

【核心考点 036】 滴定计算

第一部分 知识讲解

解题步骤：分析过程→列出算式→计算得数

第二部分 典型例题

综合题中相关考点已标蓝，可只做这一部分。

题型一、连续滴定

1. (2025 海南, 17) $\text{NaNO}_3 - \text{NaNO}_2$ 混合熔盐是“中国光塔(光热发电)”的基本热媒介质。其准确组成是保障光塔稳定运行的重要参数, 熔盐中组分含量测定, 可用如下流程进行。

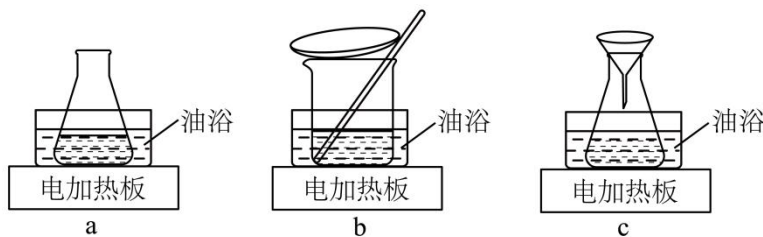


回答问题：

(1) “称量”时应使用_____ (填“台秤”或“分析天平”)。“过滤”操作中承接滤液需用_____ (填仪器名称)。滤液定量转移至 250 mL 容量瓶, 需要玻璃棒辅助, 玻璃棒的作用是_____。定容得到混合盐样品溶液。

(2) 熔盐中总硝态盐($\text{NaNO}_3 - \text{NaNO}_2$)含量测定

①准确量取 25.00 mL 混合盐样品溶液于装置_____ (填标号)的反应容器中, 加入过量盐酸, 缓缓蒸干, 完成由 Na^+ 将 Cl^- 定量固定的“转化”。“蒸干驱酸”产生 NO_x 、 HNO_3 及 HCl , 需置于_____ 橱中进行, 其废气处理需用_____ 溶液吸收。



②银量法的滴定剂为 AgNO_3 标准液, 指示剂为 K_2CrO_4 , 终点变化为乳白色至砖红色沉淀。滴定中, 溶液 pH 应保持在 6~9 范围, 原因是_____。

(3) 熔盐中 NaNO_2 含量测定

①测定

准确量取 25.00 mL 混合盐样品溶液于加有过量 KI 的碘量瓶中, 加入 10 mL 稀 H_3PO_4 , 避光静置 5 min 完成“氧化”:

$4\text{H}^+ + 2\text{NO}_2^- + 3\text{I}^- = \text{I}_3^- + 2\text{NO} \uparrow + 2\text{H}_2\text{O}$, 以浓度为 $c_1 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$ 的 $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 标准溶液滴定, 消耗体积为 $V_1 \text{ mL}$,

反应式: $2\text{S}_2\text{O}_3^{2-} + \text{I}_3^- = \text{S}_4\text{O}_6^{2-} + 3\text{I}^-$ 。

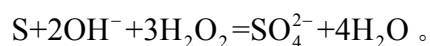
②空白测定

准确量取 25.00 mL 蒸馏水替换混合盐样品溶液, 并重复上述“测定”过程, 消耗 $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 标准溶液体积为 $V_0 \text{ mL}$ 。

样品中 NaNO_2 质量分数为_____。

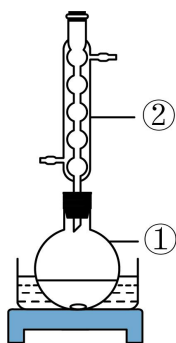
题型二、过量滴定

2. (2025 河南, 16) 某研究小组设计了如下实验测定某药用硫黄中硫的含量, 其中硫转化的总反应为



主要实验步骤如下:

I. 如图所示, 准确称取 $m\text{g}$ 细粉状药用硫黄于①中, 并准确加入 $V_1\text{mL}$ KOH 乙醇溶液(过量), 加入适量蒸馏水, 搅拌, 加热回流。待样品完全溶解后, 蒸馏除去乙醇。



II. 室温下向①中加入适量蒸馏水, 搅拌下缓慢滴加足量 $30\%\text{H}_2\text{O}_2$ 溶液, 加热至 100°C , 保持 20min , 冷却至室温。

III. 将①中溶液全部转移至锥形瓶中, 加入 2 滴甲基橙指示剂, 用 $\text{cmol}\cdot\text{L}^{-1}\text{HCl}$ 标准溶液滴定至终点, 消耗 HCl 溶液体积为 $V_2\text{mL}$ 。

IV. 不加入硫黄, 重复步骤 I、II、III 做空白实验, 消耗 HCl 标准溶液体积为 $V_3\text{mL}$ 。计算样品中硫的质量分数。

V. 平行测定三次, 计算硫含量的平均值。

回答下列问题:

(1) 仪器①的名称是: _____; ②的名称是_____。

(2) 步骤 I 中, 乙醇的作用是_____。

(3) 步骤 I 中, 样品完全溶解后, 必须蒸馏除去乙醇的原因是_____。

(4) 步骤 II 中不宜采用水浴加热的原因是_____。步骤 II 结束后, 若要检验反应后溶液中的 SO_4^{2-} , 实验操作是_____。

(5) 步骤 III 中, 判断滴定达到终点的现象为_____。

(6) 单次样品测定中硫的质量分数可表示为 _____(写出计算式)。

题型三、误差分析

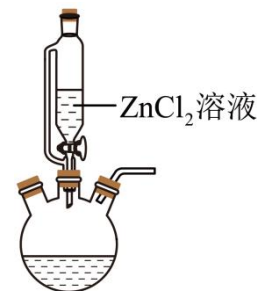
3. (2026·山东聊城·一模) 苯磺酸金属配合物常用作催化剂。某兴趣小组制备对氨基苯磺酸锌晶体 $[\text{Zn}(\text{SA})_2(\text{H}_2\text{O})_2] \cdot 2\text{H}_2\text{O}$, 相对分子质量为 481, 测定产品纯度并探究其催化性能。

已知: ①对氨基苯磺酸微溶于冷水, 可溶于沸水。

② SA^- 表示对氨基苯磺酸根离子 ($\text{H}_2\text{N}-\text{C}_6\text{H}_4-\text{SO}_3^-$)。

I. 制备

步骤 1: 将新制的 ZnCl_2 溶液, 转移至恒压滴液漏斗中, 称取对氨基苯磺酸置于三颈烧瓶中, 加入蒸馏水和 NaOH 溶液至溶液恰好澄清。



步骤 2: 缓慢滴加新制的 ZnCl_2 溶液, 持续磁力搅拌 30 min, 蒸发浓缩, 冷却结晶, 过滤, 洗涤, 自然晾干, 得到粗产品。

(1)蒸发浓缩操作需用到的主要仪器(夹持仪器除外)有酒精灯、_____。

(2)步骤 1 中滴加 NaOH 溶液至“溶液恰好澄清”的原因是_____。

II. 纯度测定

称取 $m \text{ g}$ 对氨基苯磺酸锌粗产品并将其溶解, 定容至 250 mL 容量瓶中, 取 25.00 mL 该溶液于锥形瓶中, 加入缓冲溶液调节 pH 约为 5, 加入指示剂, 用 $c \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$ 的 EDTA 标准溶液滴定至终点(杂质不参与反应), 已知发生反应: $\text{Zn}^{2+} + \text{EDTA} \rightarrow \text{Zn}-\text{EDTA}$, 重复滴定三次, 消耗的 EDTA 溶液的平均体积为 $V \text{ mL}$ 。

(3)滴定管在使用前需进行的操作有检漏、洗涤、_____、装液、排气泡、调液面。

(4)该粗产品中对氨基苯磺酸锌晶体的纯度为 _____ % (用含 m 、 c 、 V 的代数式表示), 下列滴定操作会导致纯度测定值偏高的是 _____ (填标号)。

- A. 滴定前锥形瓶用待测液润洗
- B. 滴定前滴定管尖嘴有气泡, 滴定后气泡消失
- C. 滴定终点时俯视滴定管刻度线读数
- D. 滴定过程中锥形瓶振荡过猛, 有液体溅出

III. 催化性能探究

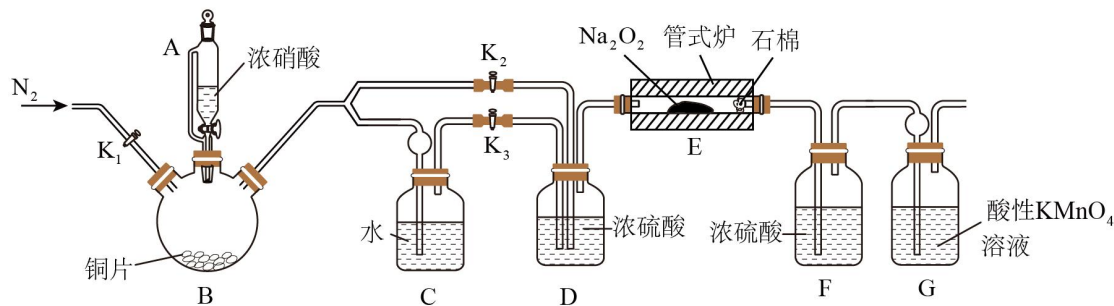
小组同学以乙酸乙酯水解反应为探针, 探究对氨基苯磺酸锌的催化效果, 对比苯磺酸铜、苯磺酸镍的催化性能, 并研究反应条件对催化效果的影响。

(5)可通过 _____ (填一种简便方法)直观判断乙酸乙酯的水解速率快慢。

(6)探究不同温度对对氨基苯磺酸锌的催化效果时, 发现温度过高会导致测得的水解率偏低, 可采取的改进措施是 _____。

4. (2026·山东济南·一模) $\text{NaNO}_3 - \text{NaNO}_2$ 混合熔盐是光热发电的基本热媒介质。实验室利用如下装置制备

$\text{NaNO}_3 - \text{NaNO}_2$ 混合熔盐中的硝态盐 (夹持装置略):



已知: 为提升熔盐的利用效率, 热媒介质中硝态盐 NaNO_3 与 NaNO_2 的比例约为 1:5; 酸性条件下, 低价氮氧化物、 NO_2^- 能与 MnO_4^- 反应生成 NO_3^- 和 Mn^{2+} 。

回答下列问题:

(1) 仪器 A 的名称是_____。

(2) 检查装置的气密性后, 进行的操作为: ①通入 N_2 ; ②向 B 中加入浓硝酸后关闭仪器 A 的旋塞, 适当调节 K_2 、 K_3 ;

