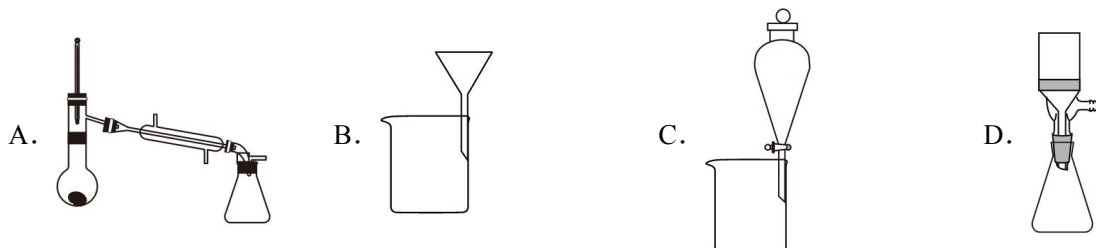


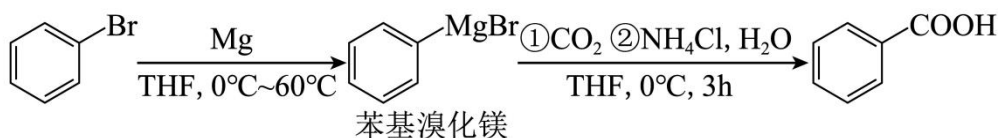
【核心考点 030】减压过滤

非选择题可只做与考点相关的小题（已标蓝），文末附答案与解析。

1. （2024 江西，3）“稀土之父”徐光宪先生提出了稀土串级萃取理论，其基本操作是利用有机络合剂把稀土离子从水相富集到有机相再进行分离。分离时可用的玻璃装置是



2. （2026·山东日照·一模）用格氏试剂和二氧化碳制备苯甲酸的原理如下：



已知：①苯甲酸微溶于冷水，易溶于热水、乙醚和四氢呋喃(THF，易燃易爆挥发)。

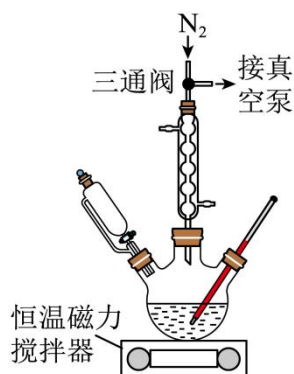
②苯基溴化镁极易水解，在空气中易被氧化。

实验步骤：

步骤 1：向三颈烧瓶中加入打磨过的镁条、一小粒碘和搅拌磁子，在恒压滴液漏斗中加入溴苯和四氢呋喃的混合液。通过三通阀连接氮气钢瓶和真空泵，抽换气三次。

步骤 2：打开磁力搅拌器，缓缓滴入溴苯四氢呋喃溶液，温水浴，直至镁条的量不再变化，降温备用。

步骤 3：通过导气针将 CO_2 通入反应体系，在 0°C 下反应 3h。缓慢滴加饱和氯化铵溶液，析出白色固体，抽滤得到含有少量不溶性杂质的苯甲酸粗产品。

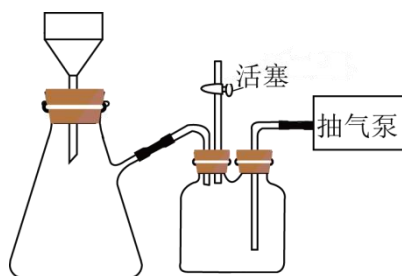


回答下列问题：

(1)步骤 1 中“抽换气三次”的目的为_____。

(2)步骤 3 中通入 CO_2 发生加成反应，该反应的化学方程式为_____。

(3)抽滤装置如图所示，下列说法错误的是_____ (填标号)。

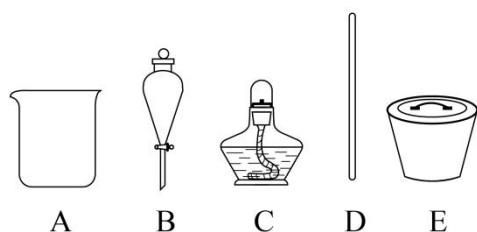


A. 抽滤所需滤纸应略小于布氏漏斗内径，且能盖住全部小孔

B. 可用滤液冲洗烧杯壁上残留的晶体并转入布氏漏斗

C. 抽滤完毕，先关闭抽气泵，再打开活塞

(4)用水对粗产品重结晶，下列仪器不需要选用的是_____(填标号)。



(5)测定纯度：取 a g 样品溶于 25 mL 水和 25 mL 乙醇，加入指示剂 X，用 $c \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$ KOH 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	19.98	0.00	0.00	0.00
滴定后读数 /mL	19.98	39.58	20.02	19.10	20.00

应舍弃的数据为_____(填序号)；测得该产品的纯度为_____(用含 a 、 c 的代数式表示)；若指示剂 X 选用甲基橙(变色范围 $\text{pH} 3.1 \sim 4.4$)会使测得结果_____(填“偏大”“偏小”或“无影响”)。

3. (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。

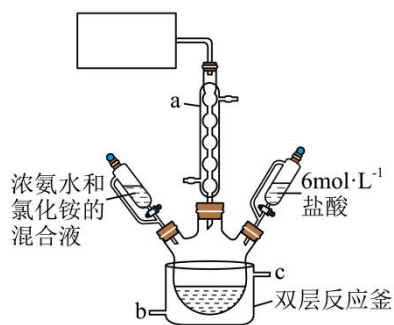
回答下列问题：

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

i. 镍片与浓硝酸在温度 $50 \sim 60^\circ\text{C}$ 加热，制得 $\text{Ni}(\text{NO}_3)_2$ 溶液。

ii. 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。

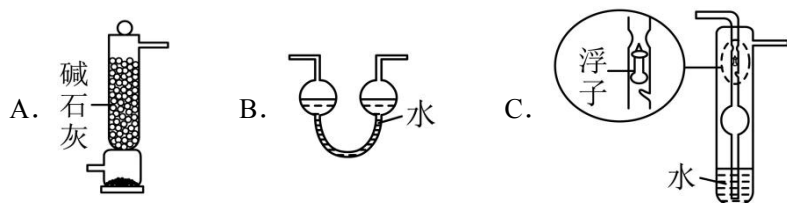
iii. 将 ii 所得沉淀转移至双层反应釜中(装置如图)，加入 $6 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$ 盐酸溶解。然后慢慢加入 $\text{NH}_3 \cdot \text{H}_2\text{O} - \text{NH}_4\text{Cl}$ 混合液，再缓慢加入 10 mL 无水乙醇，析出蓝紫色晶体。



iv. 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_____。

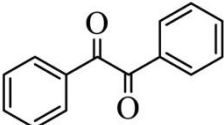


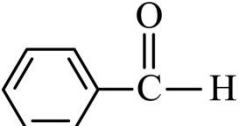
(4)iii 中无水乙醇的作用是_____；iv 中用①乙醚、②浓氨水、③乙醇洗涤晶体，正确的顺序是_____ (填序号)。

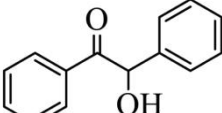
(二) NH_3 含量测定

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”)。

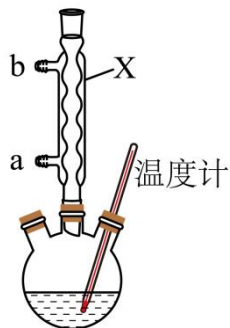
4. (2026·湖北十堰·一模) 二苯乙二酮(, 黄色针状晶体，易溶于乙醇和乙醚，不溶于水)常用作紫

外线固化树脂的光感剂、印刷油墨组分等。实验室可由苯甲醛(, $M = 106\text{ g}\cdot\text{mol}^{-1}$, 微溶于水)为

原料，先制备二苯羟乙酮(, $M = 212\text{ g}\cdot\text{mol}^{-1}$, 也称为安息香，白色晶体，不溶于冷水，微溶于热

水和乙醚，溶于热的乙醇)，再经硝酸氧化制备。回答下列问题：I．二苯羟乙酮(安息香)的制备，实验步骤如下：

步骤 1：向如图装置(加热与夹持装置已省略)的 100 mL 三颈烧瓶中加入 1.7 g VB_1 (催化剂)和 3.5 mL 水，使其溶解。量取 10 mL 苯甲醛(密度为 $1.04 \text{ g} \cdot \text{mL}^{-1}$ ，熔点： -26°C)，15 mL 95%乙醇(溶剂)加入。边搅拌(磁力搅拌)边滴加 3.5 mL $3.0 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$ NaOH 水溶液，调节溶液 $\text{pH} = 9 \sim 10$ ；



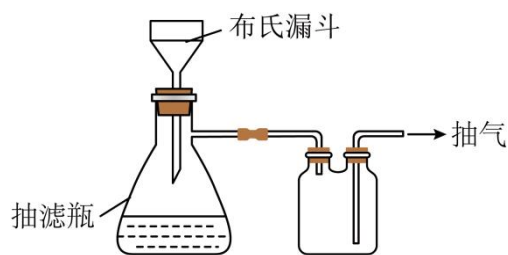
步骤 2：在 $60 \sim 70^\circ\text{C}$ 反应回流 1.5 h，反应完成后，冷却，有白色晶体析出；

步骤 3：抽滤，滤渣用 50 mL 冷水洗涤后再抽滤，所得粗产品再经重结晶，得到 6.0 g 二苯羟乙酮纯品。

(1)仪器 X 的名称为_____，自来水应从_____ (填“a”或“b”)通入。

(2)反应时，适宜的加热方式为_____。

(3)抽滤装置如图所示，相对于普通过滤，抽滤的优点是_____ (任答一条即可)。



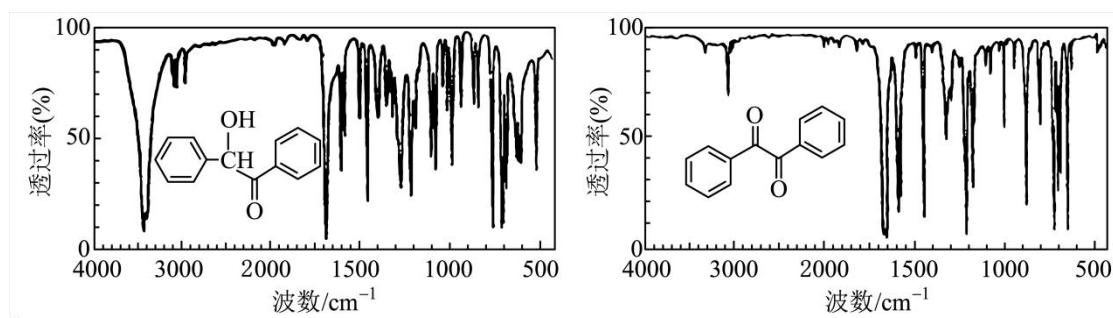
(4)生成二苯羟乙酮的化学方程式为_____，二苯羟乙酮的产率为_____ (结果保留三位有效数字)。

II．二苯乙二酮的制备，实验操作流程如下：



(5)回流时产生的气体是_____ (填化学式)。

(6)二苯羟乙酮与二苯乙二酮的红外光谱如图所示，导致两图谱明显差异的最主要因素是_____。



5. (2026·河北邯郸·一模)葡萄糖酸铬 $[\text{C}_6\text{H}_{11}\text{O}_7]_3 \text{Cr}$ 是补充人体微量元素的营养物质，对青少年近视也有预防作用。

葡萄糖酸铬是一种无臭，淡紫色固体，易溶于水，不易溶于乙醇和乙醚等有机溶剂。研究人员以 $\text{Cr}_2(\text{SO}_4)_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ ，医用葡萄糖酸钙 $[\text{C}_6\text{H}_{11}\text{O}_7]_2\text{Ca}$ 等为主要原料，制备葡萄糖酸铬。

I. 制备实验步骤如下：

i. 葡萄糖酸 ($\text{C}_6\text{H}_{12}\text{O}_7$) 的制备：

①三颈烧瓶中加入 67.2 g 葡萄糖酸钙，加入硫酸溶液，温度控制在 $70\sim 90^\circ\text{C}$ 之间，搅拌使其反应 $0.5\sim 1.5\text{ h}$ ，得到葡萄糖酸溶液。

②纯化过程：将葡萄糖酸溶液以每分钟相当于树脂体积的流量，通过分别装有等量阴离子、阳离子交换树脂的交换柱，得到无色液体。

ii. 氢氧化铬制备：向 500 mL 烧杯中加入 200 mL 蒸馏水，加入一定量 $\text{Cr}_2(\text{SO}_4)_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 晶体，搅拌至全部溶解，缓慢加入氨水至不再有沉淀产生，过滤、洗涤沉淀。

iii. 葡萄糖酸铬的制备：三颈烧瓶中加入制得的葡萄糖酸液，在搅拌下加入制得的氢氧化铬固体，加热反应 10 h 固体全部溶解成紫色溶液，浓缩后加入 1~2 倍体积的乙醇得到紫色晶体。

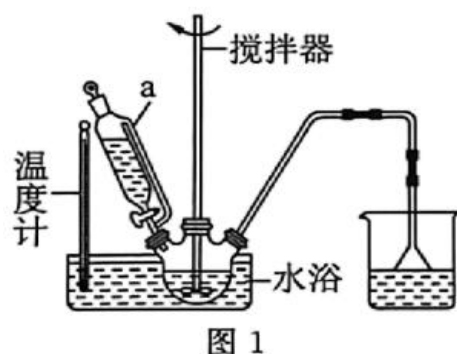


图 1

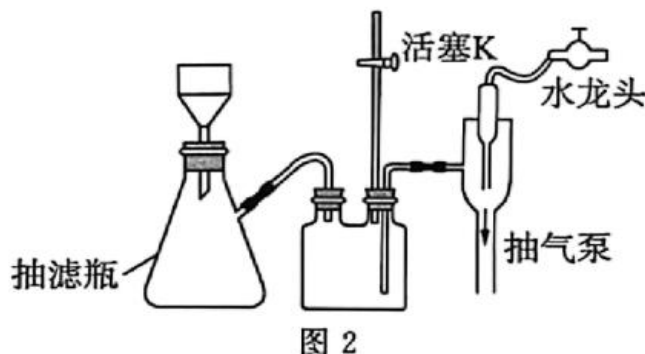


图 2

(1)步骤 i 装置如图 1，仪器 a 的名称为_____。水浴加热的优点是_____，发生反应的化学方程式为_____。

(2)“纯化”的目的是为了除去_____。

(3)制备氢氧化铬后，过滤装置如图 2，抽滤完毕或中途停止抽滤时，应先打开_____，然后关闭_____。

(4)制备葡萄糖酸铬加入乙醇的目的是_____。

II. 产品纯度测定

已知：①酸性环境下氧化性顺序： $\text{H}_2\text{O}_2 > \text{Cr}_2\text{O}_7^{2-} > \text{I}_2$

② $2\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 + \text{I}_2 = \text{Na}_2\text{S}_4\text{O}_6 + 2\text{NaI}$

i. 称取上述制备产品 2.000 g 置于烧杯中，加入蒸馏水及适量稀硫酸溶解；

ii. 加入足量 H_2O_2 ，充分反应后，加热煮沸一段时间；

iii. 加入过量 KI。用 $0.02000\text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$ 硫代硫酸钠 ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$) 溶液滴定至淡黄绿色。加入淀粉溶液作为指示剂，继续滴定到终点，平行滴定 3 次，硫代硫酸钠溶液的平均用量为 24.00 mL。

(5)滴定终点的现象为_____，样品纯度为_____ % (葡萄糖酸铬的相对分子质量为 M)。若步骤 ii 中煮沸不充分，

则导致测量纯度_____（填“偏大”“偏小”或“无影响”）。

6.（2026·河南开封·一模）硫酸四氨合铜在工业上用途广泛，常用作杀虫剂、媒染剂等，某化学社团设计实验制备硫酸四氨合铜，相关信息及实验步骤如下。

已知，硫酸四氨合铜化学式为 $[\text{Cu}(\text{NH}_3)_4]\text{SO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ ，摩尔质量 $246\text{g} \cdot \text{mol}^{-1}$ ，受热易失去氨和结晶水，在乙醇中溶解度远小于水中。

实验步骤：

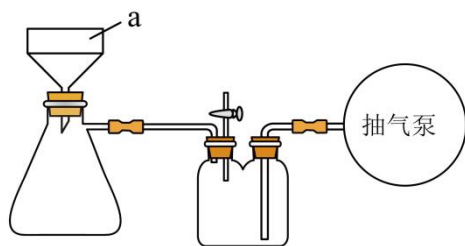
- 称取 $10.0\text{g CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ ，加入盛有 14mL 水的烧杯中，搅拌使其溶解。
- 边搅拌边加入 20mL 浓氨水，溶液变为深蓝色后慢慢滴加 35mL 95% 的乙醇，静置后析出深蓝色晶体，进行减压抽滤。
- 将滤得的固体先用 $1:2$ 的乙醇和浓氨水的混合溶液洗涤，再用乙醇和乙醚的混合溶液洗涤，约 60°C 下烘干，称重。

