

例析制备型实验方案设计与评价的考查趋向

江苏省如东高级中学 226400 张 霞

物质制备是高考考查中常规热点题型,以物质制备工业流程为题给相关信息,主要来考查化学实验基础知识与技能,元素及其化合物的性质与转化、化学原理、化学实验等核心化学学科素养,同时也会涉及考查完善实验操作步骤、设计简单的实验方案等实验设计能力,考查实验方案的可行性、实验方案的优缺点及改进等实验方案评价能力。下面对此类内容进行举例说明。

例1 亚硝酸钠(NaNO_2)是一种常见的食品添加剂,使用时必须严格控制其用量。某兴趣小组用图1所示装置制备 NaNO_2 并对其性质作如下探究(A中加热装置已略去)。

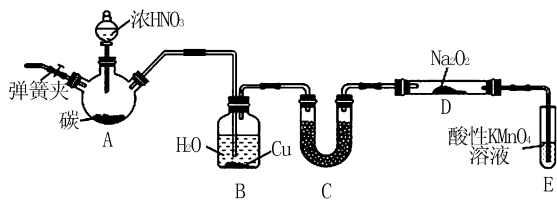


图1

已知: ① $2\text{NO} + \text{Na}_2\text{O}_2 = 2\text{NaNO}_2$; ② NO 能被酸性 KMnO_4 氧化成 NO_3^- , MnO_4^- 被还原为 Mn^{2+} 。

I. 制备 NaNO_2 :

(1) 装置A三颈烧瓶中发生反应的化学方程式为_____。

(2) B装置的目的是_____。

(3) 为保证制得的亚硝酸钠的纯度,C装置中盛放的试剂可能是_____(填序号)。

A. P_2O_5 B. 碱石灰 C. 无水 CaCl_2 D. 生石灰

(4) E装置发生反应的离子方程式是_____。

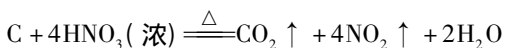
II. 测定 NaNO_2 纯度

(5) 准确称取质量为 $m\text{ g}$ 的 NaNO_2 样品放入锥形瓶中,加适量水溶解。用 $a\text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$ 酸性 KMnO_4 溶液滴定,达滴定终点时所用 KMnO_4 溶液体积为 $b\text{ mL}$ 。则样品中 NaNO_2 的质量分数为_____。(假设样品中其他杂质与酸性 KMnO_4 溶液不反应,用含 m, a, b 的代数式表示)。

解题导引 本题是制备型实验综合题,以亚

硝酸钠的制备并探究其具有的性质为载体设计的一道制备型实验方案的设计与评价考题,主要考查了化学反应原理、化学实验气体的制备、氧化还原反应原理、离子反应原理及化学(离子)方程式的书写、化学计算等,也考查了学生信息获取与加工处理能力、计算能力及化学知识应用能力等。

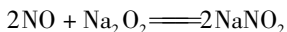
I. (1) 由题中图示信息可知装置A三颈烧瓶实质上就是碳与浓硝酸反应,故化学方程式为:



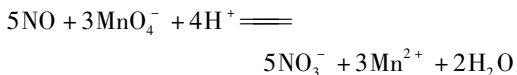
(2) 由题给信息 NO 被 Na_2O_2 氧化,实质通入装置D中的气体是 NO ,B装置装有水和铜,B装置装有水可以吸收挥发出来的硝酸蒸气,产生的二氧化氮与水反应生成硝酸,再利用生成的稀硝酸与铜反应生成一氧化氮,则可得其目的是吸收挥发出来的硝酸蒸气和生成的二氧化氮,使 NO_2 转化为 NO ,同时稀硝酸和铜发生反应生成 NO 。

(3) 装置C的作用是吸收水蒸气和极少量再挥发出来的硝酸蒸气,则C中盛放的试剂可能是碱性干燥剂,则可选出B、D。

(4) 由题中图示信息和题给信息D装置中发生



E装置的作用是利用高锰酸钾溶液吸收有毒气体一氧化氮,避免污染空气,根据氧化还原反应原理和离子反应原理可写出该反应的离子方程式为:



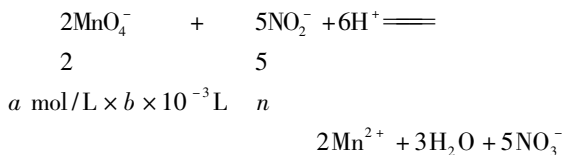
II. 测定 NaNO_2 纯度

(5) 将 NaNO_2 滴加到酸性高锰酸钾溶液中,可观察到紫色溶液颜色变浅,直至褪色,说明二者发生氧化还原反应,亚硝酸根离子被氧化生成硝酸根离子,高锰酸根离子被还原生成锰离子,离子方程式为:



准确称取质量为 $m\text{ g}$ 的 NaNO_2 样品放入锥形瓶中,加适量水溶解。用 $a\text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$ 酸性 KMnO_4 溶

液滴定 达滴定终点时所用 KMnO_4 溶液体积为 $b \text{ mL}$ 。



$$\text{解得 } n = \frac{5a \times b \times 10^{-3}}{2} \text{ mol}$$

则样品中 NaNO_2 的质量分数为

$$\frac{\frac{5a \times b \times 10^{-3}}{2} \text{ mol} \times 69 \text{ g/mol}}{m \text{ g}} \times 100\% = \frac{69ab}{4m}\%$$