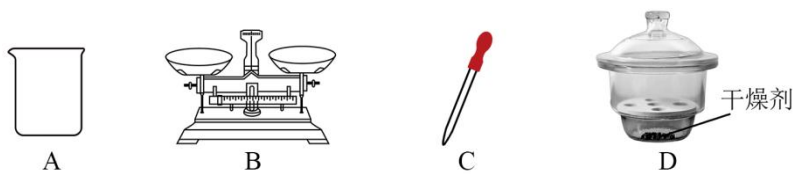
③关闭 K_1 并加热管式炉,。操作①的目的是_____; 操作③需进行下列操作, 正确的顺序为_____ (填标号)。

A. 打开 K_1 , 通入 N_2 B. 停止加热

(3) 装置 D 的作用: ①浓硫酸可以_____, ②_____。

(4) 利用碘量法测定熔盐中 NaNO_2 的纯度, 实验如下:

①溶液配制: 称量 $a \text{ g}$ (精确至 $\pm 1 \text{ mg}$) 样品, 配制 500 mL 混合盐样品待测液。下列仪器无需使用的是_____ (填标号)。



②滴定: 取 25.00 mL 待测液于锥形瓶中, 加入适量稀硫酸酸化, 用酸性 KMnO_4 标准溶液滴定, 滴定达终点时消耗

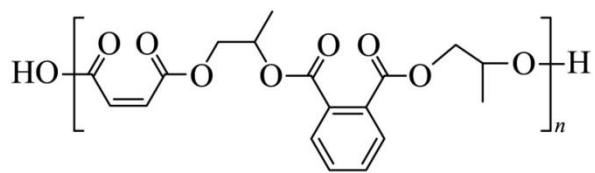
$c \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$ 的酸性 KMnO_4 溶液 $V_1 \text{ mL}$; 用 25.00 mL 蒸馏水替换锥形瓶中的待测液, 重复上述操作, 消耗酸性 KMnO_4

溶液 $V_2 \text{ mL}$ 。则样品中 NaNO_2 的质量分数为_____ (用代数式表示); 若空白实验滴定终点时俯视读数, NaNO_2 质量

分数的测量值将_____ (填“偏大”“偏小”或“无影响”)。

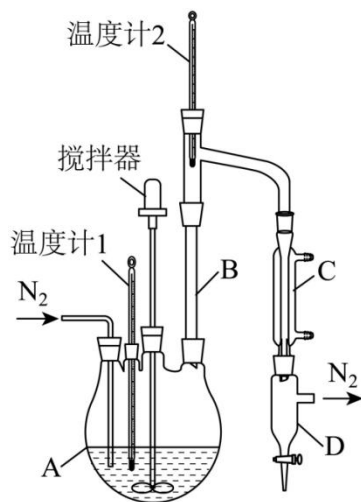
第三部分 练习题

1. (2025 山东, 18) 如下不饱和聚酯可用于制备玻璃钢。



实验室制备该聚酯的相关信息和装置示意图如下(加热及夹持装置略):

原料	结构简式	熔点/ $^{\circ}\text{C}$	沸点/ $^{\circ}\text{C}$
顺丁烯二酸酐		52.6	202.2
邻苯二甲酸酐		130.8	295.0
1, 2-丙二醇		-60.0	187.6



实验过程:

①在装置 A 中加入上述三种原料, 缓慢通入 N_2 。搅拌下加热, 两种酸酐分别与 1, 2-丙二醇发生醇解反应, 主要

生成 和 。然后逐步升温至 $190 \sim 200^{\circ}\text{C}$, 醇解产物发生缩聚反应生

成聚酯。

②缩聚反应后期, 每隔一段时间从装置 A 中取样并测量其酸值, 直至酸值达到聚合度要求(酸值: 中和 1 克样品所消耗 KOH 的毫克数)。

回答下列问题:

(1) 理论上, 原料物质的量投料比 $n(\text{顺丁烯二酸酐}) : n(\text{邻苯二甲酸酐}) : n(1, 2\text{-丙二醇})$ _____。

(2) 装置 B 的作用是_____；仪器 C 的名称是_____；反应过程中, 应保持温度计 2 示数处于一定范围, 合理的是_____(填标号)。

A. $55 \sim 60^\circ\text{C}$ B. $100 \sim 105^\circ\text{C}$ C. $190 \sim 195^\circ\text{C}$

(3) 为测定酸值, 取 $a\text{g}$ 样品配制 250.00mL 溶液。移取 25.00mL 溶液, 用 $c\text{mol}\cdot\text{L}^{-1}\text{KOH}$ 一乙醇标准溶液滴定至终点, 重复实验, 数据如下:

序号	1	2	3	4	5
滴定前读数/mL	0.00	24.98	0.00	0.00	0.00
滴定后读数/mL	24.98	49.78	24.10	25.00	25.02

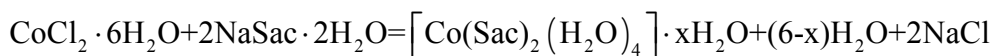
应舍弃的数据为_____(填序号); 测得该样品的酸值为_____(用含 a, c 的代数式表示)。若测得酸值高于聚合度要求, 可采取的措施为_____(填标号)。