回答下列问题：

(1)步骤 ii 中，加入浓氨水后溶液变为深蓝色，发生反应的离子方程式为_____。

(2)步骤 ii 中，加入 95% 乙醇的作用是_____。

(3)“减压抽滤”装置如图所示，其中仪器 a 的名称为_____；相较于普通过滤，“减压抽滤”的优点是_____。

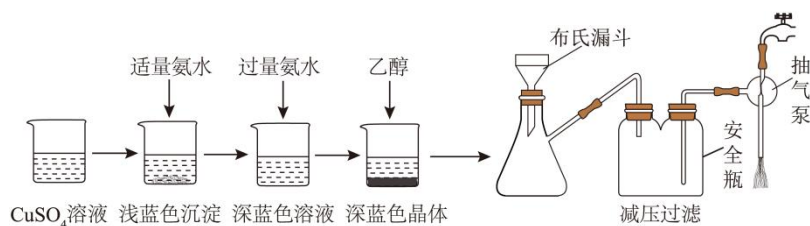


(4)步骤 iii 中，洗涤时不慎用水代替乙醇和浓氨水的混合溶液，会导致产率_____（填“偏高”“偏低”或“无影响”）；烘干时温度不宜超过 60°C 的原因是_____。

(5) $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ 完全反应，理论上生成 $[\text{Cu}(\text{NH}_3)_4]\text{SO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ 的质量为_____g，若实际得到 9.0g 产品，则产率为_____ % (保留整数)。

7.（2026·河南信阳·二模）实验室模拟制备一水硫酸四氨合铜($M=246\text{g/mol}$)过程及纯度测定如下。已知：一水硫酸四氨合铜是深蓝色晶体，常温下在空气中易与水 and 二氧化碳反应，生成铜的碱式盐。回答下列问题：

I. 一水硫酸四氨合铜的制备实验过程如图所示：



(1) $[\text{Cu}(\text{NH}_3)_4]^{2+}$ 的结构简式为_____， SO_4^{2-} 中 S 的杂化方式为_____。

(2)已知浅蓝色沉淀的成分为 $\text{Cu}_2(\text{OH})_2\text{SO}_4$ ，用离子方程式表示由浅蓝色沉淀得到深蓝色溶液的原理_____。

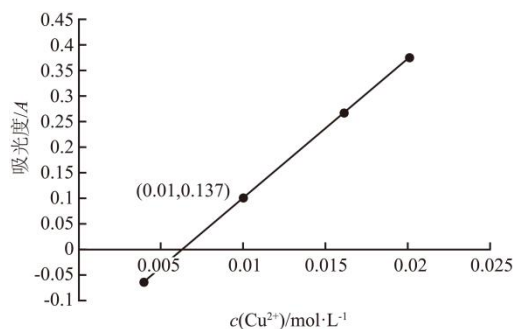
(3)加入乙醇的作用是_____。

(4)实验中减压过滤结束后的操作是_____，装置中安全瓶的作用是_____。

(5)从滤液中回收乙醇并获得 CuSO_4 和 $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ 的混合溶液，应先加入适量硫酸，再采用_____的方法回收乙醇。

II. 一水硫酸四氨合铜晶体纯度的测定

(6)称取 0.7 g 样品，用蒸馏水溶解并定容至 100 mL，准确移取该溶液 10.00 mL，加入 10.00 mL $\text{NH}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$ ，再定容至 25 mL。重复三次，测得溶液平均吸光度 $A=0.137$ 现测得 $[\text{Cu}(\text{NH}_3)_4]^{2+}$ 的吸光度与 Cu^{2+} 标准溶液浓度关系如下图所示，若样品中杂质不含铜，则晶体纯度为_____ (保留两位有效数字)。

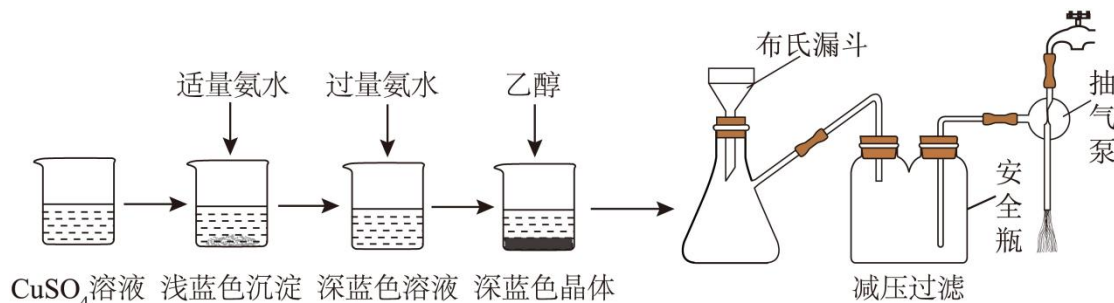


8. (2026·辽宁沈阳·一模) 实验室模拟制备一水硫酸四氨合铜($M=246 \text{ g/mol}$)过程及纯度测定如下。

已知：一水硫酸四氨合铜是深蓝色晶体，常温下在空气中易与水 and 二氧化碳反应，生成铜的碱式盐。

回答下列问题：

I. 一水硫酸四氨合铜的制备实验过程如图所示：



(1) $[\text{Cu}(\text{NH}_3)_4]^{2+}$ 的结构简式为_____， SO_4^{2-} 中 S 的杂化方式为_____。

(2)已知浅蓝色沉淀的成分为 $\text{Cu}_2(\text{OH})_2\text{SO}_4$ ，用离子方程式表示由浅蓝色沉淀得到深蓝色溶液的原理_____。

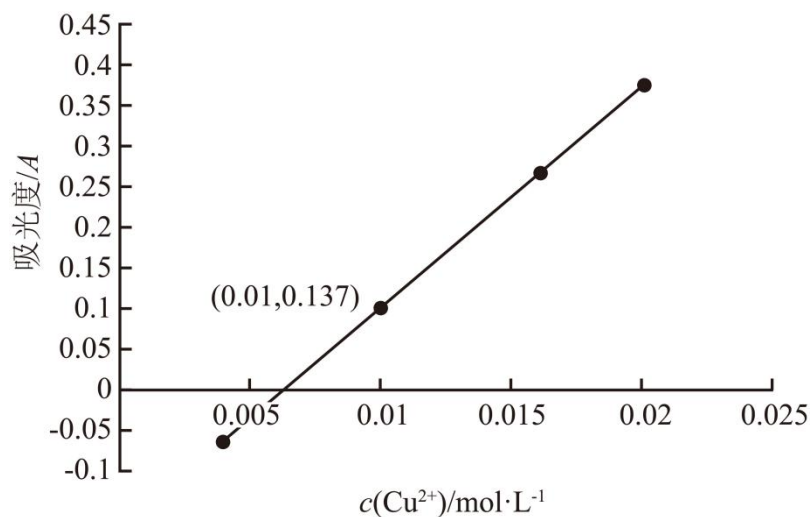
(3)加入乙醇的作用是_____。

(4)实验中采用减压过滤的优点是_____。

(5)从滤液中回收乙醇并获得 CuSO_4 和 $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ 的混合溶液，应先加入适量硫酸，再采用_____的方法回收乙醇。

II. 一水硫酸四氨合铜晶体纯度的测定

(6)称取 0.7 g 样品，用蒸馏水溶解并定容至 100 mL，准确移取该溶液 10.00 mL，加入 10.00 mL $\text{NH}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$ ，再定容至 25 mL。重复三次，测得溶液平均吸光度 $A=0.137$ 现测得 $[\text{Cu}(\text{NH}_3)_4]^{2+}$ 的吸光度与 Cu^{2+} 标准溶液浓度关系如下图所示，若样品中杂质不含铜，则晶体纯度为_____ (保留两位有效数字)。



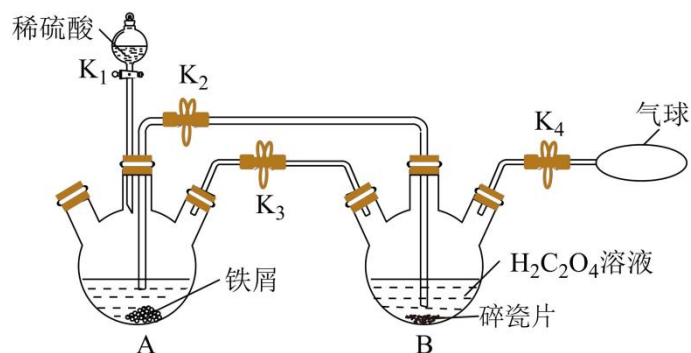
9. (2026·黑龙江大庆·二模) 三草酸合铁(Ⅲ)酸钾晶体($\text{K}_3[\text{Fe}(\text{C}_2\text{O}_4)_3]\cdot 3\text{H}_2\text{O}$)是一种重要的配合物, 在化学分析、催化、电化学、环保、药物合成等多个领域具有广泛的应用价值。某化学兴趣小组设计如下实验制备 $\text{K}_3[\text{Fe}(\text{C}_2\text{O}_4)_3]\cdot 3\text{H}_2\text{O}$ 晶体并测定其纯度。

已知: ① FeC_2O_4 在冷水中的溶解度为 0.22 g, 在热水中的溶解度为 0.026 g。

②三草酸合铁酸钾晶体为翠绿色的晶体, 易溶于水, 难溶于乙醇, 摩尔质量 $M = 491\text{g}\cdot\text{mol}^{-1}$ 。

I. $\text{FeC}_2\text{O}_4\cdot 2\text{H}_2\text{O}$ 晶体的制备

- i. 打开 K_1 、 K_3 和 K_4 , 关闭 K_2 , 向装置 A 中加入稍过量的稀硫酸;
- ii. 收集 H_2 并验纯后, _____, 让 A 中溶液进入 B 中生成 FeC_2O_4 黄色沉淀;
- iii. 将 B 装置加热至沸腾, 然后停止加热并静置, 待沉淀完全沉降后, 用倾滤法倒出清液, 再用热的蒸馏水洗涤至中性, 最终获得 $\text{FeC}_2\text{O}_4\cdot 2\text{H}_2\text{O}$ 晶体。实验装置如下图所示。



- (1)盛放稀硫酸的仪器名称是_____。
- (2)步骤 ii 中横线部分的具体操作是_____。
- (3)步骤 iii 中使用热的蒸馏水洗涤的目的是_____。

II. $\text{K}_3[\text{Fe}(\text{C}_2\text{O}_4)_3]\cdot 3\text{H}_2\text{O}$ 晶体的制备

将实验 I 得到的 $\text{FeC}_2\text{O}_4\cdot 2\text{H}_2\text{O}$ 进行如下实验:



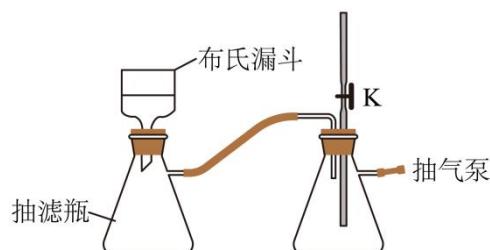
- (4)已知“氧化配位”时发生如下反应:

$6(\text{FeC}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}) + 3\text{H}_2\text{O}_2 + 6\text{K}_2\text{C}_2\text{O}_4 \xrightarrow{\Delta} 4\text{K}_3[\text{Fe}(\text{C}_2\text{O}_4)_3] + 2\text{Fe}(\text{OH})_3 + 12\text{H}_2\text{O}$ ，且反应后 $\text{K}_2\text{C}_2\text{O}_4$ 有剩余，则“酸溶配位”时发生反应的化学方程式为_____。

(5) 已知形成稳定的该配合物需要控制 pH 在 4~5 左右，“洗涤”时使用的最佳试剂为_____。(填字母)

a. 蒸馏水 b. 乙醇 c. 硫酸溶液 d. 氢氧化钠溶液

(6) 为了更快获得较干燥的产品，往往采用减压过滤。减压过滤的实验装置如下图所示，过滤时要特别注意操作顺序以避免抽气泵内的液体倒吸进瓶内。



操作过程：

打开抽气泵→转移溶液至布氏漏斗→关闭活塞 K→确认抽干→停止。停止操作时应该_____ (填字母)。

a. 先打开活塞 K，再关闭抽气泵

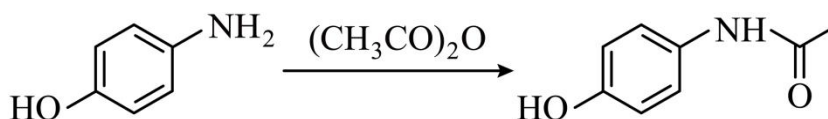
b. 先关闭抽气泵，再打开活塞 K

Ⅲ. 产品纯度的测定

常温下，取上述三草酸合铁酸钾晶体产品 2.5 g 溶于水中，配制成 250 mL 溶液，取出 10.00 mL，用 $0.01\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}$ 的酸性高锰酸钾标准液进行滴定，重复三次，平均消耗标准液 20.00 mL。

(7) 产品中三草酸合铁酸钾晶体的纯度为_____ (结果保留三位有效数字)。

10. (2026·四川绵阳·二模) 近日，甲型 H3N2 流感频发，常伴随发热、头痛等症状，需及时服用退烧药缓解症状。对乙酰氨基酚是一种常见退烧药，其制备原理如下：

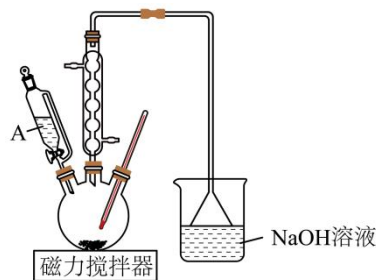


相关信息列表如下：

物质	相对质量	性状	溶解性	性质
对氨基苯酚	109	白色晶体	微溶于冷水，可溶于热水和乙醇	易被氧化为有色物质
对乙酰氨基酚	151	白色晶体	微溶于冷水，易溶于热水和乙醇	易被氧化

醋酸酐	102	无色液体	易挥发，缓慢溶于水变成乙酸	—
-----	-----	------	---------------	---

实验装置如下图所示：



I. 在三颈烧瓶中加入 10.9 g 对氨基苯酚、30 mL 水，边搅拌边加热，至固体全部溶解，再用仪器 A 滴加 16 mL 醋酸酐，80℃ 下加热 45 min，停止加热。

II. 冷却至室温，析出大量晶体，减压过滤，洗涤，得到对乙酰氨基酚粗品 12.0g。

III. 将粗品置于锥形瓶中，加水，加热溶解，稍冷后加入活性炭，回流煮沸 5min，加入 0.5 g NaHSO₃ 固体后，再进行操作 X，得到对乙酰氨基酚纯品 10.0 g。

回答下列问题：

(1) 写出制备对乙酰氨基酚的化学方程式_____。

(2) 仪器 A 的名称为_____；步骤 I 中选择温度 80℃ 的原因为_____。

(3) 步骤 II 中减压过滤的装置（如下图）其优点有_____。



(4) 步骤 III 中的操作 X 是_____；加入活性炭的作用是_____，加入 NaHSO₃ 的作用是_____。

(5) 本实验的产率为_____（保留三位有效数字）。

11. （2025-2026 高三下·河南郑州·月考）咪唑()是一种化工产品。某实验小组用 OHC-CHO、HCHO、(NH₄)₂SO₄

按物质的量之比为 1:1:1 反应制备咪唑，装置和步骤如下：

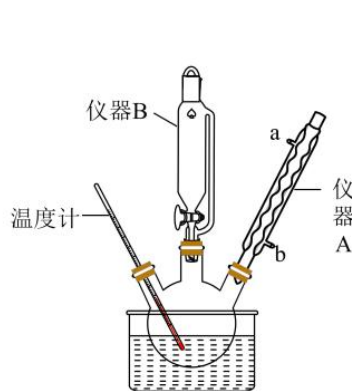


图1

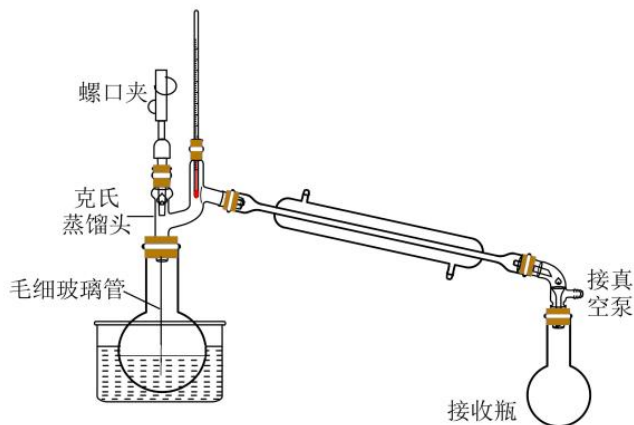


图2

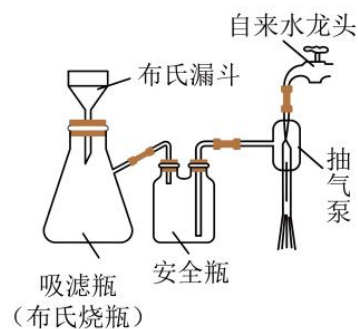


图3

①投料：在 250 mL 三颈烧瓶中加入适量硫酸铵和 50 mL 蒸馏水，搅拌溶解；在滴液漏斗中加入乙二醛与甲醛的混合液(含 5.8 g OHC-CHO 和 6.0 g HCHO)，滴加时三颈烧瓶中溶液的温度低于 40℃，滴毕升温至 85~88℃，保温 4h，反应液逐渐变浑浊。

