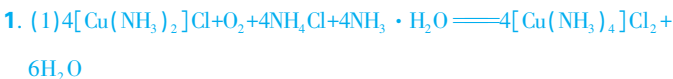


## 大题专练 4 化学实验综合

### 刷题型

#### 刷题型 A



(2) ①及时排出生成的  $\text{NH}_3$ , 增大  $\text{Cu}_2(\text{OH})_2\text{CO}_3$  的产率 ②防止倒吸 ③取少量最后一次洗涤滤液于试管中, 滴加硝酸酸化的硝酸银溶液, 若无白色沉淀产生, 则洗涤干净, 若有沉淀, 则未洗净

(3) 加入稍过量  $1.0 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$  盐酸, 搅拌, 至沉淀不再溶解, 过滤, 向滤液中逐滴加入稍过量浓氨水, 至生成的沉淀不再溶解, 过滤

(4) 64.29

**考查点** ▶ 化学方程式的书写、实验方案的设计、常见无机物的制备、物质组成或物质纯度的测定

#### 思路分析

一定量蚀刻废液和稍过量的  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  溶液加入三颈烧瓶中, 在搅拌下加热并通入空气, 待产生大量沉淀时停止加热, 冷却、过滤、洗涤, 得到  $\text{Cu}_2(\text{OH})_2\text{CO}_3$  固体, 反应会生成氨气, 装置 X 空载, 可作为安全瓶。

**【解析】** (1) 当通入空气后, 即可恢复其蚀刻能力, 说明  $[\text{Cu}(\text{NH}_3)_2]\text{Cl}$  被氧气氧化为  $[\text{Cu}(\text{NH}_3)_4]\text{Cl}_2$ , 化学方程式:  $4[\text{Cu}(\text{NH}_3)_2]\text{Cl} + 4\text{NH}_4\text{Cl} + \text{O}_2 + 4\text{NH}_3 \cdot \text{H}_2\text{O} \longrightarrow 4[\text{Cu}(\text{NH}_3)_4]\text{Cl}_2 + 6\text{H}_2\text{O}$ 。

(2) ①蚀刻废液含有铵根离子, 加入稍过量的  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  溶液会产生氨气, 故通入空气, 除了使  $[\text{Cu}(\text{NH}_3)_2]\text{Cl}$  被氧化, 还可以及时排出生成的  $\text{NH}_3$ , 增大  $\text{Cu}_2(\text{OH})_2\text{CO}_3$  的产率。

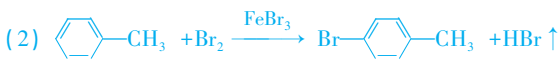
②实验中有氨气生成, 氨气极易溶于水, 发生倒吸, 所以图中装置 X 的作用是防止倒吸。

③蚀刻废液含有大量的氯离子, 且不参加反应, 会附着在沉淀上, 因此检验洗涤液中是否存在氯离子即可证明沉淀是否洗净。

(3) 生产印刷线路板所用的蚀刻液成分为  $[\text{Cu}(\text{NH}_3)_4]\text{Cl}_2$ 、 $\text{NH}_4\text{Cl}$ 、 $\text{NH}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$  等, 则铜精炼炉渣中的  $\text{SiO}_2$  及  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  需要除去,  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  可溶于盐酸,  $\text{SiO}_2$  不溶, 过滤即可除去  $\text{SiO}_2$ , 再加入浓氨水, 发生转化:  $\text{Cu}^{2+} \rightarrow \text{Cu}(\text{OH})_2 \rightarrow [\text{Cu}(\text{NH}_3)_4]^{2+}$ 、 $\text{Fe}^{3+} \rightarrow \text{Fe}(\text{OH})_3$ , 过滤即可除去  $\text{Fe}(\text{OH})_3$ 。

