

## 江苏省宜兴中学高二化学小专题切口复习 描述实验操作及补充实验方案设计

### 一、物质制备类

**【例 1】** [2021 江苏卷]制备  $\text{MnO}_2$ 。 $\text{MnCO}_3$  经热解、酸浸等步骤可制备  $\text{MnO}_2$ 。 $\text{MnCO}_3$  在空气气流中热解得到三种价态锰的氧化物，锰元素所占比例( $\frac{\text{某价态锰的氧化物中锰元素质量}}{\text{锰元素总质量}} \times 100\%$ )

随热解温度变化的曲线如图 2 所示。已知： $\text{MnO}$  与酸反应生成  $\text{Mn}^{2+}$ ； $\text{Mn}_2\text{O}_3$  氧化性强于  $\text{Cl}_2$ ，加热条件下  $\text{Mn}_2\text{O}_3$  在酸性溶液中转化为  $\text{MnO}_2$  和  $\text{Mn}^{2+}$ 。

为获得较高产率的  $\text{MnO}_2$ ，请补充实验方案：取一定量  $\text{MnCO}_3$  置于热解装置中，通空气气流，\_\_\_\_\_

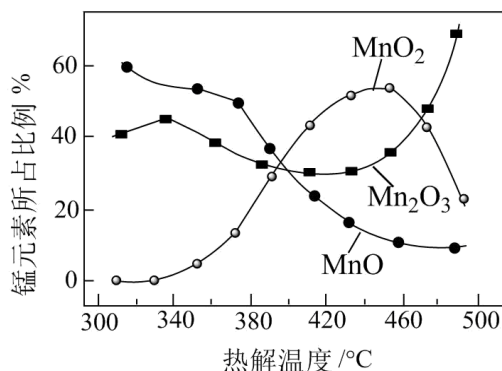
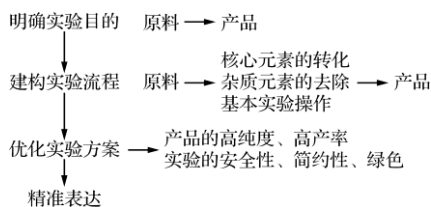


图 2

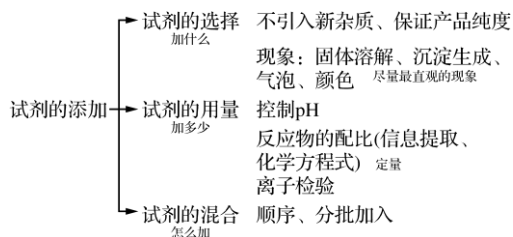
\_\_\_\_\_，固体干燥，得到  $\text{MnO}_2$ 。(可选用的试剂： $1\text{mol}\cdot\text{L}^{-1}\text{H}_2\text{SO}_4$  溶液、 $2\text{mol}\cdot\text{L}^{-1}\text{HCl}$  溶液、 $\text{BaCl}_2$  溶液、 $\text{AgNO}_3$  溶液)。

### 【解题策略】



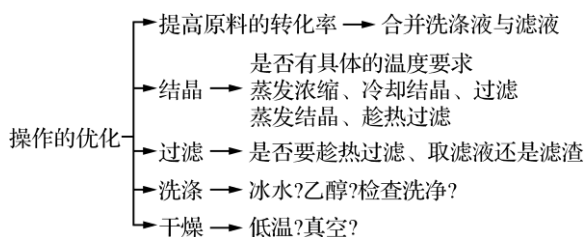
#### (1) 解题策略模型

(2) 思维过程：①固体制取溶液需要溶解，用什么试剂？②有杂质，如何除去？③每步设计的信息来源在哪？



#### (3) 试剂的添加

(4) 反应条件的控制-----酸碱性、温度、浓度等，从题干文字、图表信息、甚至通过计算等方法获取



#### (5) 实验操作的优化

(6) 规范答题：整个步骤设计会有多个环节，很多环节均是：①选什么试剂；②如何加：边搅拌，边加入……

(或在搅拌下加入……)；③加到……停止加入。如下描述：

搅拌下向溶液中滴加 (“适量”或“过量”或“少量”)某试剂(带题目所给浓度数值)，充分反应，至某现象(pH在某范围、或静置后在上层清液中继续滴加\*\*试剂，不出现\*\*现象为止，……)；