②排氨：冷却至 50~60℃，分批加入氢氧化钙固体至 pH > 10；升温至 85~90℃，保温 1h 排尽氨气。

③浓缩：趁热过滤，用热水洗涤滤饼 2~3 次；合并滤液与洗液，常压浓缩至有大量晶体析出，再减压浓缩至黏稠状。

④提纯：减压蒸馏，油泵减压 (0.133~0.267kPa)，收集馏分，得淡黄色粗咪唑。

⑤精制：用苯加热溶解，趁热过滤，冷却后析出白色针状晶体；抽滤、真空干燥，得到咪唑 3.06 g。

已知：乙二醛的沸点为 51℃，咪唑的沸点为 267℃，且咪唑在水中的溶解度随温度升高而显著增加。

回答下列问题：

(1)在图 1 装置中，仪器 A 的作用是_____。

(2)步骤②中，“分批加入氢氧化钙固体”的目的是_____。

(3)步骤③中，“趁热过滤”的目的是_____，“用热水洗涤滤饼”的目的是_____。

(4)利用图 2 装置完成步骤④，减压蒸馏中毛细玻璃管的作用是_____。

(5)步骤⑤中采用抽滤，与常压过滤相比，抽滤的优点是_____。

(6)本实验中，咪唑的产率为_____ %。

(7)咪唑 c1cc[nH]1 的碱性主要是由 1 号 N 体现的，判断依据是_____。

12. (2025-2026 高三上·河南安阳·月考) 某实验小组制备二水合磷酸锌晶体并测定其纯度。

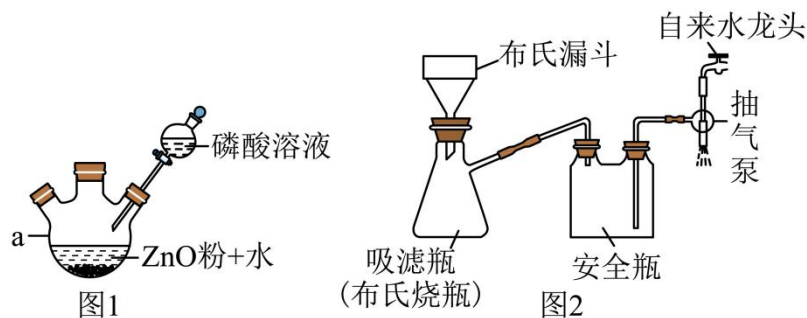
实验一：制备二水合磷酸锌结晶水合物。

步骤 1：称取 2.50 g ZnO，置于 150 mL 仪器 a 中(图 1)，加入 50 mL 水，80℃ 磁力搅拌 30 min，制成糊状物。

步骤 2：在 80℃ 磁力搅拌下缓慢滴加 25 mL H₃PO₄ 溶液(1:9 体积比)，加完后继续搅拌 15 min。

步骤 3：抽滤(装置如图 2 所示)，用少量水洗涤、抽干。

步骤 4：120℃ 烘干 45 min，得到白色 Zn₃(PO₄)₂·2H₂O，称量，记录产品质量。



实验二：测定产品的纯度。

步骤 I：准确称取 $w\text{g}$ 产品，置于烧杯中，用少量水润湿，加入 $5\text{mL } 3\text{mol}\cdot\text{L}^{-1}$ 盐酸，搅拌至溶解完全，转移至容量瓶中，加水混匀配制成 100mL 溶液。

步骤 II：准确移取 20.00mL 步骤 I 配制的溶液于锥形瓶中，加入 30mL 水和 $2\sim 3$ 滴 0.2% 二甲酚橙溶液，缓慢滴加 20% 六次甲基四胺溶液，直至溶液由黄色变为紫红色，再加入 20% 六次甲基四胺溶液，使溶液 pH 为 $5\sim 6$ 。

步骤 III：用 $0.01\text{mol}\cdot\text{L}^{-1}$ EDTA 标准溶液滴定至溶液恰好变为亮黄色，且 30s 不变色，记录滴定体积。

步骤 IV：平行测定三次，消耗 EDTA 溶液的平均体积为 $V\text{mL}$ ，计算产品的纯度。

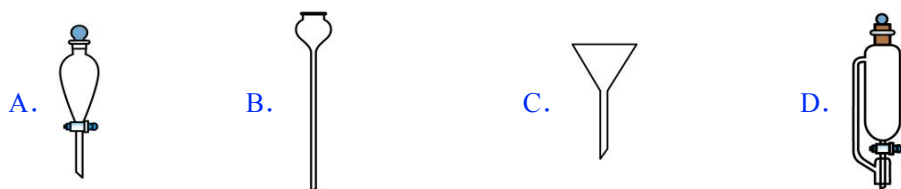
已知：滴定反应中 Zn^{2+} 和 EDTA 以物质的量比 $1:1$ 反应； $\text{Zn}_3(\text{PO}_4)_2\cdot 2\text{H}_2\text{O}$ 的 $M_r = 421$ 。

回答下列问题：

(1)图 1 中仪器 a 的名称是_____。

(2)步骤 2 中，采用“热水浴”加热，而不直接用酒精灯加热，“热水浴”加热的主要优点是_____。写出步骤 2 中反应的化学方程式：_____。

(3)步骤 3 中，图 2 抽滤装置中布氏漏斗的作用类似于下列仪器中的_____ (填标号)。



(4)步骤 4 中，烘干温度不宜超过 120°C ，其原因是_____。

(5)实验二步骤 I 中，需要选择容量瓶的规格是_____ (填标号)。

A. 50mL B. 100mL C. 250mL D. 500mL

(6)该产品的纯度为_____ % (用含 w 、 V 的代数式表示)。若滴定管用水洗涤后没有用待装液润洗，可能使测定产品的纯度_____ (填“偏高”“偏低”或“无影响”)。

13. (2025-2026 高三下·河南鹤壁·开学考试) 硫酸亚铁为抗贫血药，用于缺铁性贫血的治疗。某实验小组利用铁屑与硫酸制备 $\text{FeSO}_4\cdot 7\text{H}_2\text{O}$ 并测定其纯度。回答下列问题：

I. 铁屑表面油污的去除

称取 2g 铁屑，放入 100mL 烧杯中，加入 $15\text{mL } 10\%\text{Na}_2\text{CO}_3$ 溶液，小火加热约 10min ，用倾析法除去碱液，用水把铁屑冲洗干净，备用。

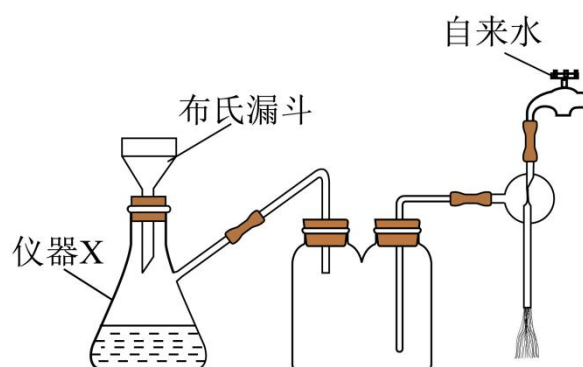
(1)写出 Fe^{2+} 的离子结构示意图_____。

(2)能用 Na_2CO_3 溶液去除油污的原因是_____ (用离子方程式解释)。

II. $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ 的制备

向上述烧杯中倒入 $15\text{ mL } 3\text{ mol} \cdot \text{L}^{-1} \text{H}_2\text{SO}_4$ 溶液，盖上表面皿，放在陶土网上用小火加热，直至不再有气泡冒出为止，在加热过程中添加少量水。趁热减压抽滤，滤液立即转移到蒸发皿中，此时溶液的 pH 值约为 1 左右。小火加热蒸发至 5 mL 左右，冷却至大量晶体析出，进行减压过滤，并用少量无水乙醇淋洗晶体，尽量抽干后，再用滤纸吸干水分，得到 $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ 产品。

(3)减压抽滤装置如图所示，仪器 X 的名称为_____；相比常压过滤，减压抽滤的优点是_____。



(4)“在加热过程中添加少量水”及“趁热”减压抽滤的原因是_____；用无水乙醇淋洗的作用是_____。

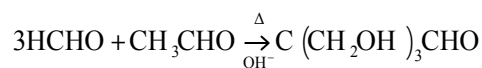
III. 含量的测定

准确称取 $0.500\text{g FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ 产品，加 $1\text{ mol} \cdot \text{L}^{-1} \text{H}_2\text{SO}_4$ 溶液与新煮沸过的冷水各 15 mL ，溶解后，立即用

$0.02\text{ mol} \cdot \text{L}^{-1} \text{KMnO}_4$ 溶液滴定，滴定到终点时记录体积，重复操作 2~3 次，平均消耗溶液体积 $V\text{ mL}$ ，计算含量。

(5)写出 KMnO_4 溶液测定 $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ 含量发生反应的离子方程式_____；滴定终点时的现象为_____；用含“ V ”的代数式表示产品中 $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ 的质量百分含量为_____ %。

14. (2026·辽宁抚顺·模拟预测) 季戊四醇 $[\text{C}(\text{CH}_2\text{OH})_4]$ ，别称四羟甲基甲烷，是醇酸树脂生产的重要基础原料。某小组同学在实验室中利用甲醛和乙醛反应制取季戊四醇，反应原理如下：

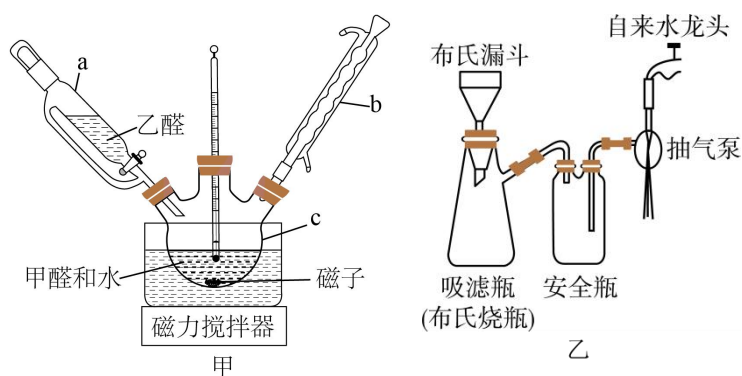


相关物质信息如表所示。

物质	分子量	形态	密度 / ($\text{g} \cdot \text{cm}^{-3}$)	沸点 / $^{\circ}\text{C}$	溶解性
甲醛	30	无色刺激性气体	1.067	-19.5	易溶于水和乙醇

乙醛	44	无色液体	1.051~1.059	20.8	与水、乙醇互溶
季戊四醇	136	白色结晶粉末	1.396	380.4	溶于水、不溶于苯、乙醚等

实验装置如图甲所示（夹持装置省略），实验步骤如下：



①按图甲安装好制备装置，检查装置的气密性。在三颈烧瓶中，加入 11.4 g 35.5% 的甲醛（约 0.135 mol）溶液与 25 mL 水，搅拌均匀。在搅拌下，从三口烧瓶的上口加入 5.2 g 石灰乳，插上带有温度计的塞子；然后再加入 8.4 mL 15%~20% 的乙醛（约 0.03 mol）。

②控制温度 60℃ 左右，加热回流 160 min；反应混合物颜色由乳白色变成淡黄色，反应达到终点。

③当反应混合液温度下降至 45℃ 左右，可逐滴加入 75% 硫酸，使溶液颜色由黄色变为白色，用 pH 试纸检验，当 pH 达到 2~2.5 时停止酸化。继续搅拌，若 pH 保持不变，说明酸化已经完成。

④将上述溶液进行减压过滤（装置如图乙），滤去不溶物。在滤液中加入 1 mL 20% 草酸溶液，进行充分搅拌，并经较长时间静置，再次进行减压过滤，滤去沉淀物。将滤液进行蒸发浓缩，直至蒸馏烧瓶中出现大量结晶为止。撤去热源，将浓缩液自然冷却，析出季戊四醇晶体，减压过滤得季戊四醇粗品。将得到的粗品提纯，称量得 a g 产品。

回答下列问题：

(1)仪器 a 的名称为_____，仪器 b 的作用是_____。

(2)反应时，可选用的加热方式为_____（填标号）加热；图甲仪器 b 中冷却水从_____（填“上”或“下”）口进入。

A. 油浴 B. 酒精灯 C. 水浴 D. 沙浴

(3)制取季戊四醇时，加入石灰乳的作用是_____。

(4)步骤④中采用减压过滤，下列有关减压过滤的叙述正确的是_____（填标号）。

A. 减压过滤得到的固体较干燥且过滤速率较快，适合分离所有的固体和液体

B. 当吸滤瓶中液体液面接近支管口时，应拔掉吸滤瓶上的橡胶管并将液体从支管口倒出

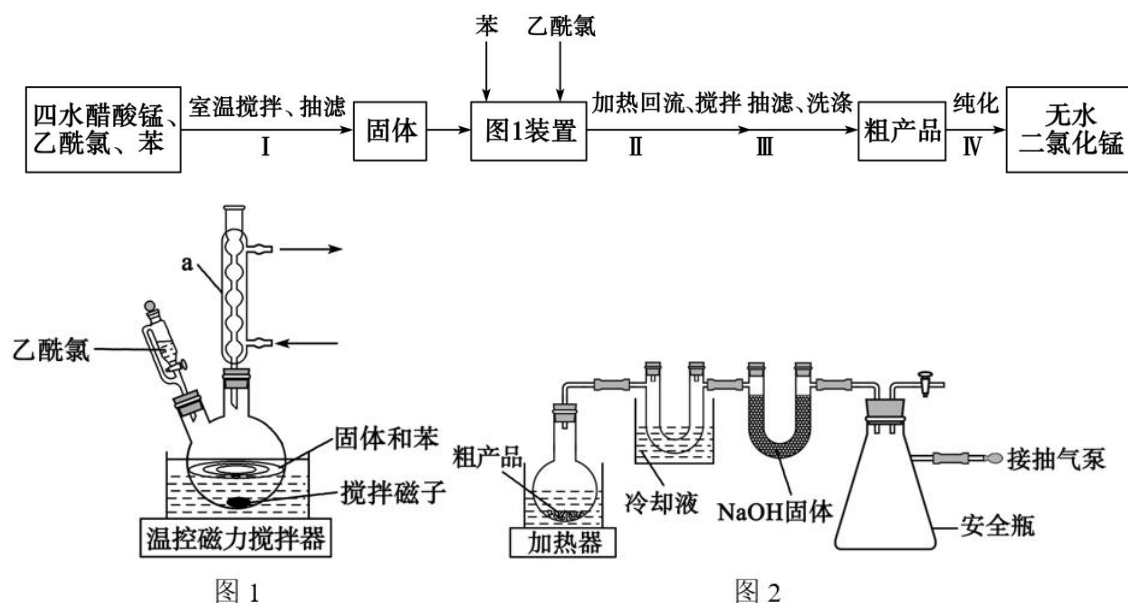
C. 滤纸应略小于布氏漏斗内径并能将全部小孔盖住，用蒸馏水将滤纸润湿，微开水龙头，抽气使滤纸紧贴布氏漏斗

D. 步骤④中第一次过滤得到 CaSO_4 ，第二次过滤得到草酸钙

(5) 已知: $K_{\text{sp}}(\text{CaSO}_4) = 7.1 \times 10^{-5}$ 、 $K_{\text{sp}}(\text{CaC}_2\text{O}_4) = 2.0 \times 10^{-9}$ 。步骤④中加入草酸的目的是_____。

(6) 季戊四醇的产率为_____ % (用含 a 的代数式表示)。

15. (2024 枣庄一模, 18) 无水二氯化锰常用于铝合金冶炼、有机氯化物触媒制备等。某研究小组用四水醋酸锰 $[(\text{CH}_3\text{COO})_2\text{Mn} \cdot 4\text{H}_2\text{O}]$ 和乙酰氯 (CH_3COCl) 为原料制备无水氯化锰, 按如图流程和装置进行实验 (夹持仪器已省略):



已知: ①无水二氯化锰极易吸水潮解, 易溶于水、乙醇和醋酸, 不溶于苯, 沸点 1190°C 。乙酰氯是无色液体, 沸点 51°C , 熔点 -112°C , 易水解。

②制备无水二氯化锰的主要反应: $(\text{CH}_3\text{COO})_2\text{Mn} + 2\text{CH}_3\text{COCl} \xrightarrow[\text{苯}]{\Delta} \text{MnCl}_2 \downarrow + 2(\text{CH}_3\text{CO})_2\text{O}$

回答下列问题:

(1) 图 1 装置中仪器 a 的名称为_____, 作用是_____, 该装置存在缺陷, 改进方法为_____。

(2) 步骤 I 反应化学方程式为_____; 步骤 I 设置室温下反应, 而步骤 II 设置在加热回流下反应, 原因是_____。

(3) 步骤 IV: 将装有粗产品的圆底烧瓶接到纯化装置上 (图 2), 打开安全瓶上旋塞, 打开抽气泵, 关闭安全瓶上旋塞, 开启加热器, 进行纯化, 纯化完成后的操作排序: 纯化完成 $\rightarrow$ 关闭加热器, 待烧瓶冷却至室温 $\rightarrow$ _____ $\rightarrow$ 将产品转至干燥器中保存 (填标号)。

a. 打开安全瓶上旋塞

b. 拔出圆底烧瓶的瓶塞

c. 关闭抽气泵

装置中 U 型管内 NaOH 固体的作用是_____ (写一条即可)。

(4) 可通过沉淀法测定产品纯度, 甲同学通过滴入 Na_2CO_3 溶液测定生成的 MnCO_3 沉淀质量来计算纯度; 乙同学通

过滴入硝酸酸化的 AgNO_3 溶液测定生成的 AgCl 沉淀质量来计算纯度。方法更合理的是_____（填“甲同学”或“乙同学”）。

16. （2025 日照三模，19）钴配合物 $[\text{Co}(\text{NH}_3)_6]\text{Cl}_3$ 是重要的化工原料，溶于热水，在冷水中微溶。可通过如下反

应制备： $2\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O} + 10\text{NH}_3 + 2\text{NH}_4\text{Cl} + \text{H}_2\text{O}_2 \xrightarrow{\text{活性炭}} 2[\text{Co}(\text{NH}_3)_6]\text{Cl}_3 + 14\text{H}_2\text{O}$ 。已知： Co^{2+} 不易被氧化，