A. 立即停止加热 B. 排出装置 D 内的液体 C. 增大 N_2 的流速

(4) 实验中未另加催化剂的原因是_____。

2. (2025 陕晋宁青, 15) 某实验室制备糖精钴 $[\text{Co}(\text{Sac})_2(\text{H}_2\text{O})_4] \cdot x\text{H}_2\text{O}$, 并测定其结晶水含量。

已知: Sac^- 表示糖精根离子, 其摩尔质量为 $182\text{g} \cdot \text{mol}^{-1}$, 糖精钴的溶解度在热水中较大, 在冷水中较小; 丙酮沸点为 56°C , 与水互溶。



(一) 制备

I. 称取 $1.0\text{g} \text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$, 加入 18mL 蒸馏水, 搅拌溶解, 得溶液 1。

II. 称取 2.6g (稍过量) 糖精钠 ($\text{NaSac} \cdot 2\text{H}_2\text{O}$), 加入 10mL 蒸馏水, 加热搅拌, 得溶液 2。

III. 将溶液 2 加入到接近沸腾的溶液 1 中, 反应 3 分钟后停止加热, 静置, 冷却结晶。

IV. 过滤, 依次用三种不同试剂洗涤晶体, 晾干得产品。

回答下列问题:

(1) I 和 II 中除烧杯外, 还需用到的玻璃仪器有 _____、_____ (写出两种)

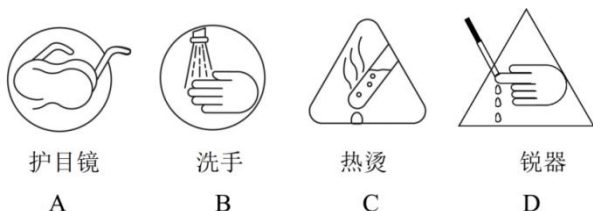
(2) III 中静置过程有少量晶体出现时, 可将烧杯置于 _____ 中, 以使大量晶体析出。

(3) IV 中用 ① 丙酮、② 冷水、③ 冷的 $1\% \text{NaSac}$ 溶液洗涤晶体, 正确顺序为 _____。

A. ①③② B. ③②① C. ②①③

(4) IV 中为了确认氯离子已经洗净, 取水洗时的最后一次滤液于试管中, _____ (将实验操作、现象和结论补充完整)。

(5) 与本实验安全注意事项有关的图标有 _____。



(二) 结晶水含量测定

EDTA 和 Co^{2+} 形成 1:1 配合物。准确称取 $m \text{g}$ 糖精钴产品于锥形瓶中, 加蒸馏水, 加热溶解, 再加入缓冲溶液和指示剂, 在 $50\sim 60^\circ\text{C}$ 下, 用 $c \text{mol} \cdot \text{L}^{-1}$ 的 EDTA 标准溶液滴定。

(6) 下列操作的正确顺序为 _____ (用字母排序)。

- a. 用标准溶液润洗滴定管 b. 加入标准溶液至 “0” 刻度以上 $2\sim 3\text{mL}$ 处
- c. 检查滴定管是否漏水并清洗 d. 赶出气泡, 调节液面, 准确记录读数

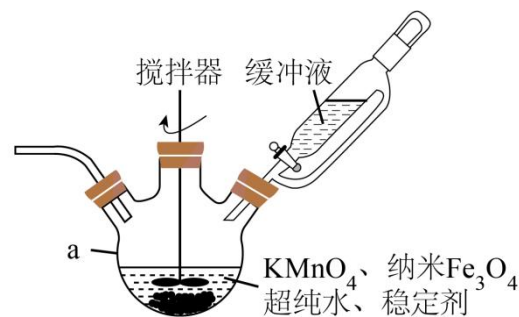
(7) 滴定终点时消耗标准溶液 $V \text{mL}$, 则产品 $[\text{Co}(\text{Sac})_2(\text{H}_2\text{O})_4] \cdot x\text{H}_2\text{O}$ 中 x 的测定值为 _____ (用含 m 、 c 、 V 的代数式表示); 若滴定前滴定管尖嘴处无气泡, 滴定后有气泡, 会导致 x 的测定值 _____ (填 “偏高” “偏低” 或 “无影响”)。

3. (2025 贵州, 15) 纳米 $\text{Fe}_3\text{O}_4 @ \text{MnO}_2$ 可用于痕量酚类物质的快速检测。

I. 制备纳米 $\text{Fe}_3\text{O}_4 @ \text{MnO}_2$ 并测定其活性成分 MnO_2 的质量(装置如图,

夹持等装置已略)。

将 KMnO_4 和纳米 Fe_3O_4 加入装有纯水的仪器 a 搅拌器中, 搅拌, 缓慢加入稳定剂后, 加入缓冲液调节溶液 pH 为 6.0, 继续搅拌 12 h。转移至烧杯中静置, 磁分离、洗涤、干燥, 制得纳米 $\text{Fe}_3\text{O}_4 @ \text{MnO}_2$ 。



(1) 仪器 a 的名称是_____。

(2) 调节溶液 pH 为 6.0 的原因是_____。

(3) 磁分离获得纳米 $\text{Fe}_3\text{O}_4 @ \text{MnO}_2$ 的原理为_____。

(4) MnO_2 质量的测定: 向一定量的纳米 $\text{Fe}_3\text{O}_4 @ \text{MnO}_2$ 样品中加入稀 H_2SO_4 和 H_2O_2 溶液充分反应, 加热, 冷却至室温后, 调节溶液 pH 为 5.0, 过滤; 向滤液中加入指示剂和掩蔽剂, 用 $c \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$ EDTA 标准溶液滴定滤液中 Mn^{2+} , 平行滴定三次, 平均消耗 EDTA 标准溶液体积 $V \text{ mL}$ (EDTA 与 Mn^{2+} 反应的化学计量数之比为 1:1)。