(4) 根据  $2\text{Cu}^{2+} + 4\text{I}^- \longrightarrow \text{CuI} \downarrow + \text{I}_2$ 、 $2\text{S}_2\text{O}_3^{2-} + \text{I}_2 \longrightarrow \text{S}_4\text{O}_6^{2-} + 2\text{I}^-$  得关系式  $2\text{Cu}^{2+} \sim \text{I}_2 \sim 2\text{S}_2\text{O}_3^{2-}$ , 反应消耗  $1.000 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$  的  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  溶液的体积为  $40.00 \text{ mL}$ ,  $n(\text{Cu}^{2+}) = 1.000 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1} \times 40 \times 10^{-3} \text{ L} = 0.04 \text{ mol}$ , 根据 Cu 元素守恒有:  $n(\text{Cu}_2\text{O}) + n(\text{CuO}) = 0.04 \text{ mol}$ ,  $n(\text{Cu}_2\text{O}) \times 144 \text{ g} \cdot \text{mol}^{-1} + n(\text{CuO}) \times 80 \text{ g} \cdot \text{mol}^{-1} = 4.480 \text{ g}$ , 则  $n(\text{Cu}_2\text{O}) = n(\text{CuO}) = 0.02 \text{ mol}$ , 产品中  $\text{Cu}_2\text{O}$  的纯度为  $\frac{0.02 \text{ mol} \times 144 \text{ g} \cdot \text{mol}^{-1}}{4.480 \text{ g}} \times 100\% \approx 64.29\%$ 。

2. (1) a B



(3) 吸收 HBr 气体中的  $\text{Br}_2$  和甲苯蒸气 C 中产生淡黄色沉淀

(4) BAECDF 80

(5) 分层 冷凝回流



**考查点** ▶ 物质组成或物质纯度的测定、有机物制备的实验

### 思路分析

I. 装置 A 中甲苯与溴单质发生取代反应, 生成对溴甲苯和 HBr, 催化剂为  $\text{FeBr}_3$ 。通过装置 B 吸收挥发的溴和甲苯蒸气后, 生成的气体进入装置 C 中, 硝酸银溶液用于检验溴化氢, 装置 D 吸收多余的 HBr, 防止污染环境。

**【解析】**(1) 冷凝管中冷凝水下进上出冷凝效果好, 则冷凝水从 a 口进; 实验过程中使用了 40 mL 甲苯 (约为 0.38 mol) 和 30 mL 液溴 (约为 0.58 mol), 总体积为 70 mL, 三颈烧瓶中的液体体积一般要小于容积的  $\frac{2}{3}$ 、大于容积的  $\frac{1}{3}$ , 则选用的仪器 M 的最合理规格为 200 mL。

(3) 由于 HBr 中可能混有挥发的溴, 为防止对 HBr 的检验造成干扰, 将混合气体通入四氯化碳除去  $\text{Br}_2$ , 同时吸收甲苯蒸气; 装置 C 中有淡黄色沉淀 (即  $\text{AgBr}$ ) 生成时, 说明反应生成了 HBr, 即该反应是取代反应而不是加成反应。

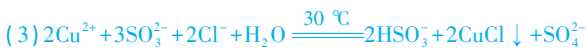
(4) 最后得到对溴甲苯 51.98 g, 实验过程中使用了 40 mL 甲苯 (约为 0.38 mol) 和 30 mL 液溴 (约为 0.58 mol), 理论上生成 0.38 mol 对溴甲苯, 则该实验的产率为  $\frac{51.98 \text{ g}}{0.38 \text{ mol} \times 171 \text{ g} \cdot \text{mol}^{-1}} \times 100\% \approx 80\%$ 。

(5) 甲苯不溶于水会分层, 反应生成的苯甲酸钾易溶于水, 所以装置中液体不再分层, 说明甲苯完全反应; 装置 e 能冷凝回流甲苯蒸气, 防止甲苯挥发而降低产品产率。

(6) 反应后混合物中含有氢氧化钾, 亚硫酸氢钠有还原性, 能还原高锰酸钾生成二氧化锰、硫酸钾和水, 则其反应的离子方程式为  $2\text{MnO}_4^- + 3\text{HSO}_3^- + \text{OH}^- \longrightarrow 2\text{MnO}_2 \downarrow + 3\text{SO}_4^{2-} + 2\text{H}_2\text{O}$ 。

### 3. (1) 恒压滴液漏斗

(2) 5.0



(4) 当  $1.5 < n(\text{NaCl}) : n(\text{CuSO}_4) < 1.9$  时,  $c(\text{Cl}^-)$  增大, 平衡  $\text{CuCl}(s) + 2\text{Cl}^-(aq) \rightleftharpoons [\text{CuCl}_3]^{2-}(aq)$  向生成  $[\text{CuCl}_3]^{2-}$  的方向移动, CuCl 产率降低