$[\text{Co}(\text{NH}_3)_6]^{2+}$ 具有较强的还原性。

具体步骤如下：

i. 取 $6.0\text{gCoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 和 $3.0\text{gNH}_4\text{Cl}$ 溶解后加入适量活性炭，控制温度在 10°C 以下，滴入 20mL 浓氨水。

ii. 边搅拌边逐滴加入 $20\text{mL}6\%$ 的 H_2O_2 溶液，加热至 $55 \sim 60^\circ\text{C}$ 反应 20min 。

iii. 冷却后得到固体，抽滤。将滤得的固体转入含有少量盐酸的 30mL 沸水中溶解，趁热过滤。

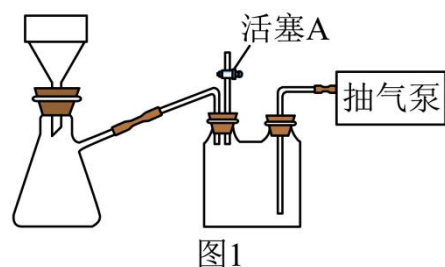
iv. 向滤液中加入少量浓盐酸，冷却、过滤、干燥，得到晶体。

回答下列问题：

（1）步骤 i 中先加浓氨水的目的是_____。

（2）步骤 ii 中发生反应的离子方程式为_____。

（3）步骤 iii 所用抽滤装置如图 1 所示，与普通过滤相比，抽滤的优点是_____；抽滤操作的正确顺序为：开抽气泵→_____→关抽气泵(填标号)。



a. 转移固液混合物 b. 关活塞 A c. 开活塞 A d. 确认抽干

（4）步骤 iv 加入浓盐酸的目的是_____。

（5）用如图 2 装置测定配体氨的含量(已省略加热和夹持装置)。

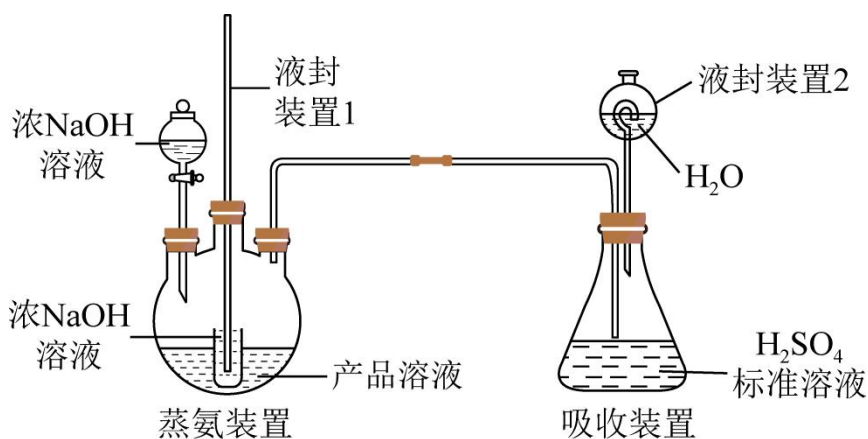


图2

①蒸氨：取 ag 产品加入过量浓 NaOH 溶液，加热三颈烧瓶，蒸出的 NH_3 通入盛有 $V_1\text{mL } c_1\text{mol}\cdot\text{L}^{-1} \text{H}_2\text{SO}_4$ 标准溶液的锥形瓶中。液封装置 1 的作用是_____。

②滴定：将液封装置 2 中的水倒入锥形瓶，以甲基橙为指示剂，用 NaOH 标准溶液滴定剩余的 H_2SO_4 ，消耗 $c_2\text{mol}\cdot\text{L}^{-1}$ 的 NaOH 标准溶液 $V_2\text{mL}$ ， NH_3 的质量分数为_____。

③误差分析：下列操作会使测得的 NH_3 的质量分数偏大的是_____ (填标号)。

- A. 未将液封装置 2 中的水倒入锥形瓶
- B. NaOH 标准溶液使用前敞口放置于空气中一段时间
- C. 读数时，滴定前平视，滴定后仰视读数
- D. 滴定前滴定管尖嘴无气泡，滴定后滴定管尖嘴内有气泡

17. (2025 烟台德州东营一模, 19) 双氰胺($\text{C}_2\text{H}_4\text{N}_4$)为白色晶体，在冷水中溶解度较小，易溶于热水、乙醇，其水溶液在 80°C 以上会发生分解反应。某学习小组以石灰氮(CaCN_2)为原料制备双氰胺。实验过程如下：

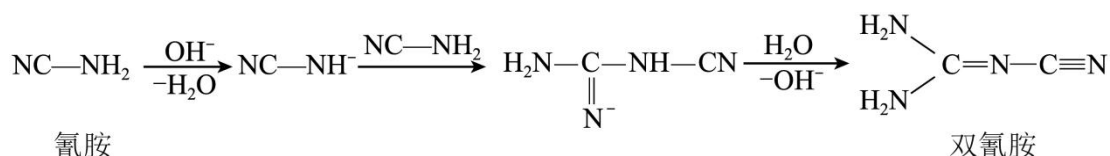
①水解：将装有蒸馏水的三颈烧瓶置于 30°C 水浴加热器中加热，然后将 CaCN_2 粉末定量均匀地加入三颈烧瓶，水解 10min 得到悬浮状水解液。

②脱钙：将 CO_2 通入水解液中，150min 后 pH 达 10 时停止通入 CO_2 ，将水解液抽滤，滤液呈淡黄色。

③聚合：将滤液移入圆底烧瓶，置于 70°C 水浴加热器中加热，15-20 min 后溶液呈无色，120min 后停止反应，抽滤。

④结晶和干燥：将滤液蒸发浓缩、冰水浴中冷却结晶、抽滤、干燥，得到粗产品。

已知：氰胺(无色或淡黄色液体)二聚反应机理：



回答下列问题：

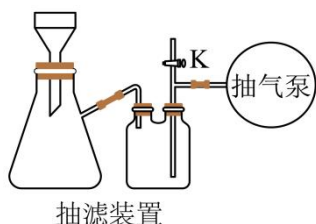
(1) CaCN_2 水解产物的化学式是_____。

(2) “脱钙”过程中，pH 达 10 时停止通入 CO_2 气体，pH 不能过低的原因是_____。

(3) 步骤④中蒸发浓缩时，常采用减压蒸发浓缩，目的是_____；“抽滤”操作顺序(只洗涤一次)：_____。

开抽气泵→转移固液混合物→a→c→b→关抽气泵→_____→_____→开抽气泵

→_____→_____→关抽气泵(填标号)。

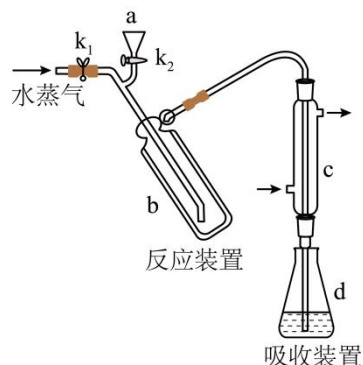


- a. 关活塞 k
- b. 开活塞 k
- c. 确认抽干
- d. 加洗涤剂洗涤

(4) 测定双氰胺样品纯度：取 $m\text{g}$ 双氰胺样品(杂质不含氮元素)，加足量浓 H_2SO_4 和催化剂，将所有的氮元素转化成

铵盐，然后用如图装置处理铵盐。d 中加入硼酸(H_3BO_3)，铵盐由 a 注入 b，随后注入 NaOH 溶液，用蒸馏水冲洗 a，关闭 k_2 ，a 中保留少量水。打开 k_1 通水蒸气进入 b，将 NH_3 蒸出，一段时间后关闭 k_1 。向 d 中加入指示剂，滴定吸收液时消耗 $c \text{ mol/L}$ 的盐酸 $V \text{ mL}$ 。

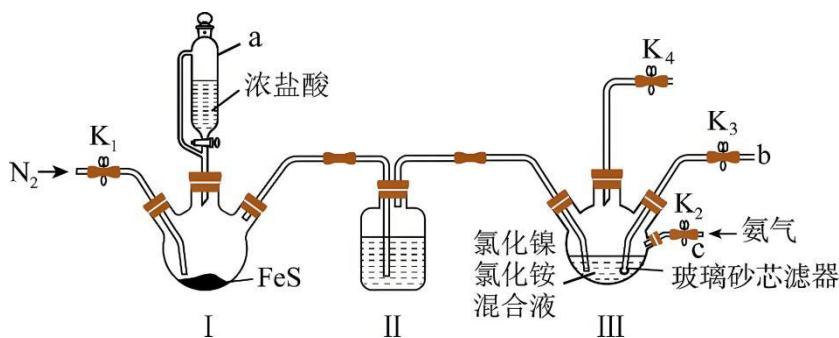
已知： $\text{NH}_3 + \text{H}_3\text{BO}_3 = \text{NH}_3 \cdot \text{H}_3\text{BO}_3$ ； $\text{NH}_3 \cdot \text{H}_3\text{BO}_3 + \text{HCl} = \text{NH}_4\text{Cl} + \text{H}_3\text{BO}_3$ 。



①a 中保留少量水的目的是_____。

②双氰胺样品的纯度为_____%(用代数式表示)；指示剂最好选择_____；若将双层真空玻璃瓶 b 换成普通的玻璃瓶，测定结果会_____(填“偏大”、“偏小”或“不变”)。

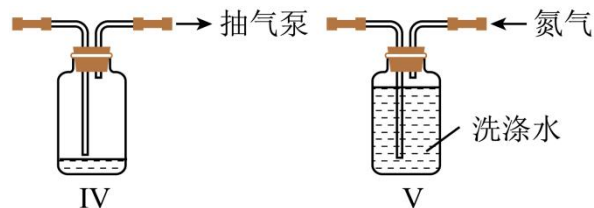
18. (2025 菏泽一模, 17) 硫化镍(NiS)是一种重要的化学品，实验室利用 H_2S 、 NH_3 通入含 NiCl_2 的溶液制备 NiS ，其装置如图所示(夹持装置略)。已知 NiS 溶于稀酸，有水存在时易被 O_2 氧化成 Ni(OH)S 。回答下列问题：



(1)制备时进行操作：(i)检查装置气密性并加入药品。打开_____，关闭 K_2 、 K_3 ，通入 N_2 ，其目的是_____；(ii)关闭 K_1 ，打开 a 的活塞，加入浓盐酸制备 H_2S 气体，同时打开 K_2 通入 NH_3 ，观察到Ⅲ中产生浑浊，继续反应一段时间。

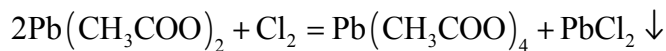
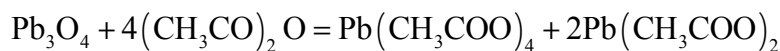
装置 II 的作用是_____。装置 III 中发生反应的离子方程式为_____。图示装置存在的缺陷是_____。

(2)反应结束后关闭 K_4 ，在 b、c 处分别连接下图两个装置，打开 K_2 、 K_3 进行抽滤洗涤。装置 IV 接在_____ (填“b”或“c”)处。证明 NiS 洗涤干净的方法是_____。



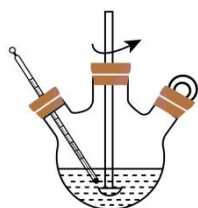
(3)测定 NiS 样品的纯度。取 2.5 g 产品完全溶于稀硝酸后，配成 250 mL 溶液。取 20 mL 溶液于锥形瓶，加入 30 mL 0.10 mol/L $\text{EDTA}(\text{Na}_2\text{H}_2\text{Y})$ 溶液。煮沸，滴入几滴 PAN 作指示剂，趁热用 0.10 mol/L CuSO_4 溶液滴定过量的 $\text{EDTA}(\text{Ni}^{2+}$ 与 Cu^{2+} 与 EDTA 化学计量数之比均为 $1:1$)。当滴定到达滴定终点时，消耗 CuSO_4 溶液为 10 mL (滴定过程中杂质不参与反应)。样品中 NiS 质量分数为_____。

19. (2024 济宁三模, 18) $\text{Pb}(\text{CH}_3\text{COO})_4$ (四乙酸铅, 摩尔质量为 $443\text{g}\cdot\text{mol}^{-1}$) 是有机合成中常用的氧化剂, 为无色晶体, 易溶于热的冰醋酸, 在冷溶液中溶解度较小, 遇水易分解。通常由 Pb_3O_4 与 $(\text{CH}_3\text{CO})_2\text{O}$ 在乙酸中反应制得, 涉及的反应有:



制备过程如下:

步骤 I. 如图在三颈烧瓶中加入冰醋酸和醋酸酐, 混合均匀, 加热至 65°C , 搅拌下分多次加入 Pb_3O_4 , 维持温度 65°C , 搅拌至固体完全溶解, 充分反应。



步骤 II. 自然冷却到室温, 有大量无色晶体析出, 将固液混合物转移到布氏漏斗, 并用纸板或陶瓷片进行覆盖, 抽滤, 真空干燥, 得四乙酸铅粗品。

步骤 III. 过滤得到的母液再倒入三颈烧瓶中, 加热到 80°C , 搅拌下通入干燥氯气, 观察到现象 1 时, 停止通氯气, 趁热过滤, 滤液冷却结晶, 抽滤, 真空干燥, 得四乙酸铅粗品。

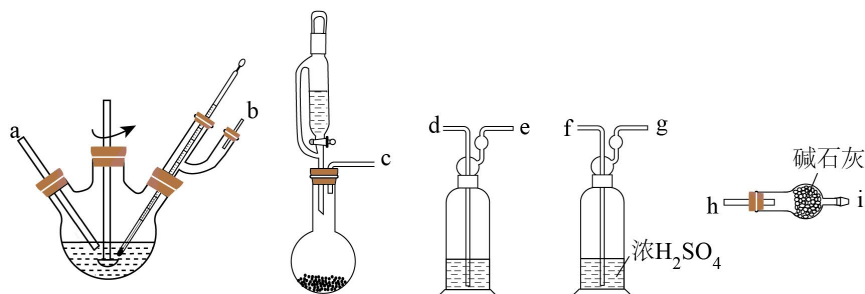
步骤 IV. 取步骤 II 和 III 的粗品用冰醋酸重结晶, 得纯净四乙酸铅晶体。

回答以下问题:

(1) 步骤 I 采用的加热方式为_____。

(2) 步骤 II 中, 抽滤时, 用纸板或陶瓷片进行覆盖的原因是_____。

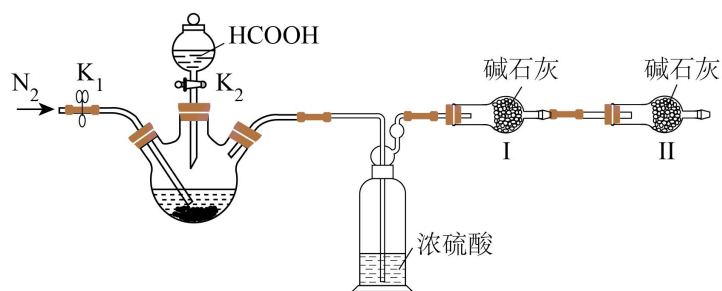
(3) 步骤 III 中, 需要的仪器如下图所示, 按气流从左到右的方向, 仪器的连接顺序为_____ (填仪器接口的小写字母), 干燥管中碱石灰的作用是_____, 步骤 III 中, 现象 1 为_____。



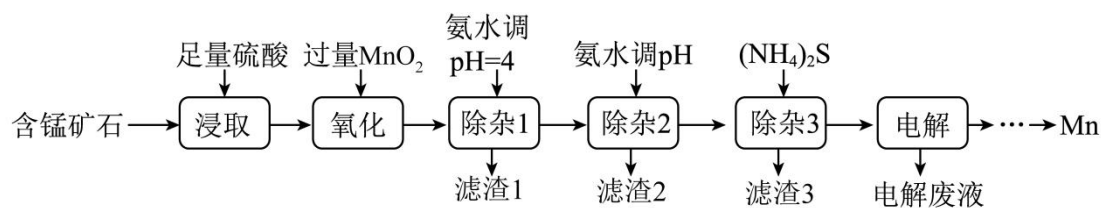
(4) 若步骤 I 中加入 $0.1\text{mol Pb}_3\text{O}_4$, 实验结束理论上可生成 $\text{Pb}(\text{CH}_3\text{COO})_4$ 质量为_____。

(5) $\text{Pb}(\text{CH}_3\text{COO})_4$ 的纯度测定。组装仪器如图, 取 10.0g 样品, 溶于氯仿, 放入三颈烧瓶, 通 N_2 一段时间后, 连接干燥管, 向三颈烧瓶中滴入足量 HCOOH , 充分反应, 再次通 N_2 一段时间, 目的是_____, 实验前后, 干燥管 I

质量增加 0.88g，则样品的纯度为_____。



20. (2024 聊城三模, 17) 锰是生产各种合金的重要元素。工业上以含锰矿石(主要成分为 MnCO_3 ，还含有铁钴、铜等的碳酸盐杂质)为原料生产金属锰的工艺流程如下:



25℃时，部分物质的溶度积常数如下表所示。

物质	$\text{Fe}(\text{OH})_3$	$\text{Cu}(\text{OH})_2$	$\text{Mn}(\text{OH})_2$	MnS	CoS
K_{sp}	2.8×10^{-39}	2.0×10^{-20}	2.0×10^{-13}	2.5×10^{-10}	4.0×10^{-21}

回答下列问题:

- (1) 用硫酸浸取含锰矿石时，提高浸取速率的方法有_____ (写两种)。
- (2) “氧化”步骤发生反应的离子方程式为_____。
- (3) 滤渣 1 的主要成分是___，实验室中为了加快固液混合物的分离，常采用的操作是___。
- (4) 当溶液中可溶组分浓度 $c \leq 1.0 \times 10^{-5} \text{mol} \cdot \text{L}^{-1}$ 时，可认为已除尽。“除杂 2”步骤需要控制溶液的 pH 至少为___ (已知 $\lg 2 \approx 0.3$)。
- (5) “除杂 3”步骤所得溶液中 $c(\text{Mn}^{2+}) = 2.5 \text{mol} \cdot \text{L}^{-1}$ ，则其 $\text{pS} [\text{pS} = -\lg c(\text{S}^{2-})]$ 的范围是_____。
- (6) 电解废液中还含有少量 Mn^{2+} ，向其中加入饱和 NH_4HCO_3 溶液，有沉淀和气体生成，该反应的离子方程式为_____。

答案与解析

1. C

【解析】

【分析】利用有机络合剂把稀土离子从水相富集到有机相再进行分离，有机相与水相分层，可分液分离，以此来解答。

【详解】A. 图为蒸馏，不能分离稀土离子，故 A 错误；

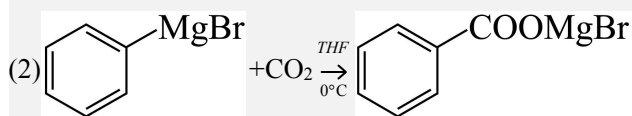
B. 图中为过滤，不能分离稀土离子，故 B 错误；

C. 图中分液漏斗可萃取、分液分离稀土离子，故 C 正确；

D. 图中为抽滤装置，不能分离稀土离子，故 D 错误；

故选 C。

2. (1)营造无氧无水氛围，防止苯基溴化镁氧化和水解



(3)C

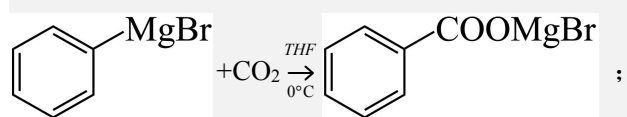
(4)BE

(5) 2、4 $\frac{244c}{a}\%$ 偏小

【分析】向三颈烧瓶中加入镁条、碘，在恒压滴液漏斗中加入溴苯和四氢呋喃的混合液，在无氧条件下发生反应生成苯基溴化镁，通入 CO_2 反应，缓慢滴加饱和氯化铵溶液，充分反应后分离提纯得到苯甲酸粗产品，据此分析；

【详解】(1) 已知苯基溴化镁极易水解、易被空气氧化，抽换气充入氮气，除去装置内空气和水蒸气，营造无氧无水氛围，防止苯基溴化镁氧化和水解；

(2) CO_2 与苯基溴化镁发生加成反应，生成羧酸镁盐 $\text{C}_6\text{H}_5\text{COOMgBr}$ ，方程式：



(3) A. 抽滤时滤纸略小于布氏漏斗内径，且能盖住全部小孔，A 正确；

B. 用滤液冲洗烧杯壁残留的晶体，可减少产物损失，B 正确；

C. 抽滤完毕需先打开活塞通大气，再关闭抽气泵，防止倒吸，C 错误；

故选 C；

(4) 水重结晶的步骤为加热溶解（需要烧杯、玻璃棒、酒精灯）→冷却结晶→抽滤（需要布氏漏斗），过程不需要分液操作，因此不需要 BE；

(5) 计算各次消耗 KOH 体积：1 号 19.98mL、2 号 19.60mL、3 号 20.02mL、4 号 19.10mL、5 号 20.00mL，2、4 数据偏差过大，应舍弃；平均消耗体积为 20.00mL， $n(\text{苯甲酸}) = n(\text{KOH}) = c\text{mol/L} \times 0.02\text{L} = 0.02c\text{mol}$ ，苯甲酸摩尔质量为 122g/mol，故纯度为 $\frac{0.02c \times 122}{a} \times 100\% = \frac{2.44c}{a} \times 100\% = \frac{244c}{a}\%$ ；苯甲酸是弱酸，滴定终点产物苯甲酸钾显碱性，甲基橙变色范围为酸性，会导致终点提前，消耗 KOH 体积偏小，测得结果偏小。

3. (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

【分析】镍片用浓硝酸在温度 50-60℃ 加热，Ni 转化为 $\text{Ni}(\text{NO}_3)_2$ ；加入浓氨水，生成 $[\text{Ni}(\text{NH}_3)_6](\text{NO}_3)_2$ 沉淀；所得沉淀转移至双层反应釜中，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，据此分析；

【详解】（1）镍片用浓硝酸在温度 50-60℃ 加热，原因是：硝酸不稳定，温度较高时易分解；

（2）

操作中有加入 $\text{NH}_3 \cdot \text{H}_2\text{O} - \text{NH}_4\text{Cl}$ 混合液，氨易挥发且极易溶解于水中。因此需防止倒吸，所以装置  的作用是吸收挥发出来的 NH_3 并防止倒吸现象的发生；

A. 吸水干燥作用，不能吸收氨气，A 错误；

B. 可以吸收挥发出来的 NH_3 和 HCl (尾气吸收)，防止倒吸，B 正确；

C. 浮子密度小，若球泡内的液面上升，浮子也上升，浮子相当于磨砂玻璃塞将导管的出气口堵上，从而防倒吸，C 正确；

故选 BC；

（3）布氏漏斗过滤需要滤纸， $[\text{Ni}(\text{NH}_3)_6](\text{NO}_3)_2$ 遇滤纸（有机物）会反应；

（4）因 $[\text{Ni}(\text{NH}_3)_6]\text{Cl}_2$ 不溶于乙醇，无水乙醇的作用是降低溶剂极性，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；先用浓氨水洗涤，防止晶体在洗涤过程中因配体解离而部分溶解或结构破坏，起到稳定晶体的作用；再用乙醇洗涤，能有效去除晶体表面的水溶性杂质，同时降低晶体的溶解度损失；最后用乙醚洗涤，用于置换乙醇并快速带走残留水分和微量有机杂质，实现快速干燥，故正确的顺序是：②③①；

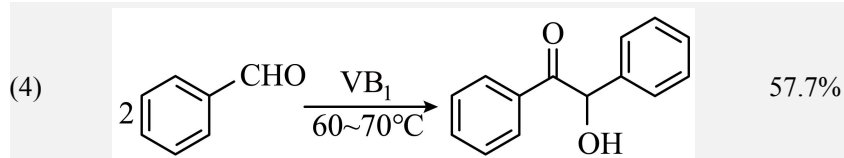
（5）根据滴定原理，空白试验消耗 $0.5000 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$ 的 NaOH 标准溶液 $V_2 \text{ mL}$ ， 0.2320 g 产品滴定至终点消耗的 NaOH 标准溶液 $V_1 \text{ mL}$ ，则样品消耗氢氧化钠为 $(V_2 - V_1) \times 10^{-3} \times 0.5000 \text{ mol}$ ，根据关系式： $\text{NH}_3 \sim \text{NH}_4\text{Cl} \sim \text{NaOH}$ ，所以 0.2320 g 产品 NH_3 的物质的量为 $(V_2 - V_1) \times 10^{-3} \times 0.5000 \text{ mol}$ ，则 NH_3 的质量分数为

$$\frac{(V_2 - V_1) \times 10^{-3} \times 0.500 \text{ mol} \times 17 \text{ g/mol}}{0.2320 \text{ g}} \times 100\% = \frac{0.5(V_2 - V_1) \times 10^{-3} \times 17}{0.2320} \times 100\%$$
；由计算式可知，与盐酸浓度无关，故所用 $6 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$ 盐酸浓度偏大，则测定结果无影响。

4. (1) 球形冷凝管 a

(2) 水浴加热

(3) 抽滤更快或沉淀更干燥，便于液体流下等合理即可



(5) NO_2

(6) 二苯羟乙酮中有羟基，二苯乙二酮中无羟基(或两者部分官能团不同等叙述合理即可)

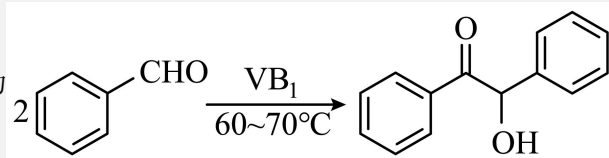
【分析】由图可知，该实验的实验目的是利用 VB_1 做催化剂条件下苯甲醛碱性条件下发生加成反应生成二苯羟乙酮；再利用反应生成的二苯羟乙酮与浓硝酸在冰醋酸做溶剂的条件下共热反应制备二苯乙二酮。

【详解】(1) 由实验装置图可知，仪器 X 为球形冷凝管，实验时，球形冷凝管起冷凝回流的作用，为增强冷凝效果，自来水应从下口 a 通入；

(2) 由题意可知，制备二苯羟乙酮的反应温度为 $60\sim 70^\circ\text{C}$ ，反应温度低于 100°C ，则反应时，适宜的加热方式水浴加热；

(3) 相较于普通过滤装置，抽滤能加快过滤速率，且过滤效果更好，使产品更干燥；

(4) 由分析可知，生成二苯羟乙酮的反应为维生素 B1 做催化剂条件下苯甲醛碱性条件下发生加成反应生成二苯羟乙酮，反应的化学方程式为



由题意可知，参与反应的苯甲醛的物质的量为 $\frac{10\text{mL} \times 1.04\text{g/mL}}{106\text{g/mol}} = 0.098\text{mol}$ ，反应生成二苯羟乙酮的质量为 6.0g，则二苯羟乙酮的产率为 $\frac{6.0\text{g}}{0.098\text{mol} \times \frac{1}{2} \times 212\text{g/mol}} \times 100\% \approx 57.7\%$ 。

(5) 由题意可知，回流发生的反应为二苯羟乙酮与浓硝酸在冰醋酸做溶剂的条件下共热反应制备二苯乙二酮、二氧化氮和水，则回流时产生的气体是 NO_2 。

(6) 由结构简式可知，二苯羟乙酮中含有羟基和酮羰基，而二苯乙二酮中不含有羟基，只含有酮羰基，所以二苯羟乙酮与二苯乙二酮的红外光谱的图谱存在明显差异。

5. (1) 恒压滴液漏斗 受热均匀，便于控制反应温度 $(\text{C}_6\text{H}_{11}\text{O}_7)_2\text{Ca} + \text{H}_2\text{SO}_4 = 2\text{C}_6\text{H}_{12}\text{O}_7 + \text{CaSO}_4 \downarrow$

(2) 除去 Ca^{2+} 和 SO_4^{2-}

(3) 活塞 K 水龙头 (或抽气泵)

(4) 降低葡萄糖酸铬的溶解度，促进葡萄糖酸铬结晶析出，减少溶解损失

(5) 当滴入最后半滴硫代硫酸钠溶液时，溶液蓝色褪去，且半分钟内不恢复蓝色 0.008M 偏大

【分析】葡萄糖酸钙与硫酸溶液在三颈瓶中，在 $70\sim 90^\circ\text{C}$ 之间发生反应，生成葡萄糖酸，经过交换树脂的交换柱进行纯化得较纯的葡萄糖酸； $\text{Cr}_2(\text{SO}_4)_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 晶体溶于蒸馏水，并加入氨水生成氢氧化铬沉淀，经抽滤洗涤得纯净氢氧化铬；将制得的葡萄糖酸与氢氧化铬混合在三颈烧瓶中反应后，经浓缩得紫色晶体。据此分析解答。

【详解】(1) 由图 1 可知仪器 a 为恒压滴液漏斗；水浴加热优点是受热均匀，便于控制反应温度；反应的化学方程式

为 $(C_6H_{11}O_7)_2Ca + H_2SO_4 = 2C_6H_{12}O_7 + CaSO_4 \downarrow$ 。

(2) 反应后溶液中混有 Ca^{2+} 和 SO_4^{2-} ，阴阳离子交换树脂可以分别吸附除去这些杂质，得到纯净葡萄糖酸。

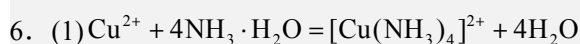
(3) 减压抽滤结束时，为防止倒吸，需要先打开活塞 K，使体系连通大气，再关闭抽气泵或水龙头。

(4) 题干已知葡萄糖酸铬不易溶于乙醇，浓缩后加入乙醇可降低其溶解度，便于结晶析出，减少损失。

(5) 滴定终点现象为：滴入最后一滴硫代硫酸钠溶液，溶液蓝色褪去，且半分钟内不恢复蓝色；1mol 葡萄糖酸铬（含 1mol Cr^{3+} ）经氧化得到 $\frac{1}{2}molCr_2O_7^{2-}$ ， $\frac{1}{2}molCr_2O_7^{2-}$ 可氧化 I^- 生成 $\frac{3}{2}molI_2$ ， $\frac{3}{2}molI_2$ 消耗 3mol $Na_2S_2O_3$ ，故

$$n(\text{葡萄糖酸铬}) = \frac{1}{3}n(Na_2S_2O_3), \text{ 计算得: } n(Na_2S_2O_3) = 0.02000mol/L \times 0.02400L = 4.8 \times 10^{-4}mol,$$

$n(\text{葡萄糖酸铬}) = 1.6 \times 10^{-4}mol$ ，纯度 = $\frac{1.6 \times 10^{-4} \times M}{2.000} \times 100\% = 0.008M\%$ ；若煮沸不充分，残留的 H_2O_2 （氧化性强于 I_2 ）会继续氧化 I^- 生成更多 I_2 ，消耗更多硫代硫酸钠，因此测定结果偏大。



(2) 降低硫酸四氨合铜的溶解度，促进晶体析出

(3) 布氏漏斗 加快过滤速度，得到较干燥的沉淀

(4) 偏低 硫酸四氨合铜受热易失去氨和结晶水，温度过高会导致晶体分解

(5) 9.84 91

【分析】该实验通过将 $CuSO_4 \cdot 5H_2O$ 溶解在水中，加入浓氨水生成深蓝色的 $[Cu(NH_3)_4]^{2+}$ 配离子，再利用

$[Cu(NH_3)_4]SO_4 \cdot H_2O$ 在乙醇中溶解度远小于水的特点，加入乙醇使晶体析出；经过减压抽滤、乙醇-氨水混合液洗涤、低温干燥，最终得到硫酸四氨合铜晶体。

【详解】(1) Cu^{2+} 与过量氨水反应生成 $[Cu(NH_3)_4]^{2+}$ 配离子，离子方程式为： $Cu^{2+} + 4NH_3 \cdot H_2O = [Cu(NH_3)_4]^{2+} + 4H_2O$ ；

(2) $[Cu(NH_3)_4]SO_4 \cdot H_2O$ 在乙醇中溶解度远小于在水中的溶解度的特点，加入乙醇可降低硫酸四氨合铜的溶解度，促进晶体析出，故答案为：降低硫酸四氨合铜的溶解度，促进晶体析出；

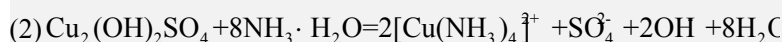
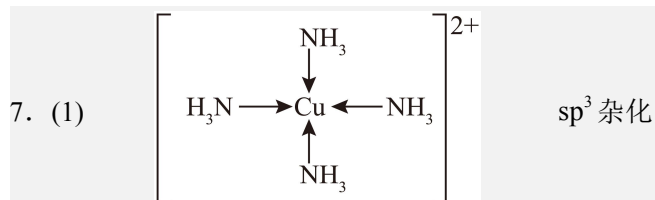
(3) 仪器 a 的名称为布氏漏斗；减压抽滤的优点是加快过滤速度，得到较干燥的沉淀，故答案为：布氏漏斗；加快过滤速度，得到较干燥的沉淀；

(4) $[Cu(NH_3)_4]SO_4 \cdot H_2O$ 在水中溶解度较大，用水洗涤会导致部分晶体溶解，使产率偏低；烘干时温度不宜超过 $60^\circ C$ 的原因是：硫酸四氨合铜受热易失去氨和结晶水，温度过高会导致晶体分解，故答案为：偏低；硫酸四氨合铜受热易失去氨和结晶水，温度过高会导致晶体分解；

(5) 由题，10.0 g $CuSO_4 \cdot 5H_2O$ 的物质的量为： $n(CuSO_4 \cdot 5H_2O) = \frac{10.0 g}{250 g \cdot mol^{-1}} = 0.0400 mol$ ，由铜元素守恒可知，

1 mol $CuSO_4 \cdot 5H_2O$ 生成 1 mol $[Cu(NH_3)_4]SO_4 \cdot H_2O$ ，故理论产量为： $m(\text{理论}) = 0.0400 mol \times 246 g \cdot mol^{-1} = 9.84 g$ ，则产

率为 $\frac{9.0 g}{9.84 g} \times 100\% \approx 91\%$ ，故答案为：9.84；91。



(3) 使 $[\text{Cu}(\text{NH}_3)_4]\text{SO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ 晶体析出