如果上一步骤出现沉淀则“过滤”(1分)；

过滤后：①如对滤液操作：蒸发浓缩(“至有大量晶体析出，在某温度下趁热过滤”或“至出现晶膜(或少量晶体出现)，冷却结晶，过滤”)，如果题目明确要求提高原料转化率则需对沉淀洗涤，并合并洗涤

滤液与原滤液；（“冰水”或“乙醇”等试剂）洗涤，（低温）干燥。②如过滤后取沉淀，一般需要对沉淀洗涤（可能要检验沉淀是否洗涤干净）后干燥。

## 二、定量制备类

**【例 2】** [2024 南京、盐城期末] 制取  $\text{Mn}_3\text{O}_4$ 。固定其他条件不变，反应物物质的量浓度比值、温度、空气流量对  $\text{MnSO}_4$  溶液制取  $\text{Mn}_3\text{O}_4$  纯度的影响如图 1、图 2、图 3 所示。

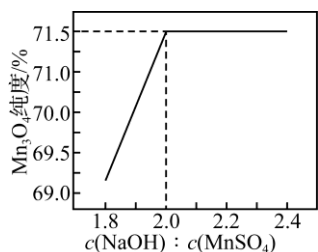


图 1

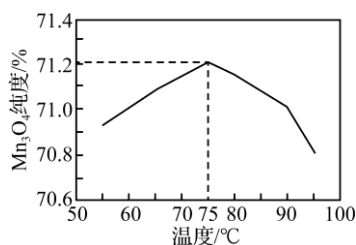


图 2

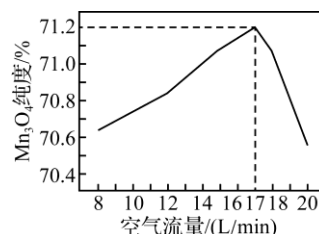


图 3

补充完整制取纯净  $\text{Mn}_3\text{O}_4$  的实验方案：取 50 mL 0.7 mol/L  $\text{MnSO}_4$  溶液，  
 \_\_\_\_\_，  
 控制搅拌速率 500 r/min 反应 8 h，  
 \_\_\_\_\_，  
 110 °C 干燥 2 h，得到纯净的  $\text{Mn}_3\text{O}_4$ （须使用的试剂：1.4 mol/L NaOH 溶液、1.0 mol/L  $\text{BaCl}_2$  溶液）。

## 三、定量测定实验类(教材中两个：“滴定实验”及“一定物质的量浓度溶液的配制”)

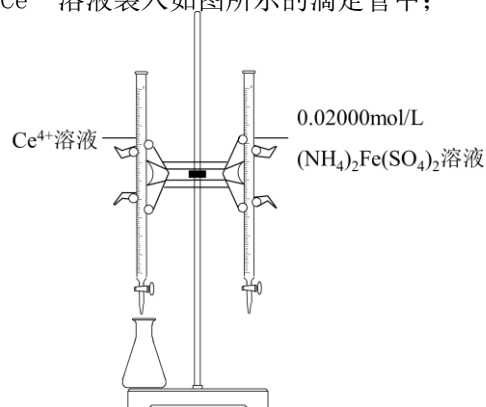
**【例 3】**[2022 江苏卷] 实验中需要测定溶液中  $\text{Ce}^{3+}$  的含量。已知水溶液中  $\text{Ce}^{4+}$  可用准确浓度的  $(\text{NH}_4)_2\text{Fe}(\text{SO}_4)_2$  溶液滴定，以苯代邻氨基苯甲酸为指示剂，滴定终点时溶液由紫红色变为亮黄色，滴定反应为

$\text{Fe}^{2+} + \text{Ce}^{4+} = \text{Fe}^{3+} + \text{Ce}^{3+}$ 。请补充完整实验方案：①准确量取 25.00 mL  $\text{Ce}^{3+}$  溶液

[ $c(\text{Ce}^{3+})$  约为  $0.2 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$ ]，加氧化剂将  $\text{Ce}^{3+}$  完全氧化并去除多余氧化剂后，用稀硫酸酸化，将溶液完全转移到 250 mL 容量瓶中后定容；

