 NaOH 溶液或热浓 H_2SO_4 热 Na_2CO_3 溶液或 NaOH 溶液 稀硝酸 浓盐酸.

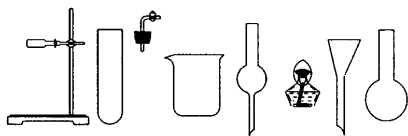
例9 实验室制备氯水,应选用的最佳装置是 ()



解析 氯气在水中溶解度不大,使用 A 既可使氯气吸收较完全,也不会发生倒吸,且烧瓶口径较小,减少氯气挥发.选 A.

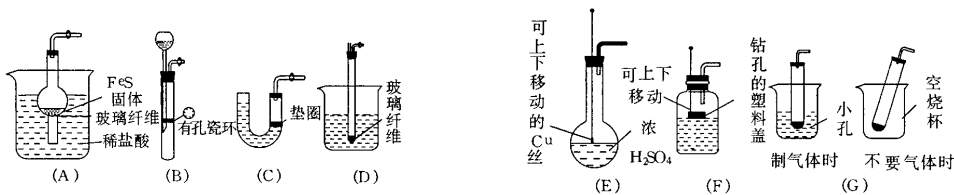
例10 在没有现成的 CO_2 气体发生器的情况下,请用如图所示部分仪器,装配成一个简易的、能随开随用、随关随停的 CO_2 气体发生装置,该装置应选用的仪器有_____.





若用图所示装置产生 CO_2 气体,而实验室只有稀 H_2SO_4 、浓 HNO_3 、水、块状纯碱、块状大理石,比较合理的方案应选用的药品是_____。

解析 具有能随开随用、随关随停等优点。如图所示。



此题按题意要求应设计为如图所示装置,用连导气管和止水夹的干燥管代替启普发生器中容器、导气管和旋塞,用盛稀盐酸的大烧杯代替启普发生器中的球形漏斗。

纯碱易溶于水,不能选用,稀硫酸与碳酸钙反应生成微溶的硫酸钙,阻碍反应继续进行。通常用盐酸制 CO_2 ,此处可用浓 HNO_3 和水配制稀 HNO_3 代替(因 CO_2 无还原性,可以用稀 HNO_3 代替)。

答案 (a)(c)(d)(e) 浓硝酸、水、块状大理石。

练习、巩固、提高

一、选择题

- 下列仪器中能直接加热的是 ()
A. 集气瓶 B. 表面皿 C. 烧杯 D. 蒸发皿
- 下列实验不需用到试管的是 ()
A. 实验室制取乙炔 B. 测量胆矾里结晶水的含量
C. 实验室收集氨气 D. 实验室制取酚醛树脂
- 先选择填空,再简要说明做出选择的理由。
(1)某试管内装有约占其容积 $1/10$ 的溶液,则溶液的体积是(用字母回答,下同)_____ 因为_____。
A. 约 1mL B. 约 3mL C. 约 10mL D. 无法判断
(2)拟在烧杯中于加热条件下配制其溶液 50mL,应选择的烧杯是_____ 因为_____。
A. 400mL 烧杯 B. 250mL 烧杯 C. 100mL 烧杯 D. 50mL 烧杯
- 下列盛放物质的方法,错误的是 ()
A. 把汽油放在带橡皮塞的玻璃瓶中 B. 把硝酸银溶液放在棕色试剂瓶中
C. 把苛性钠溶液放在带橡皮塞的瓶中 D. 把氢氟酸放在细口的试剂瓶中
- 下列盛放物质的方法,错误的是 ()
①把汽油存放在带橡皮塞的玻璃瓶中 ②把硝酸银溶液保存在棕色玻璃瓶中 ③把氢氟酸存放在带木塞的玻璃瓶中 ④把固体氢氧化钾保存在塑料瓶中 ⑤把金属钠存放在无水乙醇中。
A. ①③ B. ①②④ C. ①③⑤ D. ①②③④⑤
- 下列有关仪器刻度位置的叙述正确的是 ()
A. 容量瓶的体积标线刻在瓶颈上 B. 滴定管的“0”标线刻在管的下端
C. 托盘天平的标尺“0”标线刻在尺的中间 D. 量筒最下端刻有“0”标线
- 洗涤下列试管,选用试剂合理的是 ()
①做过 KMnO_4 分解反应实验的试管用浓盐酸 ②做过银镜反应实验的试管用稀硝酸 ③做过 $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 与稀硝酸反应的试管用二硫化碳 ④作过碘升华实验后的烧杯用酒精 ⑤长期存放 FeCl_3 溶液的试剂瓶

用稀盐酸。

A. ①②③

B. ③④⑤

C. ②③④

D. 全部

8. 为了进行某一实验,必须用下列仪器:镊子、小刀、滤纸、坩埚钳、烧杯等,所进行的实验是 ()

A. 观察金属钠与硫酸铜溶液的反应

B. 观察铜丝在硫中燃烧

C. 观察白磷在空气中自燃

D. 观察铝片氧化膜破坏后和空气中氧气反应的现象

9. 下列实验操作中,正确的是 ()

A. 给试管里的液体加热,液体体积一般不超过试管容积的 $\frac{1}{2}$

B. 向酒精灯里添加酒精,不可超过酒精灯容积的 $\frac{2}{3}$

C. 酒精灯使用完毕,应立即用嘴吹灭火焰

D. 用燃着的酒精灯去点燃另一只酒精灯

10. 进行化学实验操作必须正确、规范,下列说法中正确的是(填写标号)_____。

A. 使用试管夹时,拇指不应按住短柄。

B. 使用胶头滴管时,应使滴管始终垂直向下,一般不得伸入容器内。

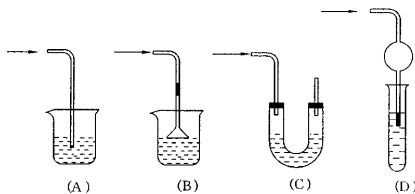
C. 使用试纸检验溶液的性质时,一般把一小块试纸伸入溶液里并迅速取出,观察是否改变颜色。

D. 实验室制取乙烯时,温度计的水银球应在液面下。

二、填空题

11. 右图所示装置中,在实验时可用来吸收 HBr 气体的是_____理由是_____。

12. 用托盘天平称量一药匙 NaOH 的质量,操作步骤如下:①调零点,使指针静止时处于标尺正中间;②将游码拨到刻度尺的零处;③将一药匙 NaOH 放在一干燥的小烧杯内,并进行称量;④称量小烧杯的质量;⑤把砝码放回砝码盒内;⑥记录称量结果。正确的操作步骤的顺序是(有些操作可重复)_____。



三、简答题

13. 在配制一定量的溶液时,若量取 5mL 浓盐酸,常使用 10mL 量筒,而不使用更大规格(如 100mL)的量筒,其目的是减少误差。请说明若使用 100mL 量筒造成误差较大的两个主要因素。

14. 有一学生在实验室测某溶液的 pH 实验时,他先用蒸馏水润湿 pH 试纸,然后用洁净干燥的玻璃棒蘸取试样进行检测。

(1)该生的操作方法是否正确?