① MnO_2 转化为 Mn^{2+} 的化学方程式为_____。

② 纳米 $\text{Fe}_3\text{O}_4 @ \text{MnO}_2$ 样品中 MnO_2 的质量为_____ mg (用含 c 、 V 的代数式表示)。

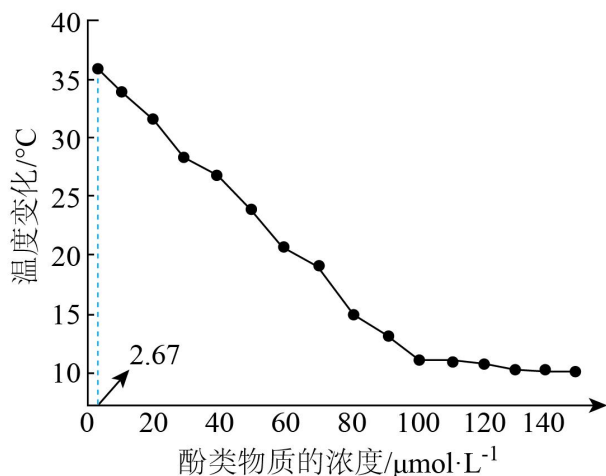
II. 检测酚类物质

向 TMB 溶液中加入纳米 $\text{Fe}_3\text{O}_4 @ \text{MnO}_2$, 得到检测液; 向检测液中加入酚类物质, 溶液变色, 激光照射溶液 2 min, 通过照射前后温度变化检测酚类物质的浓度。

变色原理为: $\text{TMB}(\text{无色}) \xrightleftharpoons[\text{酚类物质}]{\text{O}_2, \text{Fe}_3\text{O}_4 @ \text{MnO}_2} \text{氧化态 TMB}(\text{蓝色})$

(5) 当检测液中加入酚类物质时, 溶液颜色的变化是_____, 该过程体现了酚类物质的_____性。

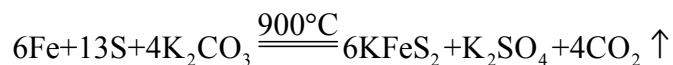
(6) 温度变化与酚类物质的浓度关系如图, 该检测液能定量检测酚类物质的浓度范围为_____ $\mu\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}$ 。



4. (2025 福建, 12) 导电材料二硫代铁酸钾(KFeS_2)晶体呈紫色, 不溶于水, 可被盐酸酸解。

I. KFeS_2 的制备

将 7.0 g 铁粉、48.0 g 硫粉和过量 K_2CO_3 充分混合后, 900°C 焙烧 1.5 小时。反应方程式:



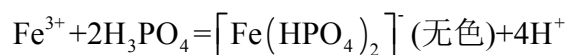
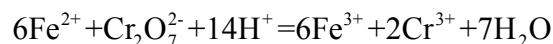
(1) 反应所需的容器为_____。(填标号)

(2) 将反应所得混合物置入水中煮沸, 溶液呈深绿色(因可溶性杂质), 并有淡黄色_____ (填化学式) 浮渣, 倾去上层溶液及浮渣; 重复多次直至上层溶液_____ (填现象)。过滤、洗涤和干燥后得到 KFeS_2 粗产品 15.9 g, 产率为_____ % (保留至整数位)。

II. KFeS_2 的纯度测定(平行测定 3 次, 以 1 次为例)

(3) 准确称取 KFeS_2 粗产品 m g 于锥形瓶中, 加入浓盐酸加热至紫色固体完全溶解, 有臭鸡蛋味的有毒气体放出, 溶液中铁以 $[\text{FeCl}_4]^-$ 形式存在。酸解反应的离子方程式为_____。

(4) 将上述酸解液中的 Fe(III) 全部还原成 Fe(II), 加入硫酸-磷酸混酸和指示剂, 立即用 $c \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1} \text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$, 标准溶液滴定至终点(呈紫色), 消耗体积为 $V \text{ mL}$ 。滴定过程发生反应:



①加入磷酸的目的是_____。

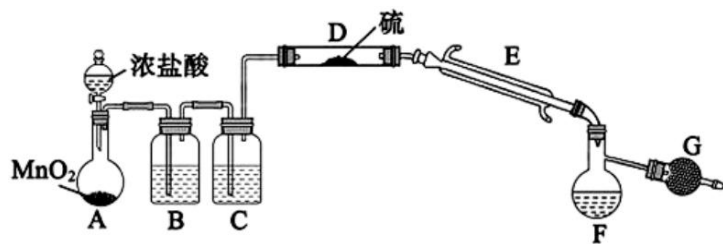
②测得 KFeS_2 纯度为_____ $\times 100\%$ (用 m 、 c 、 V 列出计算式)。

(5) 上述实验过程中, 下列操作正确的是_____。(填标号)

- a. 将粗产品置于托盘天平右盘称量
- b. 在通风橱中酸解 KFeS_2 粗产品
- c. 配制标准溶液时, 定容后反复上下颠倒容量瓶混匀
- d. 滴定管用蒸馏水洗涤后, 装入标准溶液并调零

