

例析化学实验试题中实验的考查方式及解答策略

黑龙江省七台河市田家炳高级中学 154600 迟凌云

化学学科是以实验为基础的学科,化学实验在化学试题中占有极重要的位置,近几年来高考试题加强对化学实验的考查,试题以教材的实验为基础,进行拓展和延伸,以流程图、数据、图表和文字表述等方式呈现信息,注重对化学基本实验知识的考查,实验创新能力的考查,重视对学生实验操作能力的培养。现将近两年来化学实验的考查以例题形式进行分析。

一、以有机物制备为载体的实验,考查化学基本仪器、实验原理和实验基本操作

例 1 乙酸正丁酯是常用的食用香精。实验室用正丁醇和乙酸制备乙酸正丁酯的装置如图 1 所示(加热、搅拌和仪器固定装置均已略去),反应原理为:

$$\text{CH}_3\text{COOH} + \text{CH}_3\text{CH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{OH} \xrightarrow[\Delta]{\text{浓硫酸}} \text{CH}_3\text{COOCH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{CH}_3 + \text{H}_2\text{O}$$

有关物质的相关数据如表 1:

表 1

化合物	相对分子质量	密度/ $\text{g} \cdot \text{cm}^{-3}$	沸点/ $^{\circ}\text{C}$	溶解度 /100 g 水
正丁醇	74	0.80	118.0	9
冰醋酸	60	1.045	118.1	互溶
乙酸正丁酯	116	0.88	126.1	0.7

实验过程如下:

步骤 1: 制备乙酸正丁酯。在干燥的 50 mL 的仪器 A 中,加入 11.5 mL 正丁醇和 10.0 mL 冰醋酸(过量),再加入 2~3 滴浓硫酸。振荡混合均匀后加入 1~2 粒物质 B;然后安装分水器和回流冷凝管,并在分水器中加水至略低于支管口。加热回流,通过开关控制分水器中水层液面在原来高度。反应完毕,停止加热。

步骤 2: 产品提纯。将分水器中的酯层和 A 中的反应液合并,依次用 10 mL 水、10 mL 10% Na_2CO_3 溶液、10



图 1

mL 水、10 mL 水洗涤。洗涤干净后加入少量硫酸镁干燥,干燥后蒸馏收集,得 9.5 g 产品。

(1) 仪器 A 的名称是____;物质 B 是____(填名称)。

(2) 该实验中,使用分水器的目的是____。

(3) 步骤 1 中判断反应结束的现象是____。

(4) 反应时加热有利于提高酯的产率,但实际发现温度过高酯的产率反而降低可能的原因是____。

(5) 步骤 2 中从分液漏斗中得到酯的操作是____。

(6) 蒸馏收集乙酸正丁酯产品时,应将温度控制在____左右。

(7) 乙酸正丁酯的产率为____。

考查方式: 本题以合成乙酸正丁酯为载体考查化学实验知识,涉及仪器名称、反应原理、实验现象、分液操作、蒸馏和产率计算。

解答策略: 这道试题学生主要是观察试卷上的实验仪器及装置要细致,理解有机物制备的原理、结合有机物的性质才能正确叙述实验现象及混合物分离提纯的操作。

解析 (1) 仪器 A 是圆底烧瓶(答蒸馏烧瓶错误),为了防止反应混合物暴沸,应加入几粒沸石(或碎瓷片)。(2) 该制取反应属于可逆反应,故分水器的目的是及时分离出产物水,使化学平衡向生成酯的方向移动,提高酯的产率。(3) 分水器中不再有水珠下沉(或分水器中水层液面高度不再变化),表明酯化反应结束。(4) 温度过高,由于乙酸、正丁醇都易挥发,使产率降低,或因温度过高可能发生副反应使产率降低,如正丁醇在 140°C ,在浓硫酸催化下发生分子间脱水形成醚。(5) 酯的密度比水小,分层后产品在上层,故应打开分液漏斗活塞,让水层从分液漏斗下口流出,酯层从上部倒出。(6) 乙酸正丁酯的沸点是 126.1°C ,故控制此温度蒸馏最适宜。(7) 根据题意可知,醋酸过量,则正丁醇的质量: $0.80 \text{ g/mL} \times 11.5 \text{ mL} = 9.2 \text{ g}$;按反应关系,乙酸正丁酯的理论产量是 $9.2 \text{ g} \times 116/74 = 14.42 \text{ g}$,实际产量是 9.5 g,产率为: $9.5 \text{ g}/14.42 \text{ g} \times 100\% = 65.88\%$ 。