(2)如不正确请说明理由,同时请分析是否一定有误差产生。

(3)若用此法分别测定 $[\text{H}^+]$ 相等的 H_2SO_4 和 H_3PO_4 溶液的 pH 结果会怎样?

练习、巩固、提高参考答案

一、填空题

1. 答案: A、B 不可加热、C 不可直接加热所以是项(D)

2. 解析: (A)(C)(D)中均用到试管,实验(B)中加热胆矾时,药品应置于坩埚中。本题答案为(B)。

3. 答: (1)D. 题目中没有指明试管的大小规格 (2)C. 选用烧杯的容积应比所配溶液的体积大 1 倍为最佳选择

4. 解析: 据试测要点 3 可知, 答案为 A、D。

5. 答案: C。

6. 答案: A

7. 解析: KMnO_4 分解后有不溶于水的 MnO_2 生成,应用浓 HCl 将其还原成易溶于水的 MnCl_2 ,然后用蒸馏水冲洗,银镜实验中试管壁沾的银单质宜用稀 HNO_3 加热溶解成 AgNO_3 、 $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 反应后通常会有 S 存在,可用 CS_2 洗去, I_2 易溶于酒精, FeCl_3 长期存放后会有少量 $\text{Fe}(\text{OH})_3$ 生成,应用稀酸洗涤。 答案: D。

8. 答案: C。

9. 答案: B。

10. 解析: 根据化学实验基本操作及常用仪器使用方法可知本题选为 A、D

二、填空题

11. 解析: 既能充分吸收 HBr 气体,又能防止液体倒吸,可选用(B)(C)(D)。

12. 答案: ②、①、④、⑥、③、⑥、②、D。



三、简答题

13. 答案 (1) 读数误差较大 (2) 液体倒出后, 量筒内壁残留的液体多
14. 答案 (1) 不正确. (2) 若溶液不显中性, 则 H^+ 或 OH^- 被稀释, 测出的不为溶液中 H^+ 或 OH^- 对应的 pH; 不一定有误差, 当溶液为中性时则不产生误差. (3) 测得 H_3PO_4 的 pH 较 H_2SO_4 的 pH 小, 因为在稀释过程中, H_3PO_4 继续电离产生 H^+ , 使得该溶液的 $[H^+]$ 较 H_2SO_4 溶液中的 $[H^+]$ 大.

考点 25 物质的分离提纯与鉴别

高考考点检索

1. 掌握用物理、化学方法将混合物分开并恢复至原状态的方法;
2. 掌握分离、提纯的实验基本操作;
3. 掌握任选试剂或不用外加试剂鉴别物质的方法;
4. 掌握物质鉴别最佳方案的判断;
5. 掌握物质鉴别的简答要领和叙述方法.

实验要点归纳

1. 利用物理性质的分离和提纯

物质的分离是将物质分离开来, 物质的提纯则是将物质中的杂质除去. 物质的分离和提纯所利用的物理性质主要是: 物质在水中的溶解性, 物质在不同溶剂中的溶解性, 液体的沸点不同, 固体的升华, 物质微粒的大小等. 其常用方法有:

过滤、蒸发和结晶、蒸馏、分液和萃取、升华、渗析、盐析 (溶解、洗气过程有些也主要是物理变化).

方 法	适用范围	主要仪器	举 例
过 滤	固液混合物	漏斗(带架)、滤纸、玻璃棒、烧杯	粗盐提纯时把粗盐溶于水, 经过滤把不溶于水的杂质除去
结 晶 重 结 晶	产品和杂质的溶解度随温度的变化差别较大	蒸发皿、玻璃棒、烧杯	KNO_3 溶解度随温度变化大, $NaCl$ 溶解度随温度变化小, 可用该法从二物混合液中提纯 KNO_3
升 华	某种物质有升华的特性(如碘), 将它从固体混合物中分离出来	烧杯、烧瓶(内盛冷水)、酒精灯、三角架、石棉网	粗碘中碘与钾、钠、钙、镁的碘化物混合, 利用碘易升华的特点将碘与杂质分开
蒸 馏	混合液中各成分的沸点不同, 且沸点差别较大	蒸馏烧瓶、冷凝管、锥形瓶、酒精灯、石棉网、铁架台	制取蒸馏水, 除去水中杂质
分 馏	多种沸点不同的液体混合物	同蒸馏	石油的分馏
液 化	利用气体混合物中某组分易液化的特点的分离方法(工业上)		合成氨平衡混合气体中氨的分离, 先水冷使氨液化, 再分离
萃 取	溶质在互不相溶的溶剂里的溶解度差别较大	分液漏斗	CCl_4 把溶于水里的 Br_2 萃取出来
分 液	互不相溶的液液混合物	分液漏斗、烧杯	水、苯的分离
渗 析	除去胶体中的小分子或离子	半透膜、烧杯	除去 $Fe(OH)_3$ 胶体中的 HCl
溶 解	杂质与被提纯的物质在溶解性上有明显差异的混合物	分液装置或洗气装置或过滤装置	溴乙烷中的乙醇, Cl_2 中的 HCl , $CaCO_3$ 中的 $NaCl$
盐 析	利用某些物质在加某些无机盐时, 其溶解度降低而凝聚的性质来分离物质	烧杯、玻璃棒	从皂化液中分离肥皂、甘油, 蛋白质的盐析
洗 气	杂质气体可溶于某种溶液中而其他气体不溶解	洗气瓶	除去 CO_2 中的 HCl 气体, 可使混合气通过盛有水或饱和 $NaHCO_3$ 的洗气瓶

2. 化学方法分离和提纯物质

用化学方法分离和提纯物质时,一般利用物质的化学性质的差别,主要是将溶液中一种物质或杂质转化为沉淀或难溶物质以及气体,固体物质一般利用在酸或碱中的溶解性以及物质的热稳定来分离它们。具体的方法是:生成沉淀法,将杂质离子转化为沉淀分离出来;另一种物质留在溶液中;生成气体法,将杂质离子(铵离子、不稳定的酸根离子)转化为气体;热分解法,将易分解的物质加热使其发生分解;酸碱溶解法,利用在酸、碱试剂中的溶解,如:有机物在酸或碱中的溶解等,都可以考虑此方法;氧化还原法,利用氧化剂将还原性的杂质氧化,或利用还原剂将氧化性杂质还原。此外,还可考虑离子交换法。

用化学方法分离和提纯物质要注意:①最后不引入新的杂质;②不能损耗或大量减少被提纯的物质;③实验操作要简便,不能繁杂。用化学方法除去溶液中的杂质时,要使被分离的物质或离子尽可能除净,需要加入过量的分离试剂,在步分离过程中,后加的试剂应能够把前面所加入的无关物质或离子除去。