III. 略

5. (2026·山东滨州·二模) 二氯化二硫(S_2Cl_2)是重要的有机化工原料。某小组以氯气和熔融硫磺为原料制备 S_2Cl_2 并测定其纯度(装置图中夹持、加热装置略)。



已知:

物质	熔点/ $^{\circ}C$	沸点/ $^{\circ}C$	其它性质
S_2Cl_2	-80	138	遇水分解生成 S、 SO_2 和 HCl; $100^{\circ}C$ 以上部分分解成 S 和 Cl_2 ; 能被氯气氧化成 SCl_2 .
SCl_2	-78	59	—
S	113	445	易溶于 S_2Cl_2

回答下列问题:

(1) 组装仪器, _____(填操作名称), 添加药品。

(2) 该实验的操作顺序为 _____(填序号)。

①加热装置 A ②加热装置 D ③通冷凝水 ④停止加热装置 D ⑤停止加热装置 A

(3) 缺少 C 装置时, 实验中发现产品浑浊不清, 原因是 _____(用化学方程式表示)。

(4) F 中收集到的产品所含杂质除 Cl_2 外还有 _____(填化学式); 下列措施能提高产品纯度的有 _____(填标号)。

A. 调节 A 中分液漏斗旋塞, 控制液体滴加速率

B. 进一步升高装置 D 的温度

C. 对装置 F 收集到的粗产品进行减压蒸馏

(5) 该小组用如下装置测定提纯后 S_2Cl_2 产品的纯度(杂质不影响测定)。

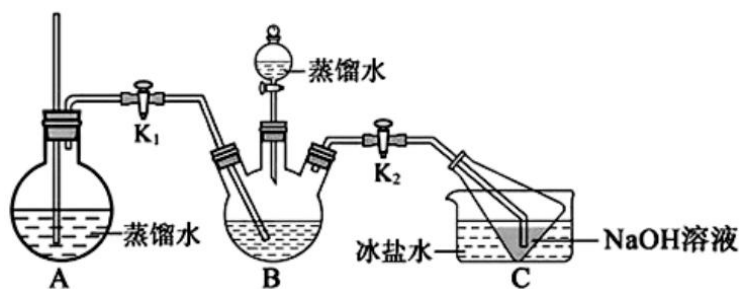
步骤如下:

i. 称取 mg 样品于三颈烧瓶。

ii. 关闭 K_1 , 打开 K_2 , 通过分液漏斗向烧瓶 B 中加入足量蒸馏水, 充分反应。

iii. 打开 K_1 , 加热烧瓶 A, 向 B 中持续通入水蒸气, 将样品水解生成的 SO_2 和 HCl 全部蒸出, 用足量的 NaOH 溶液充分吸收。

iv. 实验结束后, 取下锥形瓶, 加入指示剂 X, 用 $c \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$ 的盐酸标准溶液滴定剩余的 NaOH 溶液, 至终点时, 消耗盐酸 $V_1 \text{ mL}$ 。



v. 不加 S_2Cl_2 样品，重复步骤ii~iv做空白实验。滴定 NaOH 溶液至终点时消耗盐酸 V_0 mL。

①步骤iv中，指示剂 X 为_____。

②样品中 S_2Cl_2 纯度为_____%(用含 c 、 V_0 、 V_1 、 m 的代数式表示)。

③下列操作会导致测定结果偏高的是_____ (填标号)。

- A. 步骤iii中，水蒸气的通入时间较短
- B. 步骤iv中，滴定后俯视读数
- C. 步骤v中，滴定前滴定管尖端充满液体，滴定后有气泡

6. (2026·山东泰安·一模) 溴化氰 (CNBr) 可用于有机合成、杀虫剂制备，实验室可通过如下反应制备溴化氰：

$KCN + Br_2 = KBr + CNBr$ ，装置如下图所示 (省略夹持器)。

已知：常温常压下，溴化氰为白色粉末状固体，熔点 $52^\circ C$ ，沸点 $61.6^\circ C$ ，溶于水形成无色溶液。

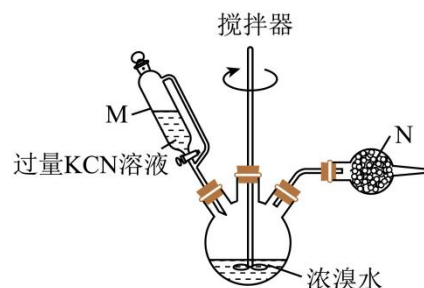
(1)仪器 M 的名称是_____，溴化氰的电子式为_____。

(2)逐滴加入 KCN 溶液，观察到_____时，反应基本完全。

(3)装置 N 内的试剂是_____。

- A. 无水 Na_2SO_4
- B. 碱石灰
- C. P_2O_5

(4)反应结束后，蒸馏混合物可得粗产品，蒸馏时冷凝管所用冷凝水温度范围是_____。



用碘量法测定溴化氰纯度：称取 0.5200 g 溴化氰样品，加足量 KI 溶液，发生反应： $CNBr + 2KI = I_2 + KBr + KCN$ ，

将反应后溶液稀释至 250 mL，用移液管量取 10.00 mL 该溶液于锥形瓶中，滴入淀粉试液，用 $0.01 mol \cdot L^{-1} Na_2S_2O_3$ 标

