

“化学实验综合题”解题指导

市实高 王荣

实验综合题常以一种熟悉或陌生的物质的制备和含量测定为载体设计问题,内容包括:化学试剂和实验仪器的选用、实验的具体操作、实验方案的设计、实验关键步骤的理解,特别考查了学生在化学实验背景下发现和解决问题的能力与根据图表信息形成结论的能力。试题从物质的制备到含量的测定以及误差的分析都选用学生熟悉的实验方法,意在引导中学化学重视实验教学,重视培养学生的化学实验能力,充分发挥化学实验在中学化学学习中的作用。

【例题】某研究性学习小组提纯粗金(主要含Au,还含少量Ag)的实验流程如下:



已知:① 浓硝酸和浓盐酸的混合物(体积比为1:3)叫做王水。

② 利用 $H_2C_2O_4$ 还原 $H[AuCl_4]$ 可得到Au。

(1)“溶解”前,先将粗金块切割成细条状,其目的是_____。“溶解”时Au转化为 $H[AuCl_4]$,该反应的化学方程式为_____。

(2)“滤渣”的主要成分为_____ (填化学式)。

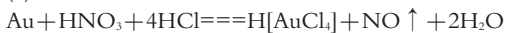
(3)“操作 I”的名称为_____。

(4)“操作 II”需控制在 $40 \sim 70^\circ C$ 时进行,适宜的加热方式为_____。

(5)请设计从“操作 II”后的水溶液中获取单质Au的实验方案:_____ (实验中须使用的试剂有: $H_2C_2O_4$ 溶液,蒸馏水;除常用仪器外须使用的仪器有:布氏漏斗)。

【答案】

(1) 增大接触面积,加快溶解速率,使其充分反应



(2) $AgCl$

(3) 萃取、分液

(4) 水浴加热

(5) 向“操作 II”后的水溶液中加入足量的 $H_2C_2O_4$ 溶液,充分反应后,用布氏漏斗抽滤(过滤),滤渣用蒸馏水充分洗涤、干燥

【解析】

(1) 块状变成条状后,接触面积增大,可加快反应速率。王水中 HNO_3 氧化Au,若生成NO,同时生成配合物 $H[AuCl_4]$,根据Au和N元素的得失电子守恒配平反应。

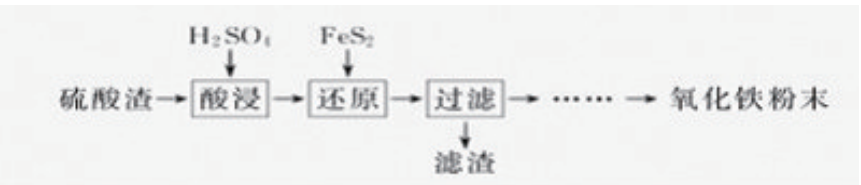
(2) 粗金中的Ag溶解成 Ag^+ ,与HCl反应生成难溶物 $AgCl$ 。

(3) 从流程图分析,操作 I 中加入乙醚,放出水相,该操作为萃取和分液。

(4) 温度低于 $100^\circ C$ 时,一般为水浴加热。

(5) 操作 II 中 $H[AuCl_4]$ 进入滤液中,向其中加入足量的 $H_2C_2O_4$ 还原出其中的Au,再用布氏漏斗过滤出Au,最后用蒸馏水洗涤并干燥。

【练习】利用硫酸渣(主要含 Fe_2O_3 、 SiO_2 、 Al_2O_3 等杂质)制备氧化铁的工艺流程如下:



下表列出了该实验条件下金属离子生成氢氧化物沉淀的pH。

沉淀物	$Fe(OH)_3$	$Al(OH)_3$	$Fe(OH)_2$
开始沉淀	2.7	3.8	7.5
完全沉淀	3.2	5.2	9.7

(1)“酸浸”时硫酸要适当过量,其目的除了提高铁的浸出率外,还可以“酸浸”步骤后需要测定溶液中 Fe^{3+} 的含量,其原因是_____。

(2)“还原”是将 Fe^{3+} 转化为 Fe^{2+} ,同时 FeS_2 被氧化为SO,该反应的离子方程为_____。

(3)滤渣的主要成分是FeS和 _____ (填化学式)。

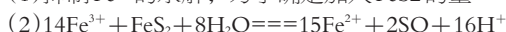
(4)过滤后的滤液中含有 Fe^{3+} ,产生 Fe^{3+} 的原因是_____ (用离子方程式表示)。