3. 分离提纯的操作要点及注意事项

(1)过滤 过滤是除去溶液里混有不溶于溶剂的杂质的方法。过滤时应注意:

①一贴 将滤纸折叠好放入漏斗,加少量蒸馏水润湿,使滤纸紧贴漏斗内壁②

②二低 滤纸边缘应略低于漏斗边缘,加入漏斗中液体的液面应略低于滤纸的边缘②

③三靠:向漏斗中倾倒液体时,烧杯的尖嘴应与玻璃棒接触,玻璃棒的底端应和过滤器有三层滤纸处轻轻接触,漏斗颈的末端尖嘴与接受器的内壁接触。

(2)蒸发和结晶 蒸发是将溶液浓缩、溶剂气化、溶质以晶体析出的方法。所利用的是物质在溶剂中形成饱和溶液的条件的不同,而形成的晶体物质不同来分离物质。可以用来分离和提纯几种可溶性固体的混合物。结晶的原理是根据混合物中各成分在某种溶剂里的溶解度的不同,通过蒸发减少溶剂或降低温度使溶解度变小,从而使晶体析出。加热蒸发皿使溶液蒸发时,要用玻璃棒不断搅动溶液,防止由于局部温度过高,造成液滴飞溅。当蒸发皿中出现较多的固体时,停止蒸发。

(3)蒸馏 蒸馏是提纯或分离沸点不同的液体混合物的方法。用蒸馏原理进行多种混合液的分离,叫分馏。操作时要注意:①在蒸馏烧瓶中放少量碎瓷片,防止液体暴沸②温度计水银球的位置应与支管底口下缘位于同一水平线上③冷凝管中冷却水从下口进,从上口出。

(4)分液和萃取 分液是把两种互不相溶、密度也不相同的液体分离开的方法。萃取是利用溶质在互不相溶的溶剂里的溶解度不同,用一种溶剂把溶质从它与另一种溶剂所组成的溶液中提取出来的方法。选择的萃取剂应符合下列要求:和原溶液中的溶剂互不相溶,对溶质的溶解度要远大于原溶剂,溶质与溶剂不发生化学反应。在萃取过程中要注意:①将要萃取的溶液和萃取溶剂依次从上口倒入分液漏斗,其量不能超过漏斗容积的 $\frac{2}{3}$,塞好塞子进行振荡②振荡时右手握住漏斗上口的颈部,并用食指根部压紧塞子,以左手握住旋塞,同时用手指控制活塞,将漏斗倒转过来用力振荡(注意排气)③然后将分液漏斗静置,待液体分层后进行分液。

(5)升华 升华是指固体物质吸热后不经过液态直接变成气态的过程。利用某些物质具有升华的特性,将这种物质和其他受热不升华的物质分离开来。

(6)渗析 利用半透膜(如膀胱膜、羊皮纸、玻璃纸等),使胶体跟混在其中的分子、离子分离的方法。常用渗析的方法来提纯、精制胶体溶液。

(7)洗气

①从洗气瓶的长导管一端进气

②混合物中气体溶解度差别较大

方法技巧归纳

1. 物质分离和提纯方法的选择

有时物质的分离和提纯有多种方法,有些方法可以使用,有些方法可能难以适用。这时,我们就要选择合适的方法。一般先考虑物理方法,再考虑化学方法。化学方法还要考虑反应的条件、试剂的成本、提纯的目的等。有机物一般先考虑用溶解性分离,一般不使用物质间的转化(物质间的转化常常带来新的杂质)。化学方法中一般要使用物理方法。

2. 任选试剂鉴别多种物质的题目往往以简答题的形式出现,回答时要掌握以下要领:

(1)选取试剂要最佳 选取的试剂对试剂组中的各物质反应现象要专一,使之一目了然。

(2)不允许原瓶操作 鉴别的目的是为了以后的使用,若原瓶操作,试剂污染;别“而无用。要有“各取少许”字样。

(3)不许“指名道姓”结论的得出来自实验现象



3. 物质的鉴别和离子的检验

(1) 不用任何试剂鉴别多种物质

①先依据外观特征 鉴别出其中的一种或几种 ,然后再利用它们去鉴别其他的几种物质②

②若均无明显外观特征 ,可考虑能否用加热或焰色反应区别开来②

③若以上两方法都不能鉴别时 ,可考虑两两混和法 ,记录混和后的反应现象 ,分析确定②

④若被鉴别物质为两种时 ,可考虑因试剂加入的顺序不同 ,现象不同而进行鉴别 .

(2) 只用一种试剂鉴别多种物质

①先分析被鉴别物质的水溶性、密度、溶液酸碱性 ,确定能否选用水或指示剂(石蕊)进行鉴别②

②在鉴别多种酸、碱盐的溶液时 ,可依据“相反原理”确定试剂进行鉴别 .即被鉴别的溶液多数呈酸性时 ,可選用碱或水解呈碱性的盐的溶液作试剂 ;若被鉴别的溶液多数呈碱性时 ,可選用酸或水解呈酸性的盐的溶液作试剂②

③常用溴水、新制氢氧化铜、氯化铁溶液等作试剂鉴别多种有机物 .

(3) 任选试剂鉴别多种物质

此类题目不限所加试剂的种类 ,可有多解法 .题目考查的形式往往从众多的鉴别方案中判断最佳方案 .其要求是操作步骤简单、试剂选用最少、现象明显 .