准溶液滴定，发生反应： $I_2 + 2Na_2S_2O_3 = 2NaI + Na_2S_4O_6$ 。四组平行实验，结果如下表所示：

实验组	1	2	3	4
$V(Na_2S_2O_3)(mL)$	30.12	31.21	30.11	30.13

(5)该溴化氰样品的纯度为_____% (保留小数点后 1 位)。

(6)下列操作会使测定结果偏高的是_____。

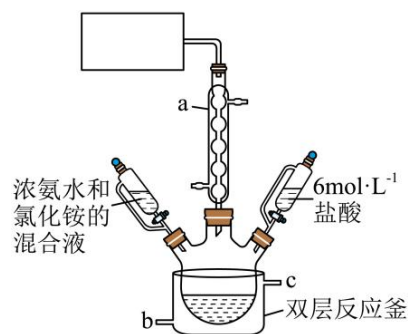
- A. 用洗净的移液管移取 10.00 mL 溶液前未润洗
- B. 移液管移取 10.00 mL 溶液时俯视刻度线
- C. 滴定前滴定管尖嘴处有气泡，滴定后气泡消失
- D. 滴定过程中样品试液有少许液体溅出

7. (2026·山东潍坊·一模) 某实验室制备 $[\text{Ni}(\text{NH}_3)_6]\text{Cl}_2$, 并测定产品中的 NH_3 含量。已知 $[\text{Ni}(\text{NH}_3)_6](\text{NO}_3)_2$ 、 $[\text{Ni}(\text{NH}_3)_6]\text{Cl}_2$ 均为可溶于水和稀氨水、不溶于浓氨水和乙醇的蓝紫色晶体; $[\text{Ni}(\text{NH}_3)_6](\text{NO}_3)_2$ 遇有机物或还原剂发生反应; $[\text{Ni}(\text{NH}_3)_6]\text{Cl}_2$ 受热易分解产生氨气; 乙醚与水不互溶。

回答下列问题:

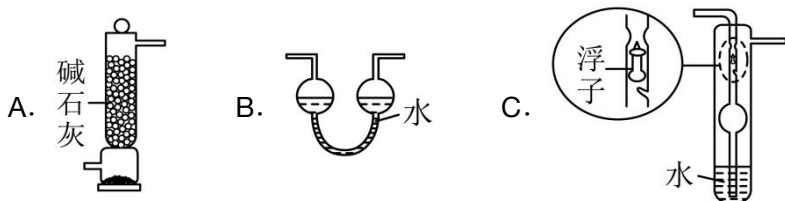
(一) 制备 $[\text{Ni}(\text{NH}_3)_6]\text{Cl}_2$

- 镍片与浓硝酸在温度 $50\text{-}60^\circ\text{C}$ 加热, 制得 $\text{Ni}(\text{NO}_3)_2$ 溶液。
- 向 i 所得溶液中, 加入浓氨水得蓝紫色晶体, 溶液接近无色时, 减压过滤。
- 将 ii 所得沉淀转移至双层反应釜中(装置如图), 加入 $6\text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$ 盐酸溶解。然后慢慢加入 $\text{NH}_3\cdot\text{H}_2\text{O}-\text{NH}_4\text{Cl}$ 混合液, 再缓慢加入 10 mL 无水乙醇, 析出蓝紫色晶体。
- 将 iii 中混合液减压过滤, 洗涤, 干燥。



(1) i 中控制温度不高于 60°C 的原因是_____。

(2) 仪器 a 的名称为_____, 双层反应釜冷凝水的进水口为_____ (填“b”或“c”), 装置图中 处选择的实验装置可以是_____ (填标号)。



(3) ii 中过滤应选择如图所示的微孔砂芯漏斗, 不选择布氏漏斗的原因是_____。



(4) iii 中无水乙醇的作用是_____; iv 中用①乙醚、②浓氨水、③乙醇洗涤晶体, 正确的顺序是_____ (填序号)。

(二) NH_3 含量测定

用电子天平称取 0.2320 g 试样, 用水溶解后加入 $3.00\text{ mL } 6\text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$ 盐酸, 以甲基红作指示剂, 用 $0.5000\text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$ 标准 NaOH 溶液滴定剩余 HCl 至终点, 消耗标准溶液 $V_1\text{ mL}$ 。另取 $3.00\text{ mL } 6\text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$ 盐酸, 以甲基红作指示剂, 用 $0.5000\text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$ 标准 NaOH 溶液滴定至终点, 消耗标准溶液 $V_2\text{ mL}$ 。

(5) 样品中 NH_3 的质量分数为 _____ $\times 100\%$ (用代数式表示)。若所用 $6\text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$ 盐酸浓度偏大, 则测定结果 _____ (填“偏大”“偏小”或“无影响”)。

第四部分 参考答案

典型例题

1. (2025 海南, 17)

(1) ①. 分析天平 ②. 烧杯 ③. 引流

(2) ①. c ②. 通风 ③. 氢氧化钠 ④. pH 大于 9, 银离子会转化为 AgOH 沉淀, pH 小于 6, 铬酸根会转化为重铬酸根, 影响滴定

$$(3) \frac{69c_1(V_1 - V_0)}{a} \%$$

2. (2025 河南, 16)