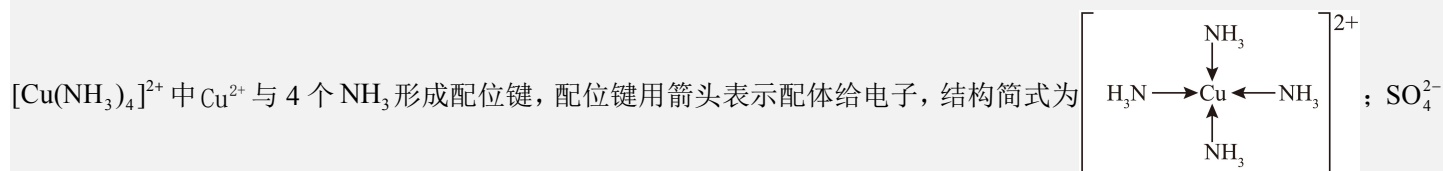
(4) 断开连接吸滤瓶和安全瓶之间的橡胶管，关闭抽气泵。 防倒吸

(5) 蒸馏

(6) 88%

【分析】 CuSO_4 溶液中加入适量的氨水，生成浅蓝色的 $\text{Cu}_2(\text{OH})_2\text{SO}_4$ 沉淀， $\text{Cu}_2(\text{OH})_2\text{SO}_4$ 与过量的氨水反应生成深蓝色的 $[\text{Cu}(\text{NH}_3)_4]\text{SO}_4$ 溶液，加入乙醇，析出深蓝色 $[\text{Cu}(\text{NH}_3)_4]\text{SO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ 晶体，减压过滤得到产品。

【详解】 (1)



中 S 的价层电子对数为 $4 + \frac{1}{2}(6 - 4 \times 2 + 2) = 4$ ，无孤电子对，杂化方式为 sp^3 杂化。

(2) 碱式硫酸铜和过量氨水反应，生成可溶性络合物 $[\text{Cu}(\text{NH}_3)_4]^{2+}$ ，离子方程式为



(3) 一水硫酸四氨合铜为离子化合物，在乙醇中溶解度远小于水，加入乙醇降低溶剂极性，减小产物溶解度，便于 $[\text{Cu}(\text{NH}_3)_4]\text{SO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ 晶体析出。

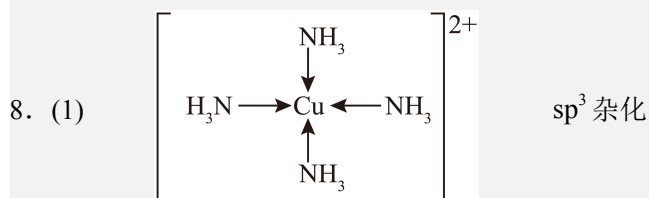
(4) 减压过滤结束若先关抽气泵，装置内压强减小会引发倒吸，先通大气压（先断开安全瓶与抽气泵的连接）再关泵可避免倒吸；安全瓶的作用就是防倒吸。

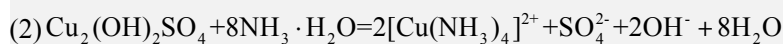
(5) 乙醇沸点低，与水溶液沸点差异大，用蒸馏法分离回收乙醇。

(6) 由图可知，吸光度 $A = 0.137$ 对应 $c(\text{Cu}^{2+}) = 0.01 \text{ mol/L}$ ，最终定容体积为 25 mL，则取出的 10 mL 样品液中

$$n(\text{Cu}^{2+}) = 0.01 \text{ mol/L} \times 0.025 \text{ L} = 2.5 \times 10^{-4} \text{ mol} ; 100 \text{ mL 原溶液总 } n(\text{Cu}^{2+}) = 2.5 \times 10^{-4} \text{ mol} \times \frac{100 \text{ mL}}{10 \text{ mL}} = 2.5 \times 10^{-3} \text{ mol} , \text{ 即一水硫}$$

酸四氨合铜的物质的量为 $2.5 \times 10^{-3} \text{ mol}$ ，质量为 $2.5 \times 10^{-3} \text{ mol} \times 246 \text{ g/mol} = 0.615 \text{ g}$ ，纯度为 $\frac{0.615 \text{ g}}{0.7 \text{ g}} \times 100\% \approx 88\%$





(3)使 $[\text{Cu}(\text{NH}_3)_4]\text{SO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ 晶体析出

(4)通过形成压力差，促使液体快速通过滤纸，从而大大加快过滤的速度，且能得到较干燥的晶体，减少

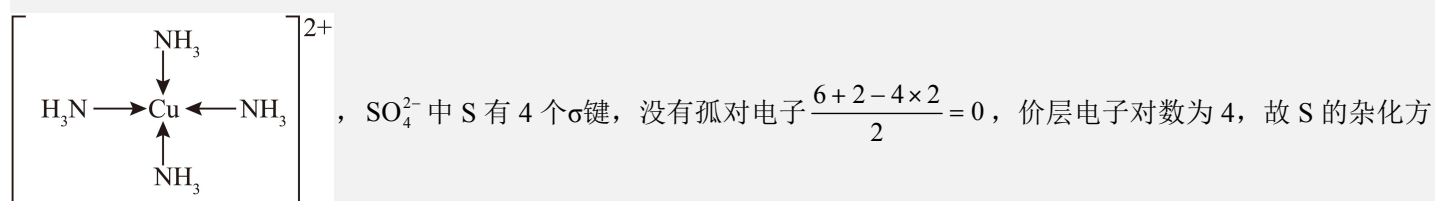
$[\text{Cu}(\text{NH}_3)_4]\text{SO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ 在空气中与水 and 二氧化碳的反应；

(5)蒸馏

(6)88%

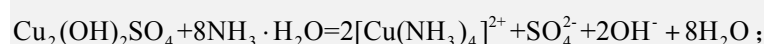
【详解】（1）

$[\text{Cu}(\text{NH}_3)_4]^{2+}$ 中铜离子提供空轨道，氮原子提供孤对电子形成配位键， $[\text{Cu}(\text{NH}_3)_4]^{2+}$ 的结构简式为



式为 sp^3 杂化；

（2）浅蓝色沉淀 $\text{Cu}_2(\text{OH})_2\text{SO}_4$ 与氨水反应生成深蓝色络合离子 $[\text{Cu}(\text{NH}_3)_4]^{2+}$ ，离子方程式为：



（3） $[\text{Cu}(\text{NH}_3)_4]\text{SO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ 在乙醇中溶解度比在水中的小，加入乙醇可降低其溶解度，使 $[\text{Cu}(\text{NH}_3)_4]\text{SO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ 晶体析出；

（4）实验中采用减压过滤的优点是通过形成压力差，促使液体快速通过滤纸，从而大大加快过滤的速度，且能得到较干燥的晶体，减少 $[\text{Cu}(\text{NH}_3)_4]\text{SO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ 在空气中与水 and 二氧化碳的反应；

（5）从滤液中回收乙醇并获得 CuSO_4 和 $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ 的混合溶液，应先加入适量硫酸，再利用乙醇和水沸点不同，采用蒸馏的方法回收乙醇；

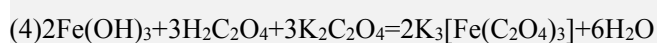
（6）由图可知，当平均吸光度 $A=0.137$ 时，对应铜离子的浓度 $c(\text{Cu}^{2+})=0.01 \text{ mol/L}$ ，此为定容后 25 mL 溶液中的铜离子浓度， 0.7 g 样品中含有铜离子的物质的量为： $\frac{25 \text{ mL}}{10 \text{ mL}} \times 0.01 \text{ mol/L} \times 0.1 \text{ L} = 2.5 \times 10^{-3} \text{ mol}$ ，则晶体的纯度为：

$$\frac{246 \text{ g/mol} \times 2.5 \times 10^{-3} \text{ mol}}{0.7 \text{ g}} \times 100\% \approx 88\%。$$

9. (1)分液漏斗

(2)打开 K_2 ，关闭 K_1 、 K_3

(3)减少 $\text{FeC}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ 晶体的溶解损失



(5)b

(6)a

(7)81.8%

【分析】制备 $\text{FeC}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ 晶体时，为防止 Fe^{2+} 氧化变质，在实验过程中，需防止空气中的氧气参与反应。为此，在实验前，需排尽装置内的空气。先打开 K_1 、 K_3 和 K_4 ，关闭 K_2 ，向装置 A 中加入稍过量的稀硫酸，利用产生的氢气排尽装置内的空气；当检验氢气纯净后，关闭 K_1 、 K_3 ，打开 K_2 ，利用产生的氢气将装置 A 内的 FeSO_4 溶液压入装置 B 中，与 $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4$ 发生反应，从而制得 $\text{FeC}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ 晶体。将 B 装置加热至沸腾，然后停止加热并静置，待沉淀完全沉降后，用倾滤法倒出清液，再用热的蒸馏水洗涤至中性，最终获得 $\text{FeC}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ 晶体。

【详解】（1）盛放稀硫酸的仪器带有活塞，名称是：分液漏斗。

（2）收集 H_2 并验纯后，若想让 A 中溶液进入 B 中生成 FeC_2O_4 黄色沉淀，需利用反应生成 H_2 产生压力，则步骤 ii 中横线部分的具体操作是：打开 K_2 ，关闭 K_1 、 K_3 。

（3）题中信息显示： FeC_2O_4 在冷水中的溶解度为 0.22 g，在热水中的溶解度为 0.026 g。则温度越高， $\text{FeC}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ 晶体的溶解损失越小，所以步骤 iii 中使用热的蒸馏水洗涤的目的是：减少 $\text{FeC}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ 晶体的溶解损失。

（4）已知“氧化配位”时发生如下反应：

$$2\text{Fe}(\text{OH})_3 + 3\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 + 3\text{K}_2\text{C}_2\text{O}_4 \xrightarrow{\Delta} 2\text{K}_3[\text{Fe}(\text{C}_2\text{O}_4)_3] + 6\text{H}_2\text{O}$$
，且反应后 $\text{K}_2\text{C}_2\text{O}_4$ 有剩余，则“酸溶配位”时， $\text{Fe}(\text{OH})_3$ 与 $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4$ 、 $\text{K}_2\text{C}_2\text{O}_4$ 发生反应，生成 $\text{K}_3[\text{Fe}(\text{C}_2\text{O}_4)_3]$ 和 H_2O ，根据原子守恒可得出发生反应的化学方程式为 $2\text{Fe}(\text{OH})_3 + 3\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 + 3\text{K}_2\text{C}_2\text{O}_4 = 2\text{K}_3[\text{Fe}(\text{C}_2\text{O}_4)_3] + 6\text{H}_2\text{O}$ 。

（5）a. 蒸馏水会溶解 $\text{K}_3[\text{Fe}(\text{C}_2\text{O}_4)_3] \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ ，造成产品损失，a 不符合题意；
b. $\text{K}_3[\text{Fe}(\text{C}_2\text{O}_4)_3] \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ 难溶于乙醇，用乙醇洗涤可以减少产品的溶解损失，同时乙醇易挥发，能较快干燥产品，b 符合题意；
c. 硫酸溶液会改变溶液的 pH，可能影响配合物的稳定性，而且引入杂质，c 不符合题意；
d. 氢氧化钠溶液会改变溶液的 pH，可能影响配合物的稳定性，而且引入杂质，d 不符合题意；
故选 b。

（6）停止操作时应该防止倒吸，所以需要先打开活塞 K，让布氏漏斗与大气相通，再关闭抽气泵，故选 a。

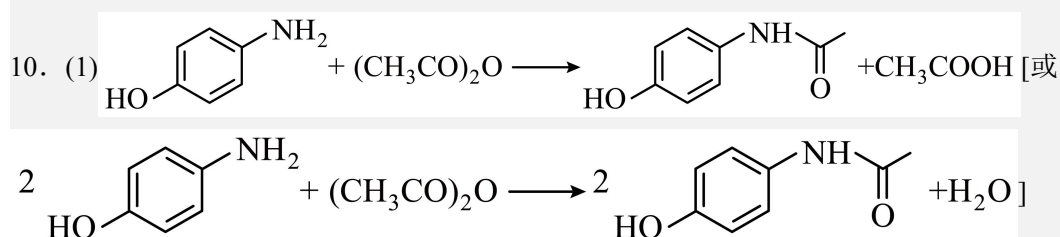
（7）三草酸合铁酸钾晶体 $\text{K}_3[\text{Fe}(\text{C}_2\text{O}_4)_3] \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ 与酸性高锰酸钾标准液反应，依据得失电子守恒，可建立如下关系式：

$$5\text{K}_3[\text{Fe}(\text{C}_2\text{O}_4)_3] \cdot 3\text{H}_2\text{O} \sim 6\text{KMnO}_4, n(\text{KMnO}_4) = 0.01 \text{ mol/L} \times 0.0200 \text{ L} \times \frac{250 \text{ mL}}{10.00 \text{ mL}} = 5 \times 10^{-3} \text{ mol},$$

$$n(\text{K}_3[\text{Fe}(\text{C}_2\text{O}_4)_3] \cdot 3\text{H}_2\text{O}) = \frac{n(\text{KMnO}_4) \times 5}{6} = \frac{5 \times 10^{-3} \text{ mol} \times 5}{6} = \frac{2.5 \times 10^{-2}}{6} \text{ mol}, \text{ 产品中三草酸合铁酸钾晶体的纯度为}$$

$$\frac{\frac{2.5 \times 10^{-2}}{6} \text{ mol} \times 491 \text{ g/mol}}{2.5 \text{ g}} \times 100\% \approx 81.8\%。$$

【点睛】进行化学计算时，可利用得失电子守恒或原子守恒建立关系式求解。



(2) 恒压滴液漏斗 温度过低，反应速率慢，产率较低；温度过高，则副反应（如氧化反应等）增加，造成产

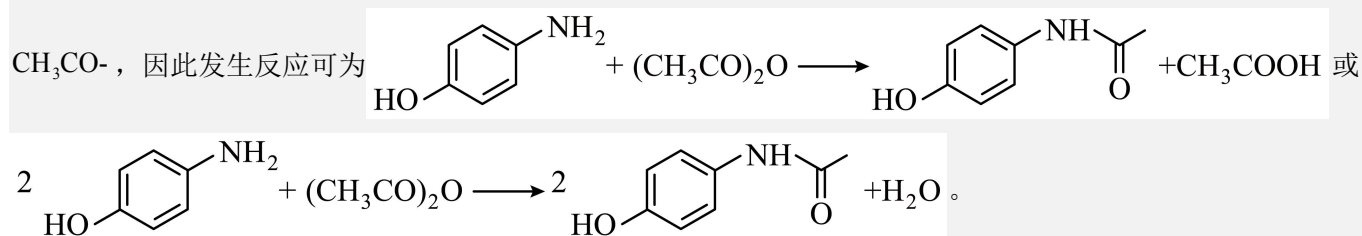
品不纯，或醋酸酐易挥发，造成对氨基苯酚的转化率较低等（言之有理即可）

(3)过滤速度快，产品更干燥等

(4) 趁热过滤、冷却结晶 吸附对氨基苯酚被氧化生成的有色物质 防止对乙酰氨基酚被氧化

(5)66.2%

【详解】（1）对氨基苯酚中的氨基和醋酸酐反应生成了酰胺基，氨基中的氢原子被 $\text{CH}_3\text{CO}-$ 取代，醋酸酐中存在两个



（2）仪器 A 的名称为恒压滴液漏斗。步骤 I 中选择温度为 80°C 的原因是温度过低时主要影响速率，速率太低造成相同时间内生成的产物减少，产率较低；温度过高时，对氨基苯酚和对乙酰氨基酚均可能发生氧化反应等副反应，且醋酸酐易挥发。

（3）减压过滤时吸滤瓶连接真空泵不断抽气，导致吸滤瓶内压强大幅减小，与外界大气压形成气压差，导致液体的分离速率更快，分离效果也更完全。

（4）从表格信息推知，对乙酰氨基酚易溶于热水，微溶于冷水，因此在分离活性炭等固体时应趁热过滤，防止对乙酰氨基酚遇冷提前析出造成损失，所得滤液经过冷却结晶、过滤、洗涤、干燥的过程得到纯品；从表格信息可知，对氨基苯酚易被氧化为有色物质，活性炭可以吸附有色物质；对乙酰氨基酚易被氧化，因此加入 NaHSO_3 这一还原剂可以防止对乙酰氨基酚被氧化。

（5） 10.9 g 对氨基苯酚的物质的量为 $\frac{10.9\text{ g}}{109\text{ g/mol}} = 0.1\text{ mol}$ ，由化学方程式可知，理论上制得对乙酰氨基酚的质量为 $0.1\text{ mol} \times 151\text{ g/mol} = 15.1\text{ g}$ ，则本实验的产率为： $\frac{10.0\text{ g}}{15.1\text{ g}} \times 100\% \approx 66.2\%$ 。

11. (1)冷凝回流，提高原料利用率

(2)避免反应剧烈，且能充分将 NH_3 排出

(3) 避免咪唑析出，减少咪唑损失 增大咪唑的溶解度，充分洗去滤饼表面附着的咪唑，提高产率

(4)作为气化核心，防止液体暴沸

(5)过滤速度快、固体更干燥

(6)45

(7)2 号 N 中孤电子对参与形成 Π_6^0 ，1 号 N 上孤电子对能与质子形成配位键

【分析】由题意可知，该实验的实验目的是以乙二醛、甲醛与硫酸铵为原料，经过投料、排氨、浓缩、减压蒸馏、精制等实验步骤制备得到咪唑。

【详解】（1）由实验装置图可知，仪器 A 是球形冷凝管，作用是冷凝回流挥发出来的乙二醛、甲醛，提高原料的利用率；

（2）由题意可知，加入氢氧化钙的目的是将硫酸铵转化为氨气排出，分批加入氢氧化钙固体可以有效控制反应速率，防止一次性加入过多导致反应过于剧烈，导致氨气的瞬间生成量过大而难以排出；

(3) 由题给信息可知,咪唑在水中的溶解度随温度升高而显著增加,趁热过滤可防止温度降低时咪唑因溶解度下降而结晶析出,从而减少产品损失;用热水洗涤滤饼可以提高咪唑的高溶解度,将附着在滤饼表面的咪唑溶解并洗入滤液中,从而提高咪唑的产率;