(4) 常见阳离子的检验

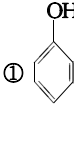
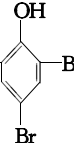
离子	水合离子颜色	所用试剂	实验现象	离子方程式
H ⁺	无色	紫色石蕊溶液 橙色甲基橙溶液	变红 变红	
Na ⁺	无色	焰色反应	火焰呈黄色	
K ⁺	无色	焰色反应	透过蓝色钴玻璃 ,火焰呈浅紫色	
NH ₄ ⁺	无色	浓 NaOH 溶液	加热后产生强烈刺激性气味的气体 ,使湿润红色石蕊试纸变蓝	$\text{NH}_4^+ + \text{OH}^- \xrightarrow{\Delta} \text{NH}_3 \uparrow + \text{H}_2\text{O}$
Ca ²⁺	无色	焰色反应	火焰呈砖红色	
Ba ²⁺	无色	焰色反应稀 H ₂ SO ₄ (HNO ₃)	火焰呈黄绿色 白色沉淀生成 ,不溶于酸	$\text{Ba}^{2+} + \text{SO}_4^{2-} = \text{BaSO}_4 \downarrow$
Ag ⁺	无色	稀 HCl(氨水)	白色沉淀生成 ,溶于氨水 ,但不溶于 HNO ₃	$\text{Ag}^+ + \text{Cl}^- = \text{AgCl} \downarrow$ $\text{AgCl} + 2\text{NH}_3 = [\text{Ag}(\text{NH}_3)_2]^+ + \text{Cl}^-$
Fe ²⁺	浅绿色	NaOH 溶液	白色沉淀→灰绿色沉淀→红褐色沉淀	$\text{Fe}^{2+} + 2\text{OH}^- = \text{Fe}(\text{OH})_2 \downarrow$ $4\text{Fe}(\text{OH})_2 + 2\text{H}_2\text{O} + \text{O}_2 = 4\text{Fe}(\text{OH})_3 \downarrow$
Fe ³⁺	棕黄色	NaOH 溶液 KSCN 溶液	红褐色絮状沉淀 溶液血红色	$\text{Fe}^{3+} + 3\text{OH}^- = \text{Fe}(\text{OH})_3 \downarrow$ $\text{Fe}^{3+} + \text{SCN}^- = [\text{Fe}(\text{SCN})]^{2+}$
Al ³⁺	无色	NaOH 溶液氨水	适量 ,白色絮状沉淀 过量 ,沉淀溶解 适量 ,白色沉淀 过量 ,不溶	$\text{Al}^{3+} + 3\text{OH}^- = \text{Al}(\text{OH})_3 \downarrow$ $\text{Al}(\text{OH})_3 + \text{OH}^- = \text{AlO}_2^- + 2\text{H}_2\text{O}$ $\text{Al}^{3+} + 3\text{NH}_3 \cdot \text{H}_2\text{O} = \text{Al}(\text{OH})_3 \downarrow + 3\text{NH}_4^+$
Cu ²⁺	蓝色	NaOH 溶液	蓝色絮状沉淀 ,加热变黑色	$\text{Cu}^{2+} + 2\text{OH}^- = \text{Cu}(\text{OH})_2 \downarrow$ $\text{Cu}(\text{OH})_2 \xrightarrow{\Delta} \text{CuO} + \text{H}_2\text{O}$



(5) 常见阴离子的检验

离子	检验试剂	现象	离子方程式
OH^-	①酚酞 ②石蕊 ③甲基橙	变红 变蓝 变黄	
Cl^-	AgNO_3 溶液和稀 HNO_3	生成白色沉淀	$\text{Ag}^+ + \text{Cl}^- \longrightarrow \text{AgCl} \downarrow$
Br^-	同上	生成淡黄色沉淀	$\text{Ag}^+ + \text{Br}^- \longrightarrow \text{AgBr} \downarrow$
I^-	同上	生成黄色沉淀	$\text{Ag}^+ + \text{I}^- \longrightarrow \text{AgI} \downarrow$
S^{2-}	稀盐酸或稀 H_2SO_4	产生臭鸡蛋味气体	$\text{S}^{2-} + 2\text{H}^+ \longrightarrow \text{H}_2\text{S} \uparrow$
CO_3^{2-}	①稀盐酸、石灰水 ②加 BaCl_2 溶液,再加稀 HCl	产生无味气体,通入石灰水后石灰水变浑浊 产生白色沉淀,后溶解 产生无味气体	$\text{CO}_3^{2-} + 2\text{H}^+ \longrightarrow \text{CO}_2 \uparrow + \text{H}_2\text{O}$ $\text{CO}_2 + \text{Ca}^{2+} + 2\text{OH}^- \longrightarrow \text{CaCO}_3 \downarrow + 2\text{H}_2\text{O}$ $\text{Ba}^{2+} + \text{CO}_3^{2-} \longrightarrow \text{BaCO}_3 \downarrow$ $\text{BaCO}_3 + 2\text{H}^+ \longrightarrow \text{Ba}^{2+} + \text{CO}_2 \uparrow + \text{H}_2\text{O}$
SO_3^{2-}	①加 BaCl_2 溶液和稀盐酸 ②加盐酸或硫酸	产生白色沉淀,溶解, 并产生刺激味气体	$\text{Ba}^{2+} + \text{SO}_3^{2-} \longrightarrow \text{BaSO}_3 \downarrow$ $\text{BaSO}_3 + 2\text{H}^+ \longrightarrow \text{Ba}^{2+} + \text{SO}_2 \uparrow + \text{H}_2\text{O}$ $\text{SO}_3^{2-} + 2\text{H}^+ \longrightarrow \text{SO}_2 \uparrow + \text{H}_2\text{O}$
SO_4^{2-}	加盐酸和 BaCl_2 溶液	产生白色沉淀	$\text{Ba}^{2+} + \text{SO}_4^{2-} \longrightarrow \text{BaSO}_4 \downarrow$
NO_3^-	与 Cu 片、浓 H_2SO_4 共热	产生红棕色气体	$2\text{NO}_3^- + \text{Cu} + 2\text{H}_2\text{SO}_4 \xrightarrow{\Delta} \text{Cu}^{2+} + 2\text{SO}_4^{2-} + 2\text{NO}_2 \uparrow + 2\text{H}_2\text{O}$
PO_4^{3-}	AgNO_3 溶液,稀 HNO_3	产生黄色沉淀,加适量稀 HNO_3 后又溶解	$3\text{Ag}^+ + \text{PO}_4^{3-} \longrightarrow \text{Ag}_3\text{PO}_4 \downarrow$ $\text{Ag}_3\text{PO}_4 + 3\text{H}^+ \longrightarrow 3\text{Ag}^+ + \text{H}_3\text{PO}_4$

(6) 常见有机物的检验

有机物	所用试剂	实验现象	化学反应方程式及性质
苯	①浓 H_2SO_4 、浓 HNO_3 ②纯 Br_2 、铁屑	有苦杏仁香味 产生白雾	$\text{C}_6\text{H}_6 + \text{HNO}_3 \xrightarrow{\text{浓 H}_2\text{SO}_4} \text{C}_6\text{H}_5\text{NO}_2 + \text{H}_2\text{O}$ $\text{C}_6\text{H}_6 + \text{Br}_2 \xrightarrow{\text{Fe}} \text{C}_6\text{H}_5\text{Br} + \text{HBr}$
苯酚	①浓 Br_2 水 ②少量 FeCl_3 溶液	白色沉淀显紫色	①  + 3 $\text{Br}_2 \longrightarrow$  + 3 HBr ②苯酚的显色反应
乙酸	①铜丝(加热至黑,插入乙醇数次) ②浓 H_2SO_4 、乙醇	铜丝表面呈红色,刺激性气味 有果香味透明油状液体	$5\text{C}_2\text{H}_5\text{OH} + \text{O}_2 \xrightarrow[\Delta]{\text{Cu}} 2\text{CH}_3\text{CHO} + 2\text{H}_2\text{O}$ $\text{O}_2\text{C}_2\text{H}_5\text{OH} + \text{CH}_3\text{COOH} \xrightarrow{\text{浓 H}_2\text{SO}_4} \text{CH}_3\text{COOC}_2\text{H}_5 + \text{H}_2\text{O}$
乙醛	①银氨溶液 ② $\text{Cu}(\text{OH})_2$ (新制) ③酸性 KMnO_4 、 Br_2 水	银镜产生砖红色沉淀 褪色	$5\text{Ag}(\text{NH}_3)_2\text{OH} + \text{CH}_3\text{CHO} \xrightarrow{\Delta} 5\text{Ag} \downarrow + \text{CH}_3\text{COONH}_4 + 3\text{NH}_3 + \text{H}_2\text{O}$ $2\text{Cu}(\text{OH})_2 + \text{CH}_3\text{CHO} \xrightarrow{\Delta} \text{CH}_3\text{COOH} + \text{Cu}_2\text{O} \downarrow + 2\text{H}_2\text{O}$ HCHO 被氧化
甲酸	①石蕊试液 ②银氨溶液	变红 银镜反应	具有酸性 $2\text{Ag}(\text{NH}_3)_2\text{OH} + \text{HCOOH} \xrightarrow{\Delta} 2\text{Ag} \downarrow + \text{CO}_2 \uparrow + 4\text{NH}_3 + 2\text{H}_2\text{O}$
乙酸	①石蕊试液 ②浓 H_2SO_4 、乙醇	变红 有果香味、透明油状液体	具有酸性 $\text{CH}_3\text{COOH} + \text{C}_2\text{H}_5\text{OH} \xrightarrow{\text{浓 H}_2\text{SO}_4} \text{CH}_3\text{COOC}_2\text{H}_5 + \text{H}_2\text{O}$
葡萄糖	①银氨溶液 ② $\text{Cu}(\text{OH})_2$ (新制)	银镜产生沉淀先溶,呈绛蓝色,加热出现砖红色沉淀	有醛基性质 有多羟基性质
淀粉	I_2 水	变蓝	碘遇淀粉变蓝
蛋白质	①加 HNO_3 ②灼烧	变黄 烧焦羽毛气味	蛋白质颜色反应