②按规定操作分别将  $0.02000 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1} (\text{NH}_4)_2\text{Fe}(\text{SO}_4)_2$  溶液和待测  $\text{Ce}^{4+}$  溶液装入如图所示的滴定管中；

③ \_\_\_\_\_  
 \_\_\_\_\_  
 \_\_\_\_\_  
 \_\_\_\_\_  
 \_\_\_\_\_。



## 四、物质检验类

**【例 4】** [2024 江苏卷] 贵金属银应用广泛。Ag 与稀硝酸制得  $\text{AgNO}_3$ ，常用于循环处理高氯废水。还原  $\text{AgCl}$ 。在  $\text{AgCl}$  沉淀中埋入铁圈并压实，加入足量 0.5 mol/L 盐酸后静置，充分反应得到 Ag。

为判断  $\text{AgCl}$  是否完全转化，补充完整实验方案：取出铁圈，搅拌均匀，取少量混合物过滤，\_\_\_\_\_

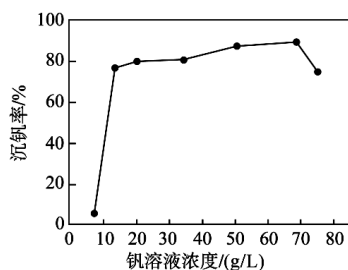
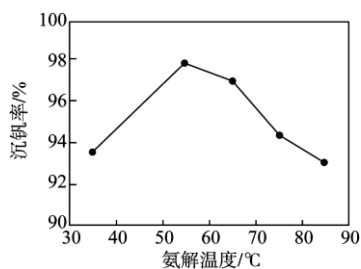
(实验中必须使用的试剂和设备：稀硝酸、AgNO<sub>3</sub> 溶液，通风设备)。

**【例 5】**[2025 扬州期末]将闪锌矿(主要含 ZnS、FeS)置于敞口容器中，加入硫酸浸取，边搅拌边通入 O<sub>2</sub>。请补充完整检测过滤所得固体中是否残留 ZnS 等难溶硫化物的实验方案：取少量浸取后过滤所得固体，加适量 CCl<sub>4</sub> 充分溶解，过滤，加热所得固体至 CCl<sub>4</sub> 完全挥发，

(实验须选用的试剂：饱和溴水，蒸馏水，BaCl<sub>2</sub> 溶液。已知：饱和溴水可将硫化物氧化为硫酸盐)。

#### 四、对照实验类

**【例 6】**制备 V<sub>2</sub>O<sub>5</sub>：VOCl<sub>3</sub> 与氨水沉钒生成 NH<sub>4</sub>VO<sub>3</sub>，NH<sub>4</sub>VO<sub>3</sub> 加热分解生成 V<sub>2</sub>O<sub>5</sub>。沉钒率与钒溶液浓度、氨解温度的关系如下图所示。



为确定较适宜的沉钒条件，请结合上图曲线，补充完整“探究氨水浓度对沉钒率的影响”的实验方案：

\_\_\_\_\_，使用专用仪器测定并计算沉钒率。(可供选择的试剂：50 g/L 的钒溶液、10 g/L 的钒溶液、25%的优级纯氨水、高纯水)

**【例 7】**[2025 江苏卷]海洋出水铁质文物表面会形成含氯 FeOOH 等凝结物，研究其形成原理和脱氯方法对保护文物意义重大。为比较含氯 FeOOH 在 NaOH 溶液与蒸馏水中浸泡的脱氯效果，请补充实验方案：取一定量含氯 FeOOH 模拟样品，将其分为两等份，

\_\_\_\_\_，比较滴加 AgNO<sub>3</sub> 溶液体积。

[K<sub>sp</sub>(AgCl)=1.8×10<sup>-10</sup>]，实验须遵循节约试剂用量的原则，必须使用的试剂：蒸馏水、0.5mol·L<sup>-1</sup>HNO<sub>3</sub> 溶液、0.5mol·L<sup>-1</sup>NaOH 溶液、0.5mol·L<sup>-1</sup>AgNO<sub>3</sub> 溶液]。