(4) 减压蒸馏中毛细玻璃管可以作为气化核心,起到防止液体暴沸的作用;

(5) 与常压过滤相比,抽滤利用真空泵产生负压,加快过滤速度,同时负压有助于抽走固体表面的水分,得到的滤饼更干燥,便于后续干燥操作;

(6) 由题意可知,乙二醛、甲醛与硫酸铵按物质的量之比为1:1:1反应制备咪唑,实验所用乙二醛、甲醛的物质的量分别为: $\frac{5.8\text{g}}{58\text{g/mol}}=0.1\text{ mol}$ 、 $\frac{6.0\text{g}}{30\text{g/mol}}=0.2\text{mol}$,则反应时乙二醛不足量,理论上完全反应生成0.1 mol 咪唑,则由实验制得3.06 g 咪唑可知,咪唑的产率为: $\frac{3.06\text{g}}{0.1\text{mol} \times 68\text{g/mol}} \times 100\% = 45\%$;

(7) 由结构简式可知,咪唑分子中氮原子和碳原子的杂化方式均为 sp^2 杂化,分子中3个碳原子和1号氮原子各提供1个未参与杂化的p电子、2号氮原子提供1对未参与杂化的p电子共同形成 Π_6^6 大 π 键,则2号氮原子与氢原子相连,孤电子对参与形成大 π 键,电子云密度降低,难以结合质子,而1号氮原子有一对孤对电子,能与氢离子形成配位键,结合质子能力更强,所以咪唑的碱性主要是由1号氮原子体现。

12. (1)三颈烧瓶

(2) 受热均匀,便于控制温度 $3\text{ZnO} + 2\text{H}_3\text{PO}_4 \xrightarrow{\Delta} \text{Zn}_3(\text{PO}_4)_2 + 3\text{H}_2\text{O}$ 或 $3\text{ZnO} + 2\text{H}_3\text{PO}_4 \xrightarrow{\Delta} \text{Zn}_3(\text{PO}_4)_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O} + \text{H}_2\text{O}$

(3)C

(4)避免产品失去结晶水或产品分解

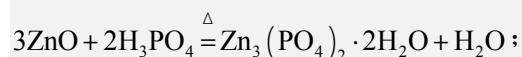
(5)B

(6) $\frac{2.105V}{3w}$ 偏高

【分析】本题以磷酸锌晶体为素材,考查化学实验基本操作知识,以及滴定法测产品纯度。

【详解】(1)仪器a为三颈烧瓶;

(2)水浴加热便于控制温度、受热均匀等;向ZnO糊状物滴加 H_3PO_4 合成 $\text{Zn}_3(\text{PO}_4)_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$,化学方程式为



(3)抽滤就是减压过滤,所以布氏漏斗与过滤使用的漏斗功能相同;

(4)产品是结晶水合物,温度过高,会导致产品失去结晶水;

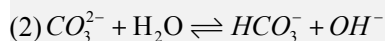
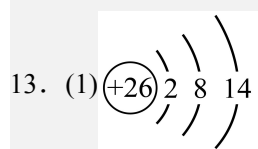
(5)配制100 mL溶液,必须选择100 mL容量瓶;

(6)消耗EDTA的物质的量为 $0.01 \times V \times 10^{-3} \text{ mol}$,滴定反应中 Zn^{2+} 和EDTA以物质的量比1:1反应,故 Zn^{2+} 的物质的量为 $0.01 \times V \times 10^{-3} \text{ mol}$,产品配制成100 mL溶液,移取20.00 mL滴定,故100 mL溶液中 Zn^{2+} 的物质的量为

$0.01 \times V \times 10^{-3} \times \frac{100}{20} \text{ mol}$,产品中Zn与 $\text{Zn}_3(\text{PO}_4)_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ 的物质的量比为3:1,故 $\text{Zn}_3(\text{PO}_4)_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ 的质量为

$0.01 \times V \times 10^{-3} \times \frac{100}{20} \times \frac{1}{3} \times 421 \text{ g}$,计算产品纯度为 $\frac{0.01 \times V \times 10^{-3} \times \frac{100}{20} \times \frac{1}{3} \times 421}{w} \times 100\% = \frac{2.105V}{3w} \%$;没有用EDTA溶液润洗

滴定管，测得所用 EDTA 体积偏大，导致测得的结果偏高。



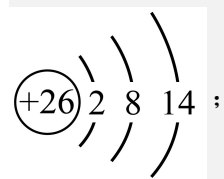
(3) 抽滤瓶 过滤速度更快，得到的晶体含水量更低、更干燥

(4) 添加水是为了补充因蒸发而消耗的水，防止溶剂过少导致硫酸亚铁析出，趁热是防止温度降低， FeSO_4 晶体析出，造成损失 减小 FeSO_4 的损失，乙醇易挥发，可带走水分

(5) $5\text{Fe}^{2+} + \text{MnO}_4^- + 8\text{H}^+ = 5\text{Fe}^{3+} + \text{Mn}^{2+} + 4\text{H}_2\text{O}$ 当滴入最后半滴高锰酸钾时，溶液由浅绿色变为浅紫红色，且半分钟内不恢复 5.56V

【分析】本实验分为铁屑除油污、硫酸亚铁晶体制备、产品纯度测定三个环节，除油污是利用热碳酸钠溶液去除，硫酸亚铁晶体制备是利用铁与稀硫酸反应生成硫酸亚铁，最后通过趁热减压抽滤、滤液冷却结晶、减压过滤、无水乙醇淋洗晶体、干燥得到 $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ 产品，产品纯度测定是利用酸性高锰酸钾的氧化性滴定 Fe^{2+} ，据此解答。

【详解】(1) Fe 是 26 号元素， Fe^{2+} 是 Fe 原子失去最外层 2 个电子得到的，电子排布为 2、8、14，离子结构示意图：



(2) Na_2CO_3 溶液中 CO_3^{2-} 水解使溶液呈碱性，油污在碱性条件下水解被除去，水解以第一步为主，写第一步离子方程式为 $\text{CO}_3^{2-} + \text{H}_2\text{O} \rightleftharpoons \text{HCO}_3^- + \text{OH}^-$ ；

(3) 观察仪器 X 的结构，其带有支管，不是锥形瓶，而是抽滤瓶；减压抽滤依靠压强差加速过滤，相比常压过滤，过滤速度更快，得到的晶体含水量更低、更干燥；

(4) 添加水是为了补充因蒸发而消耗的水，防止溶剂过少导致硫酸亚铁析出，而 FeSO_4 溶解度随温度降低而减小，温度低会使 FeSO_4 析出随滤渣损失；硫酸亚铁在乙醇中溶解度小，且乙醇易挥发，适合淋洗该晶体；

(5) 酸性条件下 MnO_4^- 氧化 Fe^{2+} ，按得失电子守恒配平： $5\text{Fe}^{2+} + \text{MnO}_4^- + 8\text{H}^+ = 5\text{Fe}^{3+} + \text{Mn}^{2+} + 4\text{H}_2\text{O}$ ，高锰酸钾可做自身指示剂，终点时过量的半滴高锰酸钾使溶液显浅紫红色，且半分钟内不恢复；计算过程： $n(\text{KMnO}_4) = 0.02V \times 10^{-3} \text{ mol}$ ，由反应比例得 $n(\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}) = 5n(\text{KMnO}_4) = 10^{-4}V \text{ mol}$ ，因此质量分数 $\omega = \frac{10^{-4}V \text{ mol} \times 278 \text{ g/mol}}{0.500 \text{ g}} \times 100\% = 5.56V\%$ 。

14. (1) 恒压滴液漏斗 冷凝回流甲醛和乙醛，提高原料的利用率

(2) C 下

(3) 提供碱性环境，并中和甲酸使平衡正向移动，提高季戊四醇的产率

(4)CD

(5)将溶液中残留的 Ca^{2+} 转化为草酸钙，提高产物 纯度

(6) $\frac{1250a}{51}$

【分析】本实验目的是制备季戊四醇或四羟基甲烷，根据反应原理，控制反应温度在 60°C 左右，避免温度过高导致副反应或过低使反应速率过慢，应用水浴加热，当反应混合物颜色由乳白色变成淡黄色，说明反应达到终点；加入 75% 硫酸，中和过量 OH^- ，然后减压过滤，过滤出不溶物，在滤液中加入草酸，除去 Ca^{2+} ，再次进行减压过滤，对滤液进行蒸发浓缩，出现大量结晶为止，得到产品；

【详解】（1）根据仪器 a 的特点，仪器 a 名称为恒压滴液漏斗；醛和乙醛沸点低，受热易挥发，用球形冷凝管可冷凝回流甲醛和乙醛，提高原料的利用率；

（2）步骤中控温 60°C 应选用水浴加热；为了增强冷凝效果，冷凝管中冷却水应该从下口进入；

（3）制取季戊四醇时 $\text{Ca}(\text{OH})_2$ 可以提供反应所需的碱性环境，并中和产物甲酸，促使平衡正向移动，提高产品的产率；

（4）A. 减压过滤可得到较干燥固体且过滤速率快，但并非所有的固液分离均适用，如胶状沉淀或颗粒太小的沉淀不能采用减压过滤，A 错误；

B. 应从吸滤瓶上口倒出滤液而不能从支管口倒出滤液，B 错误；

C. 滤纸大小应略小于布氏漏斗内径并能将全部小孔盖住，用蒸馏水将滤纸润湿，微开水龙头，抽气使滤纸紧贴布氏漏斗，C 正确；

D. 步骤③中用硫酸酸化可产生 CaSO_4 ，步骤④中第一次过滤得到 CaSO_4 ；在滤液中加入草酸又生成草酸钙，故第二次减压过滤得到草酸钙，D 正确；

答案为 CD；

（5）由于 $K_{\text{sp}}(\text{CaSO}_4) > K_{\text{sp}}(\text{CaC}_2\text{O}_4)$ ，步骤④中加入草酸可将溶液中残留的少量 Ca^{2+} 转化为 CaC_2O_4 ，提高季戊四醇的纯度；

（6）根据反应原理可得关系式 $4\text{HCHO} \sim \text{CH}_3\text{CHO} \sim \text{C}(\text{CH}_2\text{OH})_4$ ，开始加入 $n(\text{HCHO}) \approx 0.135\text{mol}$ ， $n(\text{CH}_3\text{CHO}) \approx 0.03\text{mol}$ ，在反应中甲醛过量，应使用乙醛计算季戊四醇的物质的量，则 $n[\text{C}(\text{CH}_2\text{OH})_4] = n(\text{CH}_3\text{CHO}) \approx 0.03\text{mol}$ ，理论产量

$m[\text{C}(\text{CH}_2\text{OH})_4] = 136\text{g/mol} \times 0.03\text{mol} = 4.08\text{g}$ ，故季戊四醇的产率为 $\frac{a\text{g}}{4.08\text{g}} \times 100\% = \frac{100a}{4.08}\% = \frac{1250a}{51}\%$ 。

15. （1） ①. 球形冷凝管 ②. 冷凝回流乙酰氯和苯，提高原料利用率 ③. 在 a 上方加上装有碱石灰的干燥管

（2） ①. $4\text{CH}_3\text{COCl} + (\text{CH}_3\text{COO})_2\text{Mn} \cdot 4\text{H}_2\text{O} = (\text{CH}_3\text{COO})_2\text{Mn} + 4\text{CH}_3\text{COOH} + 4\text{HCl}$ （或 $\text{CH}_3\text{COCl} + \text{H}_2\text{O} = \text{CH}_3\text{COOH} + \text{HCl}$ ） ②. 步骤 I 常温下可防止反应生成 MnCl_2 ，步骤 II 加热回流能促进反应生成 MnCl_2

（3） ①. acb ②. 吸收产生的酸性气体、防止外部水蒸气进入样品

（4）乙同学

【解析】

【分析】分析流程可知，四水醋酸锰 $[(CH_3COO)_2Mn \cdot 4H_2O]$ 和乙酰氯 (CH_3COCl) 溶解在苯中搅拌抽滤，获得产物 $(CH_3CO)_2Mn$ ，固体加入苯和乙酰氯回流搅拌，发生反应 $(CH_3COO)_2Mn + 2CH_3COCl \xrightarrow[\text{苯}]{\Delta} MnCl_2 \downarrow + 2(CH_3CO)_2O$ ，抽滤洗涤，粗产品纯化后获得无水二氯化锰，以此解答。

【小问 1 详解】

图 1 装置中 a 仪器名称为：球形冷凝管，球形冷凝管可以使气体冷却回流，让反应更为彻底，故其作用是：冷凝回流乙酰氯和苯，提高原料利用率，虽然有球形冷凝管冷凝回流，但是还是会有少量乙酰氯和苯扩散到空气中，故该装置缺陷的改进方法为在 a 上方加上装有碱石灰的干燥管；

【小问 2 详解】

根据已知②制备无水二氯化锰的主要反应： $(CH_3COO)_2Mn + 2CH_3COCl \xrightarrow[\text{苯}]{\Delta} MnCl_2 \downarrow + 2(CH_3CO)_2O$ ，则步骤 I 的过程中得到 $(CH_3COO)_2Mn$ ，故步骤 I 的反应化学方程式为 $4CH_3COCl + (CH_3COO)_2Mn \cdot 4H_2O = (CH_3COO)_2Mn + 4CH_3COOH + 4HCl$ （或 $CH_3COCl + H_2O = CH_3COOH + HCl$ ），根据已知信息可知， CH_3COCl 沸点较低，容易挥发，步骤 I 为了使反应更加充分，防止 CH_3COCl 挥发，应该在低温下进行，而步骤 II 有回流装置，可防止挥发，加热可以加快反应速率，故步骤 I 常温下可防止生成 $MnCl_2$ ，步骤 II 加热回流能促进反应生成 $MnCl_2$ ；

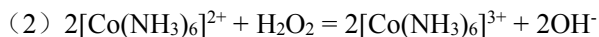
【小问 3 详解】

步骤 IV：①将装有粗产品的圆底烧瓶接到纯化装置(图 2)上，打开安全瓶上旋塞，打开抽气泵，关闭安全瓶上旋塞，开启加热器，进行纯化。纯化完成后的操作排序：纯化完成→关闭加热器，待烧瓶冷却至室温→打开安全瓶上旋塞→关闭抽气泵→拔出圆底烧瓶的瓶塞→将产品转至干燥器中保存，故答案为：acb，乙酰氯与水反应生成 CH_3COOH 和 HCl ，则可能混有酸性气体，且无水二氯化锰极易吸水潮解，因此 $NaOH$ 固体的作用是吸收产生的酸性气体或防止外部水气进入样品，故装置中 U 型管内 $NaOH$ 固体的作用是吸收产生的酸性气体、防止外部水蒸气进入样品；

【小问 4 详解】

$MnCl_2$ 易水解成 $Mn(OH)Cl$ 或者 $Mn(OH)_2$ 沉淀混在 $MnCO_3$ 中，造成实验不准确，通过生成氯化银沉淀进行氯离子测定更为稳定，通过测定产品中氯元素的含量确定纯度更加合理，故方法更合理的是乙同学。

16. (1) 提供大量 NH_3 ，让 Co^{2+} 与 NH_3 充分结合形成 $[Co(NH_3)_6]^{2+}$ ，为后续反应做准备



(3) ①. 过滤速度快，得到的固体较干燥 ②. $a \rightarrow b \rightarrow d \rightarrow c$

(4) 增大 Cl^- 浓度，使 $[Co(NH_3)_6]Cl_3$ 的溶解平衡逆向移动，促进晶体析出

(5) ①. 防止氨气逸出，使产生的氨气全部被硫酸标准溶液吸收 ②. $\frac{17(2c_1V_1 - c_2V_2)}{1000a} \times 100\%$ ③. D

【解析】

【分析】该实验是制备钴配合物 $[Co(NH_3)_6]Cl_3$ 的过程，反应原理为：通过 $2CoCl_2 \cdot 6H_2O + 10NH_3 + 2NH_4Cl + H_2O_2 \xrightarrow{\text{活性炭}} 2[Co(NH_3)_6]Cl_3 + 14H_2O$ 来制备目标配合物，其中 H_2O_2 作为氧化剂，将 $[Co(NH_3)_6]^{2+}$ 氧化为 $[Co(NH_3)_6]^{3+}$ 。

步骤 i：先加浓氨水，是为了提供大量 NH_3 ，让 Co^{2+} 与 NH_3 充分结合形成 $[\text{Co}(\text{NH}_3)_6]^{2+}$ ，为后续被氧化做准备，同时控制温度在 10°C 以下，可减少浓氨水的挥发。

步骤 ii：边搅拌边逐滴加入 H_2O_2 溶液并加热， H_2O_2 氧化 $[\text{Co}(\text{NH}_3)_6]^{2+}$ 为 $[\text{Co}(\text{NH}_3)_6]^{3+}$ ，加热能加快反应速率，逐滴加 H_2O_2 可使反应更充分。

步骤 iii：冷却后抽滤得到固体，抽滤相比普通过滤，速度更快且得到的固体更干燥；将抽滤得到的固体转入含少量盐酸的沸水中溶解，是因为 $[\text{Co}(\text{NH}_3)_6]\text{Cl}_3$ 溶于热水，加少量盐酸可抑制 $[\text{Co}(\text{NH}_3)_6]^{3+}$ 的水解，趁热过滤可除去活性炭等不溶性杂质。

步骤 iv：向滤液中加浓盐酸，利用同离子效应，增大 Cl^- 浓度，促使 $[\text{Co}(\text{NH}_3)_6]\text{Cl}_3$ 晶体析出，之后冷却、过滤、干燥得到产品。