典型例题追踪

例1 如图所示,装置为减压过滤(又叫抽气过滤)装置图.其原理为:通过水泵中水快速流动,把吸滤瓶空气吸走,造成布氏漏斗与吸滤瓶之间有一定压强差从而加快过滤速度.减压过滤虽然能加快过滤速度,并把沉淀抽吸得比较干爽,但不适宜于胶状沉淀和颗粒很细的沉淀的过滤.

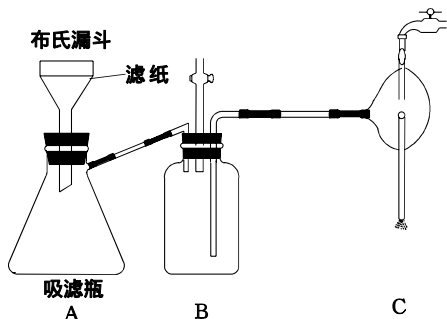
实验中粗食盐的提纯用到了抽气过滤.已知粗食盐中除含有钙、镁、硫酸根等可溶性杂质外,还含有泥砂等不溶性杂质.其提纯操作如下:(1)在台秤上取15g粗食盐,研细,放入小烧杯中,加40mL蒸馏水,用电炉加热并搅拌,使其溶解,然后往溶液中加入3mL 14mL 25%的 BaCl_2 溶液,小心用电炉保温10min,使 BaSO_4 沉淀完全.如何运用最简便方法检验溶液中已无 SO_4^{2-} 离子?答:_____.操作需保温的原因是_____.

(2)在上述溶液中滴加饱和 Na_2CO_3 溶液,直至不再产生沉淀为止.请问操作的目的是_____.

(3)将经过操作(2)后的溶液趁热进行抽气过滤,这一操作能除掉的杂质是_____,抽滤装置中B装置的作用是_____.

(4)用纯净氯化氢通入操作(3)所得滤液中,直至不再析出晶体为止.通氯化氢气体的作用是_____.

(5)用抽气过滤方法将产品(NaCl 晶体)抽干,将产品移入蒸发皿中,在通风橱中炒干.请问烘炒的原因是_____.



解析:由普通过滤到减压过滤,这是实验能力的一次升华,需通过对信息加工,在理解的基础上,结合物理知识接受新信息,并解决新问题.

答案:(1)静置片刻,取上层清液滴加少许 BaCl_2 溶液,不出现浑浊,说明无 SO_4^{2-} ,使沉淀颗粒增大,抽滤时不穿过滤纸.(2)除去 Ca^{2+} 、 Mg^{2+} 和过量的 Ba^{2+} .(3) BaCO_3 、 CaCO_3 、 MgCO_3 、[或 $\text{Mg}(\text{OH})_2$], BaSO_4 及泥砂;安全瓶,防止水泵中的水流入滤瓶.(4)除去 CO_3^{2-} ,增大 Cl^- 的浓度使食盐结晶,溶解平衡向结晶方向移动.(5)除去 NaCl 晶体上吸附的盐酸.

例2 分离苯和苯酚的混合物,可采用下列方法:

(1)利用这两种化合物在某种试剂中溶解性的差异,可采用萃取的方法加以分离.实验操作的正确顺序是:_____

_____(用序号填空),从分液漏斗的_____(填“上”或“下”)层分离出的液体是苯;

_____(用序号填空),从分液漏斗的_____(填“上”或“下”)层分离出的液体是苯酚.

可供选择的操作有:

①向分液漏斗中加入稀盐酸 ②向分液漏斗中加入苯和苯酚的混合物 ③向分液漏斗中加入氢氧化钠溶液;
④充分振荡混合液、静置、分液 ⑤将烧杯中的液体重新倒回分液漏斗中.

(2)利用这两种化合物沸点的不同,可采用蒸馏的方法加以分离,实验中需要用到的仪器有:铁架台(附有铁夹、铁圈、石棉网)、蒸馏烧瓶、酒精灯、尾接管、_____,_____,_____ (实验中备有必要的导管和橡皮塞).首先蒸馏出来的液体是:_____.

解析:苯酚在有水存在时呈液态,故在分离苯酚和水溶液时用分液的方法.

答案:(1)② ③ ④ 上 ⑤ ① ④ 下.(2)温度计、锥形瓶、冷凝管、苯.