(6) 在  $30^\circ\text{C}$  水浴条件下, 向三颈烧瓶中加入 40 mL  $0.2000 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1} \text{Na}_2\text{SO}_3$  溶液和 45 mL  $0.2000 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1} \text{NaCl}$  溶液, 充分反应至不再产生沉淀, 过滤, 用蒸馏水洗涤, 至取最后一次洗涤滤液加入  $\text{BaCl}_2$  溶液无浑浊产生, 再用无水乙醇洗涤, 用真空干燥箱干燥

**考查点** ▶ 化学反应条件的选择及分析、离子方程式的书写、化学实验方案的设计与评价、物质制备的探究

**【解析】**(1) 根据图甲装置特点可知, 盛放  $\text{Na}_2\text{SO}_3$  溶液的仪器名

称为恒压滴液漏斗。

(2) 用  $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$  固体配制 90 mL  $0.2000 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1} \text{CuSO}_4$  溶液时, 由于容量瓶的规格没有 90 mL, 因此需要使用 100 mL 的容量瓶, 所需  $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$  固体质量为  $100 \times 10^{-3} \text{ L} \times 0.2000 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1} \times 250 \text{ g} \cdot \text{mol}^{-1} = 5.0 \text{ g}$ 。

(3) 根据图乙可知, 溶液 pH 约为 4 时, 主要存在的微粒是亚硫酸氢根离子, 该过程发生的离子方程式为  $2\text{Cu}^{2+} + 3\text{SO}_3^{2-} + 2\text{Cl}^- + \text{H}_2\text{O} \xrightarrow{30^\circ\text{C}} 2\text{HSO}_3^- + 2\text{CuCl} \downarrow + \text{SO}_4^{2-}$ 。

(4) 当  $1.0 < n(\text{NaCl}) : n(\text{CuSO}_4) \leq 1.5$  时, 适当增大  $c(\text{Cl}^-)$ , 有利于平衡  $\text{Cu}^+(\text{aq}) + \text{Cl}^-(\text{aq}) \rightleftharpoons \text{CuCl}(\text{s})$  向正反应方向移动,  $\text{CuCl}$  产率增大; 当  $1.5 < n(\text{NaCl}) : n(\text{CuSO}_4) < 1.9$  时,  $c(\text{Cl}^-)$  增大, 平衡  $\text{CuCl}(\text{s}) + 2\text{Cl}^-(\text{aq}) \rightleftharpoons [\text{CuCl}_3]^{2-}(\text{aq})$  向生成  $[\text{CuCl}_3]^{2-}$  的方向移动,  $\text{CuCl}$  产率减小。

(5) 根据题意, 当滤渣表面有水时,  $\text{CuCl}$  被空气氧化为  $\text{Cu}_2(\text{OH})_3\text{Cl}$ , 说明有水参与反应, 则反应的化学方程式为  $4\text{CuCl} + \text{O}_2 + 4\text{H}_2\text{O} = 2\text{Cu}_2(\text{OH})_3\text{Cl} + 2\text{HCl}$ 。

(6) 结合题图丙, 为获得较高产率的  $\text{CuCl}$ , 三种反应物的最佳配比为  $n(\text{CuSO}_4) : n(\text{Na}_2\text{SO}_3) : n(\text{NaCl}) = 1 : 1.33 : 1.5$ , 实验操作为向三颈烧瓶中加入 30 mL  $0.2000 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1} \text{CuSO}_4$  溶液, 则需加入 40 mL  $0.2000 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1} \text{Na}_2\text{SO}_3$  溶液和 45 mL  $0.2000 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1} \text{NaCl}$  溶液。

## 刷题型 B

### 4. (1) 使溶液中二氧化碳气体逸出

(2)  $\text{CaCl}_2 + \text{H}_2\text{O}_2 + 2\text{NH}_3 \cdot \text{H}_2\text{O} + 6\text{H}_2\text{O} = \text{CaO}_2 \cdot 8\text{H}_2\text{O} \downarrow + 2\text{NH}_4\text{Cl}$

(3) 温度过低不能有效烘干, 高于  $140^\circ\text{C}$  会使  $\text{CaO}_2$  受热分解

(4) 边搅拌边滴加  $0.03 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$  氢氧化钠溶液, 至溶液变为深蓝色, 将溶液置于冰水浴中, 边搅拌边加入 3% 过氧化氢溶液至产生黄褐色沉淀, 停止搅拌, 静置, 向上层清液中滴加 3% 过氧化氢溶液至无沉淀生成