答案: (1) 圆底烧瓶 沸石(或碎瓷片) (2)

及时分离出产物水,使化学平衡向生成酯的方向移动,提高酯的产率 (3)分水器中不再有水珠下沉(或分水器中水层液面高度不再变化) (4)乙酸、正丁醇都易挥发,温度过高可能使乙酸、正丁醇大量挥发使产率降低、温度过高可能发生副反应使产率降低 (5)打开分液漏斗活塞,让水层从分液漏斗下口流出,酯层从分液漏斗上口倒出 (6)

126.1℃ (7)65.88%

二、以工艺(或实验)流程为背景,考查对工艺(或实验)流程的离子的检验、沉淀的洗涤、除杂方法等实验基本操作

例2 高纯氧化铁(α -Fe₂O₃)是现代电子工业的重要材料。实验室用硫铁矿烧渣(含 Fe₂O₃、FeO、SiO₂ 等)为原料制备高纯氧化铁的步骤如图2。

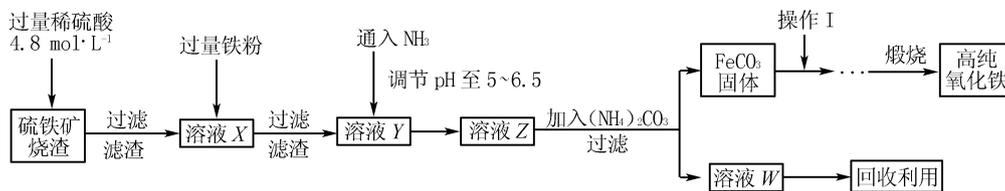


图2

试回答下列问题:

(1)实验室需 240 mL 4.8 mol/L 的硫酸溶液,进行配制,所用的玻璃仪器除胶头滴管、量筒、烧杯、玻璃棒和酸式滴定管外,还需(填写仪器名称)____; (2)溶液 X 中加入过量铁粉发生反应的离子方程式为____。 (3)简述如何检验溶液 Z 中的阴离子____。 (4)操作 I 的名称是____。列举 W 的一种用途____。 (5)某实验小组设计的氨气制备实验流程为:发生→净化→收集→尾气处理。请你用图3所示装置接口处的小写英文字母表示装置的连接顺序____。 (6)将多余的氨气分别通入水中或盐酸中,若得到 250 mL 0.1 mol/L 的 NH₃·H₂O 溶液或 NH₄Cl 溶液,请你设计实验,比较 NH₃·H₂O 的电离程度和 NH₄Cl 的水解程度大小。

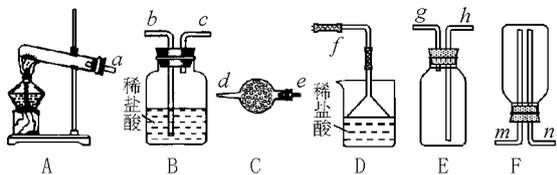


图3

考查方式:本题以高纯氧化铁的制备实验考查配制物质的量浓度的仪器,实验流程中离子的检验,沉淀的洗涤和实验仪器的连接。

解答策略:用元素化合物知识从混合物中分离、提纯出硫酸亚铁溶液,通入氨气调 pH 及沉淀剂碳酸铵的加入得到碳酸亚铁,煅烧得高纯氧化铁产物,结合氨气制备实验流程选择仪器,连接接口。

解析 (1)精确配制一定物质的量浓度的溶液肯定还要用到容量瓶,题中已指明配制的溶液体积为 240 mL,因此选用 250 mL 容量瓶。(2)溶液 X 中含有 Fe²⁺、Fe³⁺、H⁺,加入过量铁粉发生 Fe 与 Fe³⁺、H⁺ 的反应。(3)溶液 Z 中阴离子为 SO₄²⁻,可以用稀盐酸和 BaCl₂ 检验。(4)得到的 FeCO₃ 需要洗涤后再煅烧,因此操作 I 为洗涤。W 为 (NH₄)₂SO₄,可以用作化肥。(5)氨气的发生装置选择 A,净化装置选择 C,收集装置选择 E,尾气吸收装置选择 D。