例2 (2016年秋盐城期中) $\text{Ca}(\text{H}_2\text{PO}_2)_2$ (次磷酸钙, 一元中强酸 H_3PO_2 的钙盐) 是一种白色结晶粉末, 溶于水(常温时, 溶解度 $16.7 \text{ g}/100 \text{ g}$ 水), 其水溶液呈现弱酸性。

可用作医药、抗氧化剂以及制备次磷酸钠等。由白磷(P_4)与石灰乳制备 $\text{Ca}(\text{H}_2\text{PO}_2)_2$ 的实验步骤如下:

步骤1. 如图2所示, 在三口烧瓶中加入白磷和石灰乳, 先通入 N_2 , 然后在约 98°C 下充分搅拌 1 h , 同时收集产生的 PH_3 。

步骤2. 将反应液静置、过滤。

步骤3. 向滤液中通入适量 CO_2 , 再过滤。

步骤4. 用次磷酸溶液调节步骤3滤液的 pH , 浓缩、冷却结晶、干燥得次磷酸钙。

(1) 步骤1先通入 N_2 的目的是____; 搅拌的目的是____。

(2) 步骤1石灰乳与 P_4 (白磷) 发生反应的化学方程式为____; 步骤2过滤所得滤渣成分为____。

(3) 步骤3的目的是____。

(4) 请补充完整由产品进一步制备 $\text{NaH}_2\text{PO}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$ 的实验方案: 取产品次磷酸钙加入烧杯中, 加适量的水溶解, _____, 干燥得到 $\text{NaH}_2\text{PO}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$ 。

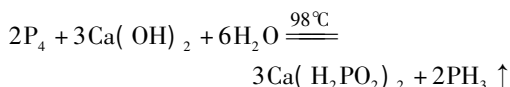
(已知: 在常压下, 加热蒸发次磷酸钠溶液会发生爆炸, 100°C 时 $\text{NaH}_2\text{PO}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$ 的溶解度为 $667 \text{ g}/100 \text{ g}$ 水)

解题导引 本题以白磷和石灰乳为原料制备

$\text{Ca}(\text{H}_2\text{PO}_2)_2$, 考查了学生知识迁移和应用能力。

(1) 由题给信息次磷酸钙及白磷易被空气中氧气氧化, 所以步骤1先通入 N_2 的目的是排除装置内的空气, 防止次磷酸钙及白磷被空气中氧气氧化。搅拌的目的是使反应物之间充分接触, 加快反应速率。

(2) 根据题中实验原理, 步骤1石灰乳与 P_4 (白磷) 发生反应生成 $\text{Ca}(\text{H}_2\text{PO}_2)_2$ 和 PH_3 , 由氧化还原反应原理和得失电子守恒可写出该反应的化学方程式为:



反应后过量的 P_4 难溶于水, $\text{Ca}(\text{OH})_2$ 在水中溶解度不大, 微溶于水, 故步骤2过滤所得滤渣的主要成分为 P_4 和 $\text{Ca}(\text{OH})_2$ 。

(3) 因为滤液中还溶有少量的 $\text{Ca}(\text{OH})_2$, 所以通入适量 CO_2 , 目的是除去其中的 $\text{Ca}(\text{OH})_2$, 故答案为: 除去其中的 $\text{Ca}(\text{OH})_2$ 。

(4) 以补充完整实验方案的设计为考题, 由题中信息分析该实验设计实质上就是物质的分离得到 $\text{NaH}_2\text{PO}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$ 晶体, 由题中次磷酸钙与 Na_2CO_3 溶液反应生成碳酸钙沉淀和 NaH_2PO_2 溶液, 则应先加入 Na_2CO_3 溶液使次磷酸钙完全转化为碳酸钙沉淀和 NaH_2PO_2 溶液, 再根据在常压下, 加热蒸发次磷酸钠溶液会发生爆炸, 所以采用减压蒸发浓缩, 结晶得到 $\text{NaH}_2\text{PO}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$ 晶体。

物质制备实验设计与评价题一般以物质的制备、分离、提纯及物质的性质为基础, 考查基本的实验原理、实验方法、实验基本操作和相关化学反应原理。在解题时需要注意题目提供信息的应用, 特别是新物质的制备过程中, 有一些特殊的性质(如易水解、熔沸点等), 要善于联系课本相关的物质的性质和实验方法运用于解题。在复习备考中要对元素及化合物的性质进行梳理, 从理论的角度进行深入分析、迁移和应用, 要重视物质的性质、实验基本操作、物质的分离提纯。与电化学相结合的试题具有很强的规律性和策略性, 在解题过程中需要不断总结、归纳, 利用所掌握的化学知识, 形成获取有用信息和加工处理信息的能力, 则可正确答题, 提高得分率。

(收稿日期: 2017-02-10)

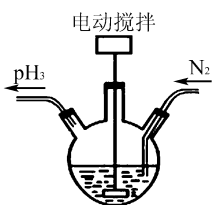


图2