(5) 96% (计算过程见解析)

**考查点** ▶ 物质制备方案的设计、碘量法的应用及相关计算

**【解析】** (1) 碳酸钙和稀盐酸生成二氧化碳, “煮沸”的目的是使溶液中二氧化碳气体逸出, 防止沉淀时生成碳酸钙杂质。

**关键点**

(2) “沉淀”反应为氯化钙和一水合氨、过氧化氢生成  $\text{CaO}_2 \cdot 8\text{H}_2\text{O}$  沉淀和氯化铵, 化学方程式为  $\text{CaCl}_2 + \text{H}_2\text{O}_2 + 2\text{NH}_3 \cdot \text{H}_2\text{O} + 6\text{H}_2\text{O} = \text{CaO}_2 \cdot 8\text{H}_2\text{O} \downarrow + 2\text{NH}_4\text{Cl}$ 。

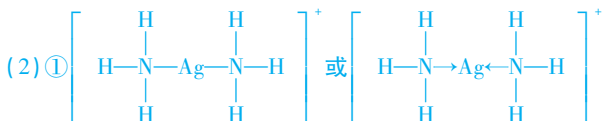
(4) 氢氧化钠和氯化铵能生成一水合氨, 一水合氨能和铜离子转化为深蓝色  $[\text{Cu}(\text{NH}_3)_4]^{2+}$ , 由此可设计由胆矾制备过氧化铜的实验步骤。

(5) 根据得失电子守恒、电荷守恒, 过氧化铜和碘离子的反应为  $2\text{CuO}_2 + 8\text{I}^- + 8\text{H}^+ = 2\text{CuI} + 3\text{I}_2 + 4\text{H}_2\text{O}$ , 结合反应  $\text{I}_2 + 2\text{S}_2\text{O}_3^{2-} = 2\text{I}^- + \text{S}_4\text{O}_6^{2-}$ , 存在关系:  $2\text{CuO}_2 \sim 3\text{I}_2 \sim 6\text{S}_2\text{O}_3^{2-}$ , 则产品中  $\text{CuO}_2$  的纯

度为  $\frac{0.1000 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1} \times 0.030 \text{ L} \times \frac{2}{6} \times 96 \text{ g} \cdot \text{mol}^{-1}}{0.1000 \text{ g}} \times 100\% = 96\%$ 。

### 5. (

③减小空气通入速率,使空气中的 HCHO 被充分吸收



②AgNO<sub>3</sub> 溶液 ③向其中加入稍过量的稀盐酸充分反应,过滤、洗涤滤渣,将滤渣转移至烧杯中,打开通风设备,向滤渣中加入稍过量的 10 mol · L<sup>-1</sup> 的 HNO<sub>3</sub> 溶液至固体完全溶解

**考查点** ▶ 甲醛与强氧化剂反应的相关计算、配合物的结构与性质、制备实验方案的设计

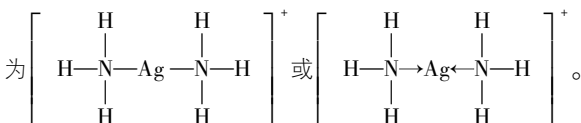
**【解析】**(1) ①甲醛和酸性高锰酸钾溶液反应过程中有 CO<sub>2</sub> 逸出,甲醛被氧化,MnO<sub>4</sub><sup>-</sup> 被还原生成 Mn<sup>2+</sup>,A 中发生反应的离子方程式为 5HCHO+4MnO<sub>4</sub><sup>-</sup>+12H<sup>+</sup>====4Mn<sup>2+</sup>+5CO<sub>2</sub> ↑+11H<sub>2</sub>O。

②40.00 mL 0.000 1 mol · L<sup>-1</sup> KMnO<sub>4</sub> 溶液中 KMnO<sub>4</sub> 物质的量为 0.04 L×0.000 1 mol · L<sup>-1</sup>=4×10<sup>-6</sup> mol,由反应方程式可得关系式:5HCHO~4MnO<sub>4</sub><sup>-</sup>。若 1 L 待测空气中含有 2.5×10<sup>-6</sup> mol 甲醛,可以消耗  $n(\text{KMnO}_4) = \frac{4}{5} \times 2.5 \times 10^{-6} \text{ mol} = 2 \times 10^{-6} \text{ mol}$ ,则至少