例3 某化学课外小组以海带为原料制取了少量碘水.现用 CCl_4 从碘水中萃取碘并用分液漏斗分离两种溶液.其实验操作可分解为如下几步:

- 把盛有溶液的分液漏斗放在铁架台的铁圈中;
- 把50mL碘水和15mL CCl_4 加入分液漏斗中,并盖好玻璃塞;
- 检验分液漏斗活塞和上口的玻璃塞是否漏液;
- 倒转漏斗用力振荡,并不时旋开活塞放气,最后关闭活塞,把分液漏斗放正;
- 旋开活塞,用烧杯接收溶液;
- 从分液漏斗上口倒出上层水溶液;

G. 将漏斗上口的玻璃塞打开或使塞上的凹槽或小孔对准漏斗口上的小孔；

H. 静置、分层。就此实验，完成下列填空。

(1) 正确操作步骤的顺序是 _____ → _____ → _____ → G G → _____ → G F (填上述操作的编号)。

(2) 上述(E)步骤的操作中应注意 _____。上述(G)步骤操作的目的是 _____。

(3) 能选用 CCl_4 从碘水中萃取碘的原因是 _____。

(4) 下列物质，不能作为从溴水中萃取溴的溶剂的是 _____。

A. 热裂汽油

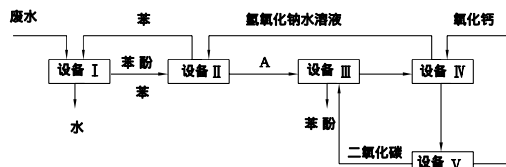
B. 苯

C. 酒精

D. 正庚烷

答案 (1) G G G G → G ↑ G G F. (2) 使漏斗下端管口紧靠烧杯内壁，及时关闭活塞，不要让上层液体流出，使内外空气相通，以保证进行 E 操作时漏斗里液体能够流出。(3) CCl_4 与水互不相溶，且碘在 CCl_4 中溶解度比在水中大很多。(4) A、C。

例 4 含苯酚的工业废水处理的流程图如下：



(1) 上述流程里，设备 I 中进行的是 _____ 操作(填写操作名称)。实验室里这一步骤操作可以用 _____ 进行(填写仪器名称)。

(2) 由设备 II 进入设备 III 的物质 A 是 _____，由设备 III 进入设备 IV 的物质 B 是 _____。

(3) 在设备 III 中发生反应的化学方程式为：_____。

(4) 在设备 IV 中，物质 B 的水溶液和 CaO 反应后，产物是 NaOH 、 H_2O 和 _____。通过 _____ 操作(填写操作名称)，可以使产物相互分离。

(5) 上流程图中，能循环使用的物质是 C_6H_6 、 CaO 、_____、_____。

答案：(1) 萃取分液；分液漏斗。(2) $\text{C}_6\text{H}_5\text{ONa}$ ； NaHCO_3 。(3) $\text{C}_6\text{H}_5\text{ONa} + \text{CO}_2 + \text{H}_2 \longrightarrow \text{C}_6\text{H}_5\text{OH} + \text{NaHCO}_3$ 。(4) CaCO_3 过滤。(5) CO_2 、 NaOH 。

例 5 选用一种试剂即能将浓度均为 1mol/L 的 Na_2SO_3 、 Na_2SO_4 、 Na_2CO_3 、 Na_2S 、 BaCl_2 溶液加以区别，这种试剂是 ()

A. CaCl_2

B. AgNO_3

C. H_2SO_4

D. NaOH

解析 此题应根据提供的答案解题。A 选项中 CaCl_2 提供的 Ca^{2+} 与 Na_2SO_3 、 Na_2CO_3 都可生成白色沉淀，硫酸钙也微溶于水，也可能产生白色沉淀，不能选 A。B 选项中 AgNO_3 提供的 Ag^+ 跟四种阴离子均能生成沉淀 (Ag_2SO_4 微溶)，且除 Ag_2S 是黑色的，其它都是白色沉淀，无法加以区别。C 选项中 H_2SO_4 与 Na_2SO_3 溶液会产生有刺激性气味的 SO_2 气体，跟 Na_2SO_4 则不反应，跟 Na_2CO_3 反应生成无色、无味的 CO_2 ，跟 Na_2S 溶液反应生成有臭鸡蛋气味的 H_2S ，跟 BaCl_2 溶液反应生成白色沉淀 BaCl_2 ，现象各不相同，因此，可以区别五种溶液。D 选项中， NaOH 分别与五种溶液混和，均无明显现象。本题选 C。

例 6 下列各组稀溶液，不用其它试剂或试纸，仅利用溶液间的相互反应，就可以将他们区别开来的是 ()

A. 硝酸钾、硫酸钠、氯化钙、氯化钡

B. 硫酸、硫酸铝、氯化钠、氢氧化钠

C. 盐酸、硫酸钠、碳酸钠、氢氧化钠

D. 硫酸氢钠、硫酸镁、碳酸钠、氢氧化钠

解析 依题意，不用其他试剂则可采用给予的试剂，利用它们之间相互作用的现象不同来区别它们。必要时可以列表。如 D 组中，溶液相互反应的现象如下表(↑、↓、—、分别表气体、沉淀、无明显现象)：

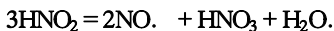
	NaHSO_4	MgSO_4	Na_2CO_3	NaOH
NaHSO_4	—	—	↑	—
MgSO_4	—	—	↑	↓
Na_2CO_3	↑	↓	—	—
NaOH	—	↓	—	—



分析上表,可知一种物质与其他三种物质作用时其现象各不相同,纵向看(或横向看)第一组只有一种气体,第二组有两种沉淀和一种气体,第三组有一种沉淀和一种气体,第四组只有一种沉淀,各组中现象不同,所以D组物质可以区别开来,用同样的方法分析B组也可以区别开来,A与C不能区别开来。

答案 BD.

例7 亚硝酸钠 NaNO_2 可用做水泥施工的抗冻剂.它易溶于水,有咸味,有氧化性,也有还原性.在酸性溶液中它能氧化碘离子、亚铁离子.它能将人体内血红蛋白里所含的亚铁离子氧化为三价铁离子使人中毒,在建筑工地上多次发生把亚硝酸钠误作食盐食用,导致民工中毒的事件.亚硝酸钠和酸反应生成亚硝酸,亚硝酸是不稳定的弱酸,它只存在于冷的稀溶液中,易发生如下分解反应:



从浓醋酸、氨水、纯碱、稀盐酸、碘化钾淀粉溶液中选择适当的物质做试剂,用两种简单的化学实验鉴别亚硝酸钠和氯化钠.

方法一 试剂是_____ (只用一种试剂) 现象:_____.

方法二 实验步骤及实验现象是:_____.

答案 方法一 稀盐酸,有气体产生,瓶口变为红棕色的为 NaNO_2 ,无明显现象的为 NaCl .

方法二 分别取少许样品于两支试管口,分别加入稀盐酸和碘化钾淀粉溶液,若溶液变蓝,证明该物质是 NaNO_2 ,若无明显的现象,证明该物质是 NaCl .

例8 砖瓦是用含铁元素等杂质的粘土隔绝空气烧制而成的.当烧窑作业临近结束时,若用淋洒水的办法来降低温度,窑内处于还原性气氛,砖块中的铁以氧化亚铁的形式存在,因而砖呈青色,若用捅开窑顶自然冷却的办法,砖就变成了红色.

(1)从化学的角度看,砖瓦呈红色的原因是_____.

(2)现有一块红砖,实验台上有浓硫酸、 $3\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}$ 的盐酸、 $0.1\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}$ 硫氰化钾等溶液、 $0.1\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}$ 氯化铁溶液、 $0.01\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}$ 氢氧化钠溶液、蒸馏水等试剂,请选用中学化学常用仪器,设计一个实验,用最简捷的方法验证红砖中含有三价铁.(简述实验步骤、所用仪器、产生现象、所得结论.)