**答案:**

**【例 1】**加热到 450°C 充分反应一段时间,将固体冷却后研成粉末,边搅拌边加入一定量  $1\text{mol}\cdot\text{L}^{-1}$  稀  $\text{H}_2\text{SO}_4$ , 加热,充分反应后过滤,洗涤,直到取最后一次洗涤滤液加盐酸酸化的  $0.1\text{mol}\cdot\text{L}^{-1}$   $\text{BaCl}_2$  溶液不变浑浊

**【例 2】**边搅拌边向其中加入 50 mL  $1.4\text{mol/L}$   $\text{NaOH}$  溶液,并保持 75 °C 水浴加热,同时以 17 L/min 的流量向溶液中通入空气 静置过滤,用水洗涤,取最后一次洗涤滤液,向其中滴加  $1.0\text{mol/L}$   $\text{BaCl}_2$  溶液,无沉淀生成

**【例 3】**从装  $\text{Ce}^{4+}$  溶液的滴定管中准确放出 25.00 mL  $\text{Ce}^{4+}$  溶液于锥形瓶中,加入几滴指示剂苯代邻氨基苯甲酸,向锥形瓶中滴加  $0.02000\text{mol}\cdot\text{L}^{-1}$   $(\text{NH}_4)_2\text{Fe}(\text{SO}_4)_2$  溶液,边滴加边振荡锥形瓶至溶液颜色恰好由紫红色变为亮黄色,且 30s 内颜色不变,记录滴加  $(\text{NH}_4)_2\text{Fe}(\text{SO}_4)_2$  溶液的体积;重复以上操作 2~3 次。

**【例 4】**洗涤,直至向最后一次洗涤液中滴加  $\text{AgNO}_3$  溶液无白色沉淀生成为止,将滤渣放入烧杯中,打开通风设备,边搅拌边加入稀硝酸至无气泡产生,若固体完全溶解,则  $\text{AgCl}$  完全转化,反之,则  $\text{AgCl}$  未完全转化

解析:  $\text{AgCl}$  不溶于硝酸,向洗涤干净的滤渣中加入足量硝酸,充分搅拌,若滤渣全部溶解,则  $\text{AgCl}$  完全转化,反之,则  $\text{AgCl}$  未完全转化;向滤渣中加入硝酸之前,需要先用  $\text{AgNO}_3$  溶液检验滤渣已经洗涤干净,确保滤渣中不含  $\text{Cl}^-$ ,防止  $\text{Cl}^-$  重新转化为  $\text{AgCl}$  干扰实验,具体实验方案见答案。

**【例 5】**用蒸馏水洗涤浸取渣(1 分),至取最后一次洗涤滤液滴加  $\text{BaCl}_2$  溶液无白色沉淀生成(1 分)。将浸取渣加入足量饱和溴水中,充分反应(1 分)。取反应后的溶液滴加  $\text{BaCl}_2$  溶液,如果无白色沉淀生成(1 分),则无  $\text{ZnS}$  等难溶硫化物残留

**【例 6】**取三支试管分别加入 5mL 50g/L 的钒溶液,在第一支试管中加入 1mL 25%优级纯氨水和 4mL 高纯水,在第二支试管中加入 2mL 25%优级纯氨水和 3mL 高纯水,在第三支试管中加入 4mL 25%优级纯氨水和 1mL 高纯水,充分振荡混合均匀后同时放入 55°C 水浴中加热,反应相同时间,

**【例 7】**分别加入等体积(如 5mL)的  $0.5\text{mol}\cdot\text{L}^{-1}$   $\text{NaOH}$  溶液和蒸馏水至浸没样品,在室温下,搅拌、浸泡 30min;过滤,各取等量上层清液(如 2mL)置于两支小试管中,分别滴加 3mL  $0.5\text{mol}\cdot\text{L}^{-1}$   $\text{HNO}_3$  溶液酸化,再分别滴加  $0.5\text{mol}\cdot\text{L}^{-1}$   $\text{AgNO}_3$  溶液;记录每份上层清液中至出现  $\text{AgCl}$  白色沉淀时消耗的  $\text{AgNO}_3$  溶液体积