【小问 1 详解】

步骤 i 中先加浓氨水，是为了提供大量 NH_3 ，让 Co^{2+} 与 NH_3 充分结合形成 $[\text{Co}(\text{NH}_3)_6]^{2+}$ ，为后续反应做准备。

【小问 2 详解】

步骤 ii 中 H_2O_2 将 $[\text{Co}(\text{NH}_3)_6]^{2+}$ 氧化为 $[\text{Co}(\text{NH}_3)_6]^{3+}$ ，反应的离子方程式为： $2[\text{Co}(\text{NH}_3)_6]^{2+} + \text{H}_2\text{O}_2 = 2[\text{Co}(\text{NH}_3)_6]^{3+} + 2\text{OH}^-$ 。

【小问 3 详解】

与普通过滤相比，抽滤的优点是过滤速度快，得到的固体较干燥。抽滤操作的正确顺序为：开抽气泵 $\rightarrow$ a（转移固液混合物） $\rightarrow$ b（关活塞 A） $\rightarrow$ d（确认抽干） $\rightarrow$ c（开活塞 A） $\rightarrow$ 关抽气泵。

【小问 4 详解】

步骤 iv 加入浓盐酸的目的是增大 Cl^- 浓度，利用同离子效应，使 $[\text{Co}(\text{NH}_3)_6]\text{Cl}_3$ 的溶解平衡逆向移动，促进晶体析出。

【小问 5 详解】

①液封装置 1 的作用是防止氨气逸出，使产生的氨气全部被硫酸标准溶液吸收。

② H_2SO_4 与 NH_3 反应的化学方程式为 $\text{H}_2\text{SO}_4 + 2\text{NH}_3 = (\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ ， H_2SO_4 与 NaOH 反应的化学方程式为 $\text{H}_2\text{SO}_4 + 2\text{NaOH} = \text{Na}_2\text{SO}_4 + 2\text{H}_2\text{O}$ 。与 NH_3 反应的 H_2SO_4 的物质的量为 $(c_1V_1 \times 10^{-3} - \frac{1}{2}c_2V_2 \times 10^{-3})\text{mol}$ 。根据化学计量关系， NH_3 的物质的量为 $2\left(c_1V_1 \times 10^{-3} - \frac{1}{2}c_2V_2 \times 10^{-3}\right)\text{mol} = (2c_1V_1 - c_2V_2) \times 10^{-3}\text{mol}$ 。 NH_3 的质量为 $(2c_1V_1 - c_2V_2) \times 10^{-3} \times 17\text{g}$ ，则

$$\text{NH}_3 \text{ 的质量分数为 } \frac{(2c_1V_1 - c_2V_2) \times 10^{-3} \times 17}{a} \times 100\% = \frac{17(2c_1V_1 - c_2V_2)}{1000a} \times 100\%。$$

③A. 未将液封装置 2 中的水倒入锥形瓶，会导致部分 NH_3 未被吸收，使得与 NH_3 反应的 H_2SO_4 量减少，滴定消耗的 NaOH 体积偏大，计算出的与 NH_3 反应的 H_2SO_4 量偏小， NH_3 质量分数偏小，A 不符合题意；

B. NaOH 标准溶液使用前敞口放置于空气中一段时间， NaOH 会吸收 CO_2 ，部分变质为 Na_2CO_3 ，滴定 H_2SO_4 时，消耗的 NaOH 体积偏大，计算出的与 NH_3 反应的 H_2SO_4 量偏小， NH_3 质量分数偏小，B 不符合题意；

C. 读数时，滴定前平视，滴定后仰视读数，会导致读取的 NaOH 体积偏大，计算出的与 NH_3 反应的 H_2SO_4 量偏小， NH_3 质量分数偏小，C 不符合题意；

D. 滴定前滴定管尖端无气泡，滴定后滴定管尖端内有气泡，会导致读取的 NaOH 体积偏小，计算出的与 NH_3 反应的 H_2SO_4 量偏大， NH_3 质量分数偏大，D 符合题意；
故选 D。

17. (1) $\text{Ca}(\text{OH})_2$ 和 CH_2N_2

(2) OH^- 为二聚反应的催化剂，pH 太低不利于发生聚合反应（反应需要碱性环境）

(3) ①. 降低溶液沸点、加快被浓缩速率，防止双氰胺因温度过高发生分解 ②. dacb

(4) ①. 液封，防止 NH_3 逸出 ②. $\frac{2.1cV}{m}$ ③. 甲基橙 ④. 偏小

【解析】

【分析】①将装有蒸馏水的三颈烧瓶置于 30°C 水浴加热器中加热，然后将 CaCN_2 粉末定量均匀地加入三颈烧瓶，水解 10min 得到悬浮状水解液，说明水解得到的产物中存在 $\text{Ca}(\text{OH})_2$ ，同时生成 $\text{N} \equiv \text{C} - \text{NH}_2$ ；②将 CO_2 通入水解液中， CO_2 与 $\text{Ca}(\text{OH})_2$ 反应生成 CaCO_3 ，抽滤后得滤渣 CaCO_3 ；④结晶和干燥后得到双氰胺。

【小问 1 详解】

CaCN_2 水解后生成 $\text{Ca}(\text{OH})_2$ 和 $\text{N} \equiv \text{C} - \text{NH}_2$ ，故水解产物的化学式为 $\text{Ca}(\text{OH})_2$ 和 CH_2N_2 ；

【小问 2 详解】

“脱钙”过程中，将 CO_2 通入水解液中，将 $\text{Ca}(\text{OH})_2$ 转化为 CaCO_3 ， OH^- 为二聚反应的催化剂，pH 达 10 时停止通入 CO_2 气体，由于氰胺转化为双氰胺要在碱性条件下进行，pH 不能过低，若 pH 过低，会不利于发生聚合反应；

【小问 3 详解】

蒸发浓缩时，为了降低水的沸点、加快被浓缩速率，防止双氰胺因温度过高发生分解，故选择减压蒸发浓缩；抽滤时，打开抽气泵，转移固液混合物，关闭活塞 k，打开抽气泵，当布氏漏斗中固液混合物抽干后，打开活塞 k，关闭抽气泵，向布氏漏斗中加入洗涤剂，关闭活塞 k，打开抽气泵，当固液混合物再次抽干后，打开活塞 k，关闭抽气泵，此时得到较多的晶体，故顺序为 dacb；

【小问 4 详解】

①a 中保留少量水，利用水将 a 处封住，可防止氨气逸出，故 a 中保留少量水的目的是液封，防止氨气逸出；

②根据题意可得计量关系： $\text{C}_2\text{H}_4\text{N}_4 \sim 4\text{NH}_3 \sim 4\text{HCl}$ ，HCl 的物质的量为 $cV \times 10^{-3} \text{mol}$ ， $\text{C}_2\text{H}_4\text{N}_2$ 的物质的量为

$\frac{cV \times 10^{-3}}{4} \text{mol}$ ，故样品的纯度为 $\frac{\frac{cV \times 10^{-3}}{4} \times 84 \text{g/mol}}{m} \times 100\% = \frac{2.1cV}{m} \%$ ；滴定时用盐酸滴定氨气，甲基橙在酸性条件下变色明显，故可利用甲基橙作指示剂；若将双层真空玻璃瓶 b 换成普通的玻璃瓶，体系散热较快，会导致氨气蒸出不完全，测定的氨气的量减少，从而使得计算出的双氰胺的量偏小，因此测定结果偏小。

18. (1) K_1 、 K_4 反应都处在氮气氛围下，防止 NiS 被氧气氧化为 $\text{Ni}(\text{OH})\text{S}$ 除去中 H_2S 的 HCl 杂质气体
 $\text{H}_2\text{S} + \text{Ni}^{2+} + 2\text{NH}_3 = \text{NiS} \downarrow + 2\text{NH}_4^+$ 没有 H_2S 、 NH_3 的尾气处理装置

(2) b 取最后一次抽滤洗涤液少许与试管中,先加入稀硝酸,再加入硝酸银溶液,若无白色沉淀产生,则证明洗涤干净

(3) 91%

【分析】由装置图可以知道,整个装置通入氮气使反应都处在氮气氛围下,防止产物被氧气氧化,装置 I 是浓盐酸和 FeS 反应生成 H_2S 气体和 $FeCl_2$, 然后经过装置 II 除去 HCl 杂质气体,最后 H_2S 进入装置 III 和 $NiCl_2$ 、 NH_3 反应生成 NiS。

【详解】(1) 检查装置气密性并加入药品。打开 K_1 、 K_4 , 关闭 K_2 、 K_3 , 通入氮气使反应都处在氮气氛围下,防止 NiS 被氧气氧化为 $Ni(OH)S$;

由分析可知,浓盐酸具有挥发性,装置 II 除去中 H_2S 的 HCl 杂质气体,III 中 H_2S 、 $NiCl_2$ 、 NH_3 反应生成 NiS 沉淀,离子方程式为: $H_2S + Ni^{2+} + 2NH_3 = NiS \downarrow + 2NH_4^+$; 图示装置存在的缺陷是没有 H_2S 、 NH_3 的尾气处理装置;

(2) 如图可知,装置 IV 是抽滤装置,装置 V 是洗涤沉淀的装置, b 口导管与装置 III 中液体相连通,故 b 口接 IV 抽滤装置, c 口接 V 洗涤沉淀装置; NiS 沉淀表面可能会附着氯离子,证明 NiS 洗涤干净即证明洗涤液不含有氯离子,故方法是:取最后一次抽滤洗涤液少许与试管中,先加入稀硝酸,再加入硝酸银溶液,若无白色沉淀产生,则证明洗涤干净;

(3) 由题可知, $Ni^{2+} + EDTA = EDTA - Ni^{2+}$, $Cu^{2+} + EDTA = EDTA - Cu^{2+}$, 并且过量的 EDTA 可以被 Cu^{2+} 滴定来计算用量,所以过量的 $n(EDTA) = n(Cu^{2+}) = 0.1 mol/L \times 10 \times 10^{-3} L = 1 \times 10^{-3} mol$,

$n(Ni^{2+}) = n(EDTA) - n(\text{过量}EDTA) = (0.1 \times 30 - 1) \times 10^{-3} mol = 2 \times 10^{-3} mol$, 则该镍样品纯度为:

$$\frac{2 \times 10^{-3} mol \times 91 g/mol \times \frac{250 mL}{20 mL}}{2.5 g} \times 100\% = 91\%$$

19. (1) 水浴加热

(2) 防止四乙酸铅接触空气中的水分而分解

(3) ①. cdefgab(h) ②. 吸收未反应的氯气,防止空气中的水蒸气进入三颈烧瓶 ③. 三颈烧瓶中不再有沉淀生成

(4) 88.6g (5) ①. 保障产生的 CO_2 被干燥管 I 中碱石灰完全吸收 ②. 88.6%

【解析】

【分析】由题意可知,该实验的实验目的是在乙酸作用下四氧化三铅与乙酸酐在水浴加热条件下反应生成二乙酸铅和四乙酸铅,反应所得溶液经冷却、过滤得到四乙酸铅粗品和含有二乙酸铅的滤液;滤液在水浴加热条件下与干燥氯气反应生成四乙酸铅,反应得到的溶液经趁热过滤,滤液冷却结晶,抽滤,真空干燥,得四乙酸铅粗品;反应所得粗品用冰醋酸重结晶得纯净四乙酸铅晶体。

【小问 1 详解】

由题意可知,步骤 I 的反应温度为 $65^\circ C$, 低于水的沸点,所以实验时采用水浴加热的加热方式加热,故答案为:水浴加热;

【小问 2 详解】

由题意可知，四乙酸铅遇水易分解，所以抽滤时，用纸板或陶瓷片进行覆盖防止四乙酸铅接触空气中的水分而分解，故答案为：防止四乙酸铅接触空气中的水分而分解；

【小问 3 详解】

将题给装置依次编号为 A、B、C、D、E，装置 B 为氯气制备装置，装置 FC 中盛有的饱和食盐水用于除去氯化氢气体，装置 D 中盛有的浓硫酸用于干燥氯气，装置 A 为二乙酸铅和溶液与氯气反应制备四乙酸铅的装置，装置 E 中盛有的碱石灰吸收未反应的氯气，防止污染空气，并防止空气中的水蒸气进入三颈烧瓶中导致四乙酸铅接触空气中的水分而分解，待三颈烧瓶中不再有沉淀生成说明反应已经完全反应，停止通氯气，则装置的连接顺序为 BCDAE，仪器接口的连接顺序为 cdefgab*h(i)*，故答案为：cdefgab*h(i)*；吸收未反应的氯气，防止空气中的水蒸气进入三颈烧瓶；三颈烧瓶中不再有沉淀生成；

【小问 4 详解】

由方程式可知，1mol 四乙酸铅理论上制得 2mol 四乙酸铅，则 0.1mol 四乙酸铅理论上制得四乙酸铅的质量为 $1\text{mol} \times 2 \times 443\text{g/mol} = 88.6\text{g}$ ，故答案为：88.6g；

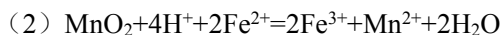
【小问 5 详解】

由四乙酸铅的纯度测定的实验操作为通入氮气将装置中的空气排尽，防止空气中的二氧化碳干扰四乙酸铅纯度测定，连接干燥管，向盛有四乙酸铅氯仿溶液的三颈烧瓶中滴入足量甲酸，使四乙酸铅与甲酸充分反应生成二氧化碳，再次通入氮气将反应生成的二氧化碳被干燥管 I 中碱石灰完全吸收，装置 II 中盛有的碱石灰用于吸收空气中的二氧化碳和水蒸气，防止被干燥管 I 中碱石灰吸收；由得失电子数目守恒可得如下转化关系： $\text{Pb}(\text{CH}_3\text{COO})_4 \sim \text{HCOOH} \sim \text{CO}_2$ ，实

验前后，干燥管 I 质量增加 0.88g，则样品的纯度为 $\frac{0.88\text{g}}{44\text{g/mol}} \times 443\text{g/mol} \times 100\% = 88.6\%$ ，故答案为：保障产生的 CO_2 10.0g

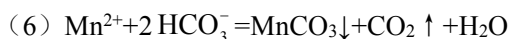
被干燥管中碱石灰完全吸收；88.6%。

20. (1) 将矿石粉碎、适当提高硫酸浓度，适当提高温度等



(3) ①. $\text{Fe}(\text{OH})_3$ 、 MnO_2 ②. 抽滤

(4) 6.65 (5) $10 < \text{pS} \leq 15.4$



【解析】

【分析】含锰矿石中加入足量硫酸浸取， MnCO_3 转化为 Mn^{2+} ，铁、钴、铜的碳酸盐转化为铁离子、亚铁离子、钴离子和铜离子，加入过量 MnO_2 ， MnO_2 将亚铁离子氧化为铁离子，自身被还原为 Mn^{2+} ，加入氨水调节 $\text{pH}=4$ ，此时 $c(\text{OH}^-)=10^{-10}\text{mol/L}$ ，根据物质的溶度积常数可知，此时生成的沉淀为氢氧化铁，还有过量的二氧化锰，再加入氨水调节 pH ，使 Cu^{2+} 转化为氢氧化铜沉淀，同时 Mn^{2+} 不能沉淀，此时滤渣 2 为氢氧化铜，再加入硫化铵，生成 CoS 沉淀，最后电解得到 Mn 。

【小问 1 详解】

用硫酸浸取含锰矿石时，可采用将矿石粉碎、适当提高硫酸浓度，适当提高温度等方式提高浸取速率。

【小问 2 详解】

氧化过程中， MnO_2 将 Fe^{2+} 氧化为 Fe^{3+} ，自身被还原为 Mn^{2+} ，离子方程式为 $\text{MnO}_2 + 4\text{H}^+ + 2\text{Fe}^{2+} = 2\text{Fe}^{3+} + \text{Mn}^{2+} + 2\text{H}_2\text{O}$ 。

【小问 3 详解】

根据分析可知，滤渣 1 的主要成分为 $\text{Fe}(\text{OH})_3$ 、 MnO_2 ，实验室为了加快固液混合物的分离，常用的操作为抽滤。

【小问 4 详解】

除杂 2 步骤中，要使铜离子转化为氢氧化铜沉淀，锰离子不能发生沉淀，则 $c(\text{Cu}^{2+}) \leq 10^{-5} \text{mol/L}$ 时，

$c(\text{OH}^-) \geq 2\sqrt{5} \times 10^{-8} \text{mol/L}$ ， $c(\text{H}^+) \leq \sqrt{5} \times 10^{-7} \text{mol/L}$ ， $\text{pH} \geq 6.65$ ， pH 至少为 6.65。

【小问 5 详解】

除杂 3 中锰离子浓度为 2.5mol/L ，锰离子不能发生沉淀，则 $c(\text{S}^{2-}) < 10^{-10} \text{mol/L}$ ，同时 Co^{2+} 要沉淀完全，则 $c(\text{Co}^{2+}) \leq 10^{-5} \text{mol/L}$ ，

$c(\text{S}^{2-}) \geq 4 \times 10^{-16} \text{mol/L}$ ，则 $10 < \text{pS} \leq 15.4$ 。

【小问 6 详解】

电解废液中含有少量 Mn^{2+} ，加入饱和 NH_4HCO_3 ，有沉淀和气体生成，沉淀为碳酸锰，气体为二氧化碳，离子方程式为

$\text{Mn}^{2+} + 2\text{HCO}_3^- = \text{MnCO}_3 \downarrow + \text{CO}_2 \uparrow + \text{H}_2\text{O}$ 。