(1) ①. 圆底烧瓶 ②. 球形冷凝管

(2) 促进硫单质的溶解

(3) 乙醇与 H₂O₂ 混合后加热, 会发生剧烈反应引发危险

(4) ①. 加热温度达到了水的沸点, 水分蒸发过快, 不易控温 ②. 取少量反应后的溶液于试管中, 先加入盐酸酸化, 再加入氯化钡溶液, 观察实验现象

(5) 滴入最后半滴盐酸, 溶液颜色由黄色变为橙色, 且半分钟内不恢复原色

$$(6) \frac{1.6c(V_3 - V_2)}{m} \%$$

3. (2026·山东聊城·一模)

(1) 蒸发皿、玻璃棒

(2) 使对氨基苯磺酸恰好完全转化为易溶于水的对氨基苯磺酸钠, 提供足够的 SA⁻, 同时避免 NaOH 过量导致溶液碱性过强

(3) 润洗

$$(4) \frac{481cV}{m} \quad \text{AB}$$

(5) 测定相同时间内油状液层的厚度或滴加酚酞和 NaOH 溶液至浅红色, 记录浅红色褪去的时间

(6) 控制水浴温度在乙酸乙酯沸点以下

4. (2026·山东济南·一模)

(1) 恒压滴液漏斗 (或恒压分液漏斗)

(2) 排尽装置中的空气 AB

(3) 干燥气体 (或吸收水) 便于调节 NO 和 NO₂ 的比例约为 5:1

$$(4) \quad \text{BD} \quad \frac{\frac{5}{2}c(V_1 - V_2) \times 10^{-3} \times 20 \times 69}{a} \times 100\% \quad \text{偏大}$$

练习题

1. (2025 山东, 18)

(1) 1:1:2

(2) ①. 导气, 同时将顺丁烯二酸酐、苯二甲酸酐、1,2-丙二醇以及醇解反应的产物冷凝回流到装置 A 中, 但是不会将水蒸气冷凝 ②. (直形) 冷凝管 ③. B

(3) ①. 2、3 ②. $\frac{14000c}{a} \text{mg} \cdot \text{g}^{-1}$ ③. C

(4) 醇解产物电离出的氢离子可催化缩聚反应

2. (2025 陕晋宁青, 15)

(1) ①. 玻璃棒 ②. 量筒 (或胶头滴管等, 合理即可) (2) 冰水浴 (3) B

(4) 加稀硝酸酸化, 再滴加 AgNO_3 溶液, 无白色沉淀生成, 说明 Cl^- 已洗净 (5) ABC (6) cabd

(7) ①. $\frac{500m}{9cV} - 27.5$ (或: $\frac{m - cV \times 10^{-3} \times 495}{18 \times cV \times 10^{-3}}$) ②. 偏高

3. (2025 贵州, 15)

(1) 三颈烧瓶

(2) pH 过低时, MnO_4^- 易被还原为 Mn^{2+} , pH 过高易生成 MnO_4^{2-} 等副产物

(3) Fe_3O_4 具有磁性, 可被磁铁吸引

(4) $\text{MnO}_2 + \text{H}_2\text{SO}_4 + \text{H}_2\text{O}_2 \triangleq \text{MnSO}_4 + \text{O}_2 \uparrow + 2\text{H}_2\text{O}$ $87cV$

(5) 由蓝色逐渐变为无色 还原

(6) 2.67 ~ 100

4. (2025 福建, 12)

(1) d (2) ①. S ②. 无色无浮渣 ③. 80

(3) $\text{KFeS}_2 + 4\text{H}^+ + 4\text{Cl}^- \xrightarrow{\Delta} [\text{FeCl}_4]^- + 2\text{H}_2\text{S} \uparrow + \text{K}^+$

(4) ①. 掩蔽生成的 Fe^{3+} 颜色, 防止其影响终点判断 ②. $\frac{cV \times 6 \times 159}{m} \times 10^{-3}$

(5) bc (6) ①. 四面体形 ②. 链

(7) ac

5. (2026·山东滨州·二模)

(1) 检查装置的气密性

(2) ③①②④⑤

(3) $2\text{S}_2\text{Cl}_2 + 2\text{H}_2\text{O} \xrightarrow{\Delta} 3\text{S} \downarrow + \text{SO}_2 \uparrow + 4\text{HCl}$

(4) SCl_2 、S AC

(5) 酚酞溶液 $\frac{9c(V_0-V_1)}{2m}$ B

6. (2026·山东泰安·一模)

(1) 恒压滴液漏斗 $\begin{array}{c} \cdot\cdot \\ \cdot\cdot \\ \text{:Br:C::N:} \\ \cdot\cdot \\ \cdot\cdot \end{array}$

(2) 橙黄色完全褪去

(3) B

(4) $52^\circ\text{C} \sim 61.6^\circ\text{C}$

(5) 76.7

(6) C

7. (2026·山东潍坊·一模)

(1) 硝酸不稳定，温度较高时易分解

(2) 球形冷凝管 b BC

(3) $[\text{Ni}(\text{NH}_3)_6](\text{NO}_3)_2$ 遇滤纸会反应

(4) 降低溶剂极性，减小 $[\text{Ni}(\text{NH}_3)_6]\text{Cl}_2$ 溶解度，促进 $[\text{Ni}(\text{NH}_3)_6]\text{Cl}_2$ 结晶析出 ②③①

(5) $\frac{0.5 \times 17(V_2 - V_1) \times 10^{-3}}{0.2320}$ 无影响