答案:(1)250 mL 容量瓶 (2)2Fe³⁺ + Fe = 3Fe²⁺、Fe + 2H⁺ = Fe²⁺ + H₂↑ (3)取少量溶液 Z 于试管中,然后加入稀盐酸,无沉淀产生,再加入 BaCl₂ 溶液,有白色沉淀产生,证明有 SO₄²⁻ (4)洗涤 用作化肥(或其他合理答案) (5)a→e→d→h→g→f (6)常温下,将等物质的量浓度(0.1 mol·L⁻¹)、等体积的氨水、NH₄Cl 溶液混合,若混合液 pH>7,表明电离程度大于水解程度;否则电离程度小于水解程度。或用 pH 计分别测 25℃ 时 0.1 mol·L⁻¹ 氨水、NH₄Cl 溶液的 pH,然后比较 c(OH⁻) 和 c(H⁺),若 c(OH⁻)>c(H⁺) 表明电离程度大于水解程度;若 c(OH⁻)<c(H⁺) 表明电离程度小于水解程度。

三、以“实验设计探究”为题材,考查元素化合物知识、考查学生实验设计能力、实验探究能力、文字表达能力

例3 黄铜矿(CuFeS₂)是炼钢和炼铜的主要原

料。在高温下灼烧生成三氧化二铁和氧化亚铜。三氧化二铁和氧化亚铜都是红色粉末,常用作颜料。某学校化学兴趣小组通过实验来探究一红色粉末是 Fe_2O_3 、 Cu_2O 或两者的混合物。探究过程如下:

【查阅资料】 Cu_2O 是一种碱性氧化物,溶于稀硫酸生成 Cu 和 CuSO_4 ,在空气中加热生成 CuO 。

【提出假设】假设 1:红色粉末是 Fe_2O_3 。

假设 2:红色粉末是 Cu_2O 。

假设 3:红色粉末是 Fe_2O_3 和 Cu_2O 的混合物。

【设计探究实验】取少量粉末放入足量稀硫酸中,在所得溶液中再滴加 KSCN 试剂。

(1)若假设 1 成立,则实验现象是 _____。

(2)滴加 KSCN 试剂后溶液不变红色,某同学认为原固体粉末中一定不含三氧化二铁。你认为这种说法合理吗? _____。简述你的理由(不需写出反应的化学方程式): _____。

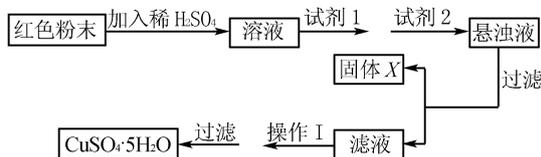
(3)若固体粉末完全溶解无固体存在,滴加 KSCN 试剂时溶液不变红色,则证明原固体粉末是 _____,写出发生的氧化还原反应的离子方程式: _____。

【探究延伸】(4)经实验分析,确定红色粉末为 Fe_2O_3 和 Cu_2O 的混合物。实验小组欲利用该红色粉末制取较纯净的胆矾($\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$)。经查阅资料得知,在溶液中通过调节溶液的酸碱性而使 Cu^{2+} 、 Fe^{2+} 、 Fe^{3+} 分别生成沉淀的 pH 如表 2:

表 2

物质	$\text{Cu}(\text{OH})_2$	$\text{Fe}(\text{OH})_2$	$\text{Fe}(\text{OH})_3$
开始沉淀时的 pH	6.0	7.5	1.4
沉淀完全时的 pH	13	14	3.7

实验小组设计如下实验方案:



①试剂 1 为 _____,试剂 2 为 _____。(填字母)

A. 氨水 B. H_2O_2 C. NaOH D. $\text{Cu}_2(\text{OH})_2\text{CO}_3$

②固体 X 的化学式为 _____。③操作 I 为 _____。

考查方式:本题以探究一红色粉末成分的实验考查元素化合物知识,考查提出假设、设计探究实验的原理、现象、分析解决问题的能力及从溶液中析出晶体(结晶水合物)的实验操作。