(5)请设计用“过滤”后的溶液制备 Fe_2O_3 的实验方案:_____。

(实验中必须使用的试剂有:5%的 H_2O_2 溶液,0.5 mol·L⁻¹ NaOH溶液)。

【答案】

(1)抑制 Fe^{3+} 的水解;为了确定加入 FeS_2 的量



(3) SiO_2



(5)向溶液中加入过量的5%的 H_2O_2 溶液,搅拌使其充分反应,滴加0.5 mol·L⁻¹NaOH溶液,调节溶液pH为3.2~3.8,过滤,洗涤,燃烧(烘干)

【解析】

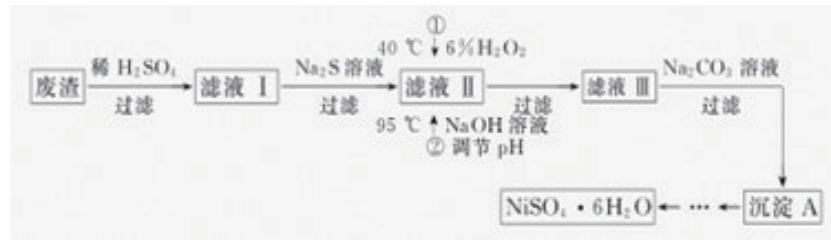
(1) Fe^{3+} 水解显酸性,加入硫酸可抑制 Fe^{3+} 水解。流程中“还原”这一步是用 FeS_2 与 Fe^{3+} 反应,故需要用计算出 Fe^{3+} 的量,才能确定加入 FeS_2 的量。

(2) FeS_2 中S为-1价,被 Fe^{3+} 氧化生成SO,自身还原为 Fe^{2+} ,根据Fe、S得失电子守恒以及电荷守恒配平反应。

(3) SiO_2 难溶于水,存在于滤渣中。

(4) 滤液中的 Fe^{2+} 能被空气中的 O_2 氧化成 Fe^{3+} 。

(5) 滤液中存在 Fe^{2+} 和 Al^{3+} ,若制备 Fe_2O_3 ,需要除去 Al^{3+} ,同时要将 Fe^{2+} 氧化成 Fe^{3+} 。5%的 H_2O_2 为氧化剂,将 Fe^{2+} 氧化成 Fe^{3+} 后,加入NaOH溶液调节pH为3.2~3.8,使得 Fe^{3+} 完全转化为 $Fe(OH)_3$ 沉淀, Al^{3+} 仍留在溶液中,过滤出 $Fe(OH)_3$,将其洗涤、灼烧分解可得 Fe_2O_3 。



【变式】 $NiSO_4 \cdot 6H_2O$ 是一种绿色易溶于水的晶体,广泛用于化学镀镍、生产电池等,可由电镀废渣(除含镍外,还含有Cu、Zn、Fe等杂质)为原料获得。有关工艺流程如下:

注:(1) $NiCO_3$ 是一种不溶于水、易溶于强酸的浅绿色沉淀。

(2) $25^\circ C$, $K_{sp}[Fe(OH)_3] = 2.64 \times 10^{-39}$;溶液中离子浓度小于 $10^{-5} \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$,可视为沉淀完全。

请回答下列问题:

(1) 用稀硫酸溶解废渣时,为了提高浸取率可采取的措施有_____ (任写一点)。

(2) 在滤液 II 中加入 H_2O_2 时,温度不能太高的原因是_____。

(3) 滤液 III 中溶质的主要成分是_____ (填化学式),检验滤液 III 中是否还有铁元素的方法是_____。

(4) 除铁时还常用 $NaClO_2$ 作氧化剂,在较小的pH条件下最终生成一种浅黄色的黄铁矾 $[Na_2Fe_6(SO_4)_4(OH)_{12}]$ 沉淀除去。下图是温度pH与生成的沉淀关系图,图中阴影部分是黄铁矾稳定存在的区域。下列说法正确的是_____ (填字母)。

a. $FeOOH$ 中铁为+2价

b. 若在 $25^\circ C$ 时,用 H_2O_2 氧化 Fe^{2+} ,再在pH=4时除去铁,此时溶液中 $c(Fe^{3+}) = 2.64 \times 10^{-27} \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$

c. 用氯酸钠在酸性条件下氧化 Fe^{2+} 的离子方程式为 $6Fe^{2+} + ClO^- + 6H^+ = 6Fe^{3+} + Cl^- + 3H_2O$

d. 工业生产中常保持在 $85 \sim 95^\circ C$ 生成黄铁矾,此时水体的pH为1.5左右

(5) 从“沉淀 A”制得 $NiSO_4 \cdot 6H_2O$ 晶体的实验步骤依次为_____。

用少量乙醇洗涤 $NiSO_4 \cdot 6H_2O$ 晶体并晾干。(实验中须使用的试剂有6 mol·L⁻¹的 H_2SO_4 溶液、蒸馏水)

【答案】

(1) 加热、搅拌、适当增大硫酸浓度等

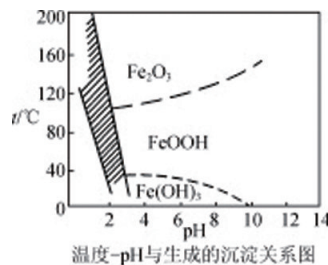
(2) 防止 H_2O_2 受热分解

(3) Na_2SO_4 、 $NiSO_4$

取滤液 III 少许于试管中,滴加KSCN溶液,若不出现血红色,则表明铁元素已除尽

(4) cd

(5) 用蒸馏水洗涤沉淀2~3次;向沉淀中加 H_2SO_4 溶液,直至恰好完全溶解;蒸发浓缩至有晶膜出现,停止加热,冷却结晶,过滤得 $NiSO_4 \cdot 6H_2O$ 晶体。



【解析】

(1)溶解过程中加热、搅拌、适当增大硫酸的浓度均可以提高废渣的浸取率。

(2) H_2O_2 受热易分解,故不可以在温度较高时反应。

(3)杂质Cu不溶于稀 H_2SO_4 ,可过滤而除去, Zn^{2+} 可以变成 $Zn(OH)_2$ 沉淀除去, Fe^{2+} 被 H_2O_2 氧化生成 Fe^{3+} ,调节pH时,以 $Fe(OH)_3$ 沉淀而除去。滤液为 Na_2SO_4 和 $NiSO_4$ 。 Fe^{3+} 用KSCN检验。

(4)a项, $FeOOH$ 中Fe为+3价,错误;b项,pH=4, $c(OH^-) = 10^{-10} \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$, $K_{sp}[Fe(OH)_3] = c(Fe^{3+}) \cdot c^3(OH^-)$, $c(Fe^{3+}) = 2.64 \times 10^{-39} / (10^{-10})^3 = 2.64 \times 10^{-9}$,错误;c项,依据氯元素和铁元素得失电子守恒配平反应,正确;d项,从图示中可知,温度在 $85 \sim 95^\circ C$ 时,水体的pH约为1.5,正确。

(5)沉淀A为 $NiCO_3$,先用蒸馏水洗去表面的杂质离子,再用硫酸溶解得 $NiSO_4$ 溶液,再蒸发浓缩,冷却结晶,过滤,最后用乙醇洗涤,可得到 $NiSO_4 \cdot 6H_2O$ 晶体。

实验综合题在历年高考考试说明中均界定为较难题,想得高分不容易,但是在平时学习、复习过程中注重实验具体操作的细节,学会用专业、准确的实验语言来描述实验现象及实验操作,重视对实验方法的积累、对同一类型的考查内容进行归纳总结,做一个用心的人,此类题目同样有章可循,同样可以获得较为满意的分数。