答案 (1)捅开窑顶,空气进入窑内,铁元素被氧化为 Fe_2O_3 ,呈红色.

(2)砸碎红砖,取少量放入研钵内,形成粉末,将粉末放入试管中,向其中加入 $3\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}$ 盐酸,振荡,充分反应后静置,向上层清液中滴入几滴 KSCN 溶液,若呈血红色,则证明三价铁存在.

例9 A和B都是芳香族化合物. 1mol A水解得到 1mol B和 1mol 醋酸.A和B的相对分子质量都不超过200,完全燃烧都只生成 CO_2 和 H_2O .B分子中碳和氢元素总的质量分数为 65.2%.A溶液具有酸性,不能使 FeCl_3 溶液显色.

(1)A和B相对分子质量之差为_____.

(2)1个B分子中应该有_____个氧原子.

(3)A的分子式是_____.

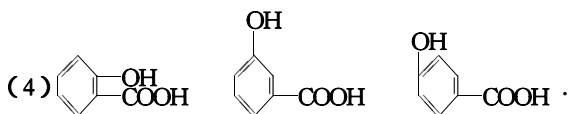
(4)B可能的三种结构简式是_____.

解析 $\text{A} + \text{H}_2\text{O} \rightarrow \text{CH}_3\text{COOH} + \text{B}$,所以A和B相对分子质量之差为42,B分子量不超过 $200 - 42 = 158$.A有羧基,所以B也有羧基,且有从A(醋酸酯)水解释出的羟基,初步推测可能含3个氧原子.从B分子中氧的质量分数(由题意推出)可求B的相对分子质量.

$$\text{B的相对分子质量 } M = \frac{16 \times 3}{34.8\%} = 138 \sim 158, \text{合理.}$$

由数据可以确认B分子为羟基苯甲酸.

答案 (1)42.(2)3.(3) $\text{C}_9\text{H}_8\text{O}_4$.



练习、巩固、提高

一、选择题

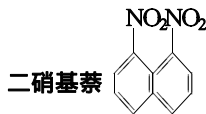
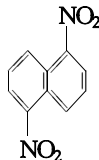
1. 为提纯下列的物质(括号内为杂质)所选用的试剂和分离方法均正确的是 ()

选项	物质	除杂质试剂	分离方法
A	苯(苯酚)	氢氧化钠溶液	分液
B	氯化铵溶液(氯化铁)	氢氧化钠溶液	过滤
C	硝酸铜溶液(硝酸银)	铜粉	结晶
D	二氧化碳(氯化氢)	饱和碳酸氢钠溶液	洗气

2. 下列实验方法中,不能达到预期目的是_____.

- A. 用渗析法分离蔗糖和葡萄糖的混合溶液. B. 用盐析法分离油脂皂化反应的产物.
C. 用升华法分离碘和氯化铵的混合物. D. 用结晶法分离硝酸钾和氯化钠的混合物.
E. 用分液法分离水和硝基苯的混合物. F. 用蒸馏法分离乙醇和乙酸、乙酯的混合物.
3. 下列物质的分离方法中,根据微粒大小确定分离方法的是 ()
A. 萃取 B. 重结晶 C. 过滤 D. 渗析
4. 将淀粉碘化钾混合液装在半透膜袋中,浸泡在盛有蒸馏水的烧杯中.过一段时间后,取烧杯中液体进行实验,能证明半透膜有破损的是 ()
A. 向烧杯中加入碘水变蓝色 B. 向烧杯中加入碘水不变蓝色
C. 向烧杯中加入硝酸银溶液产生黄色沉淀 D. 向烧杯中加入氯水变蓝色
5. 下列各组混合物,用分液漏斗不能分开的是 ()
A. 甘油和乙醇 B. 正己烷和水 C. 硝基苯和水 D. 乙醚和水
6. 除去 SO_2 中混有的 SO_3 气体,可选用的试剂是 ()
A. 石灰水 B. 浓硫酸 C. 饱和 NaHSO_3 溶液 D. KMnO_4 溶液
7. 为提纯下列物质(括号内为杂质),采用洗气法,所选用吸收剂正确的是 ()
A. $\text{Cl}_2(\text{HCl})$: 饱和食盐水 B. $\text{CO}_2(\text{SO}_2)$: $1 \text{ Na}_2\text{CO}_3$ 溶液
C. $\text{C}_2\text{H}_2(\text{H}_2\text{S})$: 1 KMnO_4 溶液 D. $\text{CH}_4(\text{C}_2\text{H}_4)$: 溴水

8. 在一定条件下,萘可以跟浓硝酸、浓硫酸混合酸发生硝化反应,生成物 1,5-二硝基萘和 1,8-



二硝基萘的混合物,后者可溶于质量分数大于 98% 的硫酸,而前者不能.利用这一性质可以将这两种异构体分离.将上述硝化产物加入适量 98% 的硫酸,充分搅拌,用耐酸漏斗过滤.欲从滤液中得到固体 1,8-二硝基萘,应采用的方法是 ()

- A. 蒸发、浓缩、结晶 B. 向滤液中加水后过滤
C. 用 Na_2CO_3 溶液处理滤液 D. 将滤液缓缓加入水中后过滤

二、计算题

9. 用 Na_2CO_3 、 BaCl_2 和 HCl 溶液作试剂,除去 NaCl 溶液中含有的少量 Ca^{2+} 和 SO_4^{2-} . 每种试剂不得重复用两次.提纯过的溶液中除了 Na^+ 、 Cl^- 、 H^+ 和 OH^- 离子外,不得遗留任何其他离子.

(1) 写出加入试剂的顺序.(2) 写出各步反应的离子方程式.

10. 为测定硫酸铵和氯化铵混合物中氯化铵的质量分数,甲、乙两位同学按下列所示的实验步骤进行实验:称量样品→溶解→加过量试剂→过滤出沉淀→洗涤沉淀→烘干称量→处理实验数据,得出结果.