解答策略:首先要认真阅读试题,根据【查阅

资料】 Cu_2O 溶于稀硫酸生成 Cu 和 CuSO_4 ,加热生成 CuO 获得新信息,结合铁铜及其化合物的性质,分析【设计探究实验】的原理,得出探究一红色粉末成分的三种假设成立的现象,对【探究延伸】中 Cu^{2+} 、 Fe^{2+} 、 Fe^{3+} 分别生成沉淀的 pH 的信息进行加工,得出析出胆矾晶体的操作。

解析 (1)红色粉末是 Fe_2O_3 。溶于稀硫酸,滴加 KSCN 试剂,生成红色硫氰化铁。(2)不合理,若原固体粉末为 Fe_2O_3 和 Cu_2O 的混合物时,加入稀 H_2SO_4 后产生的 Fe^{3+} 与 Cu 反应生成 Fe^{2+} ,滴加 KSCN 溶液也不变红色。(3)若红色粉末是 Cu_2O ,加足量稀硫酸 $\text{Cu}_2\text{O} + 2\text{H}^+ = \text{Cu} + \text{Cu}^{2+} + \text{H}_2\text{O}$ 固体粉末不能完全溶解。所以红色粉末是 Fe_2O_3 和 Cu_2O 的混合物,加足量稀硫酸 $\text{Cu}_2\text{O} + 2\text{H}^+ = \text{Cu} + \text{Cu}^{2+} + \text{H}_2\text{O}$ $\text{Fe}_2\text{O}_3 + 6\text{H}^+ = 2\text{Fe}^{3+} + 3\text{H}_2\text{O}$ $2\text{Fe}^{3+} + \text{Cu} = 2\text{Fe}^{2+} + \text{Cu}^{2+}$ 。 Fe^{3+} 和 Cu 恰好反应,无固体存在,滴加 KSCN 试剂时溶液不变红色。(4) Cu^{2+} 、 Fe^{2+} 、 Fe^{3+} 生成沉淀的 pH 分别为 6.0、7.5、1.4,调节 pH,若 Fe^{2+} 开始沉淀时,则 Cu^{2+} 已经沉淀,因此要先将 Fe^{2+} 氧化为 Fe^{3+} , H_2O_2 还原产物为 H_2O ,不引进新杂质,所以①试剂 1 为 B. H_2O_2 。 $\text{Fe}^{3+} + 3\text{H}_2\text{O} \rightleftharpoons \text{Fe}(\text{OH})_3 + 3\text{H}^+$ 调节 pH,减少 H^+ 浓度,使 Fe^{3+} 完全沉淀,又不引进新杂质,所以试剂 2 为 D. $\text{Cu}_2(\text{OH})_2\text{CO}_3$ 。②过滤固体 X 为 $\text{Fe}(\text{OH})_3$,滤液为硫酸铜溶液,所以③从溶液中析出胆矾晶体的操作 I 为蒸发浓缩、冷却结晶。

答案:(1)固体完全溶解,溶液呈红色;(2)不合理;当原固体粉末为 Fe_2O_3 和 Cu_2O 的混合物时,加入稀 H_2SO_4 后产生的 Fe^{3+} 与 Cu 反应生成 Fe^{2+} ,滴加 KSCN 溶液后也可能不变红色;(3) Fe_2O_3 和 Cu_2O ; $\text{Cu}_2\text{O} + 2\text{H}^+ = \text{Cu} + \text{Cu}^{2+} + \text{H}_2\text{O}$ 、 $2\text{Fe}^{3+} + \text{Cu} = 2\text{Fe}^{2+} + \text{Cu}^{2+}$ (4)①B;D ② $\text{Fe}(\text{OH})_3$ ③蒸发浓缩、冷却结晶。

总之,新课程理念下的化学实验教学,应注重对近年来高考实验试题考查的特点进行研究,从试题中去领略试题考查的意图和命题方向,在教学中重视实验操作,有目的地培养学生的实验创新意识和实验探究能力,重视实验设计与评价,培养学生综合实验能力。做到有的放矢,提高实验教学效率。

(收稿日期:2014-03-05)