(1) 实验时,甲同学选用硝酸银溶液作试剂 A,乙同学选用氯化钡溶液作试剂 A. 其中_____ (填“甲”或



“乙”同学所选择的试剂 A 不合理,其理由是_____。

(2) 以下都是指试剂 A 选择正确时进行的实验:

① 为进行称量、溶解、反应、过滤、洗涤沉淀的各项操作,准备了以下仪器:托盘天平与砝码、烧杯、过滤器、铁架台及附件、胶头滴管、量筒,其中还缺少的一件必备仪器是_____②

② 若过滤所得沉淀未经洗涤即烘干称量,测定结果_____ (填“偏高”、“偏低”、“不变”)②

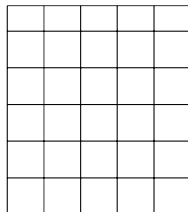
③ 检验加入的试剂 A 是否已过量的方法是_____②

④ 若实验中测得样品质量为 W g, 沉淀物质的质量为 m g, 请列出实验测定结果的计算式:氯化铵的质量分数 = _____。

11. 有 A、B 两种有机液体的混合物, A、B 互溶, 且相互不发生化学反应, 在常压下, A 的沸点为 35°C , B 的沸点为 200°C 。回答以下问题。

(1) 用蒸馏方法分离和提纯该混合物, 必不可少的玻璃仪器和用品是_____。

(2) 如果加热升温后, 第 3min g 10min 收集第一个馏分, 第 15min g 25min 收集第二个馏分。请在图的格纸中画出蒸馏法分离提纯该混合液的温度与时间关系示意图。



12. 有一瓶澄清的溶液, 其中可能含 NH_4^+ 、 K^+ 、 Na^+ 、 Mg^{2+} 、 Ba^{2+} 、 Al^{3+} 、 Fe^{3+} 、 SO_4^{2-} 、 CO_3^{2-} 、 NO_3^- 、 Cl^- 、 I^- 。取该溶液进行如下实验: ① 用 pH 试纸实验, 表明溶液呈强酸性②

② 取部分溶液, 加入少量 CCl_4 及数滴新制氯水, 经振荡后, CCl_4 层呈紫红色②

③ 另取部分溶液, 逐滴加入稀 NaOH 溶液, 使溶液从酸性逐渐转变为碱性, 在滴加过程中及滴加完毕后, 溶液中均无沉淀生成②

④ 取部分上述碱性溶液, 加 Na_2CO_3 溶液, 有白色沉淀生成②

⑤ 将③得到的碱性溶液加热, 有气体放出, 该气体能使湿润的红色石蕊试纸变蓝。

根据上述实验事实确定并回答:

在溶液中肯定存在哪些离子? _____, 肯定不存在哪些离子? _____, 还不能确定是否有哪些离子存在? _____。

练习、巩固、提高参考答案

一、选择题

1. 答案: A、D。

2. 解析: 可用盐析分离皂化反应的产物。

答案: A、C、F。

3. 答案: C、D。

4. 解析: 要证明半透膜是否有破损, 即要证明胶体微粒淀粉是否透过半透膜而进入烧杯中的溶液里。

答案: A、D。

5. 答案: A、D 6. 答案: B、C。 7. 答案: A、D。 8. 答案: D

二、计算题

9. 解析: 据试测要点 2, 此题不能回答为: 加入适量 Na_2CO_3 溶液, 使 Ca^{2+} 生成 CaCO_3 沉淀, 过滤除去, 再加入适量 BaCl_2 溶液使 SO_4^{2-} 生成 BaSO_4 沉淀, 过滤除去。在实验中控制适量很困难, 为使杂质完全除去, 都加入过量的沉淀试剂。此题中, 先加过量 BaCl_2 溶液, 溶液中有剩余的 Ba^{2+} , 可在下一步加 Na_2CO_3 溶液除 Ca^{2+} 时一并除去(生成 BaCO_3 沉淀)。此时又引入过量的 Na_2CO_3 , 可用 HCl 处理除去。此题允许溶液有 H^+ 存在, 故不必考虑除去多余的 HCl。若不允许 H^+ 过量, 可将溶液蒸发干, 将 HCl 驱除, 剩余纯的 NaCl, 再溶解于水, 即得到不含 HCl 的 NaCl 溶液。

答案: (1) BaCl_2 、 Na_2CO_3 、HCl 溶液。

(2) $\text{Ba}^{2+} + \text{SO}_4^{2-} = \text{BaSO}_4 \downarrow$, $\text{Ca}^{2+} + \text{CO}_3^{2-} = \text{CaCO}_3 \downarrow$;

$\text{Ba}^{2+} + \text{CO}_3^{2-} = \text{BaCO}_3 \downarrow$, $\text{CO}_3^{2-} + 2\text{H}^+ = \text{CO}_2 \uparrow + \text{H}_2\text{O}$

10. 答案: (1) 甲: 选用 AgNO_3 作试剂, 除生成 AgCl 沉淀外, 还可能析出少量 Ag_2SO_4 沉淀, 而且烘干沉淀时, AgCl 将发生分解, 致使测量结果不准确。(2) ① 玻璃棒② 偏低③ 取上层反应清液, 再加入 BaCl_2 溶液, 若不再生成沉淀, 说明已过量④ $\frac{233W - 13m}{233W} \times 100\%$ 。

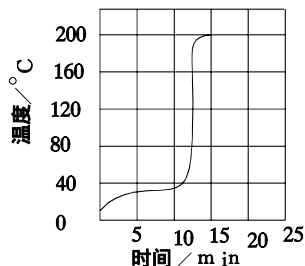


11. 解析 (1) 主要考查蒸馏所需的玻璃仪器, 铁架台、石棉网、单孔塞不属玻璃仪器, 故不在答案之列. 此外, 用品为沸石(或碎瓷片), 这是蒸馏和分馏时为防止液体暴沸, 所必需加入的用品.

(2) 蒸馏时, 沸点低的组分先馏出, 沸点高的组分后馏出. 作图时要注意:

①坐标要正确, 且用横坐标表示时间变化, 用纵坐标表示温度变化; ②升温曲线要表示出第 3min 0 10min 在约 35℃ 处和第 15min 0 25min 在约 200℃ 处是两段水平线(或近似水平线), 曲线要连续, 其他部分只要不出现水平段, 如何升温不作要求; ③画出蒸馏分离该组分的温度与时间关系示意图.

答案 (1) 蒸馏烧瓶(或圆底烧瓶、平底烧瓶)、温度计、冷凝管、尾接管、锥形瓶、沸石(或碎瓷片). (2) 见右图所示.



12. 答案: I^- 、 NH_4^+ 、 Ba^{2+} 、 SO_4^{2-} 、 NO_3^- 、 CO_3^{2-} 、 Mg^{2+} 、 Al^{3+} 、 Fe^{3+} 、 K^+ 、 Na^+ 、 Cl^- .

考点 26 气体的制备、净化与性质

高考考点检索

1. 掌握常见气体的实验室制法;
2. 能根据制取气体所需反应物的状态、反应条件、气体的性质选择合适的发生、净化、收集和尾气处理装置.

实验要点归纳

1. 气体的制备和收集装置

(1) 气体制备的三种典型装置. 气体发生装置的选择主要由反应物的状态和反应条件决定. 如:

① 固 + 固 $\xrightarrow{\Delta}$, 可选用图 C, 可制备 O_2 、 CH_4 、 NH_3 等

② 固 + 液 $\longrightarrow$, 可选用图 B 或 D. 图 B 可制备 H_2 、 H_2S 、 C_2H_2 、 CO_2 、 NO_2 等, 图 D 可制备 H_2 、 H_2S 、 CO_2 等

③ 固(或液) + 液 $\xrightarrow{\Delta}$, 可选用图 A, 可制备 Cl_2 、 HCl 、 C_2H_4 、 CO 、 NO 、 SO_2 等. (C_2H_4 制取时将分液漏斗改为温度计)