将“步骤 II”进行 2 次才能消耗完高锰酸钾,使溶液褪色。

③图中用毛细管代替玻璃导管,其目的是减小空气通入速率,使空气中的 HCHO 被充分吸收。

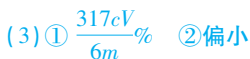
(2) ①[Ag(NH<sub>3</sub>)<sub>2</sub>]<sup>+</sup> 中银离子提供空轨道,NH<sub>3</sub> 中 N 原子提供孤电子对,形成配位键,NH<sub>3</sub> 内 N 和 H 间存在共价键,其结构式



②硝酸银溶液中滴加氨水生成 AgOH 白色沉淀,其不稳定,快速转化为黑色 Ag<sub>2</sub>O 沉淀,加入过量氨水沉淀溶解,得到银氨溶液,故仪器 A 中为 AgNO<sub>3</sub> 溶液。



(2) 直形冷凝管 冷凝并收集未反应完的 CCl<sub>4</sub> COCl<sub>2</sub>+4NaOH====Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>+2NaCl+2H<sub>2</sub>O B、C 之间导管易堵塞;E、F 之间无干燥装置



**考查点** ▶ 实验方案设计与评价、滴定计算及误差分析

**思路分析**

三氯化铬易潮解,高温下易被氧化,因此反应前需要除去装置内的空气,先通入氮气,氮气通过浓硫酸干燥后通入装置 A 中,除去装置中原有的空气,随后水浴加热装置 A 使四氯化碳汽化进入装置 B 中,CCl<sub>4</sub> 与 Cr<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 反应生成 CrCl<sub>3</sub> 和 COCl<sub>2</sub>,未反应的四氯化碳经过冷凝后在 E 中收集,生成的 COCl<sub>2</sub> 被 NaOH 溶液吸收。

**【解析】**(1) 在装置 B 中发生的反应为  $\text{Cr}_2\text{O}_3 + 3\text{CCl}_4 \xrightarrow{650\text{ }^\circ\text{C}} 2\text{CrCl}_3 + 3\text{COCl}_2$ 。反应前,应先将装置内空气排出(e),之后对其进行预加热(f),再将 K<sub>3</sub> 关闭,对双颈烧瓶进行水浴加热,使四氯化碳气体从 K<sub>2</sub> 进入反应装置 B(b)。同时对硬质玻璃管继续

加热,使反应进行(a)。待装置 B 中反应结束后,停止加热(c),待装置 E 中无液滴滴下时,停止通入冷凝水(d),为使装置内的  $\text{COCl}_2$  气体全部排出,仍需继续通入氮气。

(2) 装置 D 为直形冷凝管,装置 D、E 的作用是为了冷凝并收集未反应完的  $\text{CCl}_4$ 。 $\text{COCl}_2$  与水反应得到的酸性气体为  $\text{CO}_2$  和  $\text{HCl}$ ,故其与氢氧化钠溶液的反应为  $\text{COCl}_2 + 4\text{NaOH} \longrightarrow \text{Na}_2\text{CO}_3 + 2\text{NaCl} + 2\text{H}_2\text{O}$ 。由于 B、C 之间的导管较细,气流可能会将  $\text{Cr}_2\text{O}_3$  粉末带入导管内,导致其堵塞; $\text{CrCl}_3$  易潮解,E、F 间需要增加一个干燥装置。

(3) ①先让足量的过氧化钠和三氯化铬反应,离子方程式为  $2\text{Cr}^{3+} + 3\text{Na}_2\text{O}_2 + 4\text{OH}^- \longrightarrow 2\text{CrO}_4^{2-} + 6\text{Na}^+ + 2\text{H}_2\text{O}$ ;再让碘化钾去还原生成的  $\text{CrO}_4^{2-}$ ,用硫代硫酸钠滴定反应生成的碘单质,根据物料及得失电子守恒可得关系式:  $2\text{Cr}^{3+} \sim 2\text{CrO}_4^{2-} \sim 3\text{I}_2 \sim 6\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ ,则 25 mL 的样品溶液中的  $n(\text{Cr}^{3+}) = \frac{1}{3}n(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = \frac{1}{3} \times cV \times$

$10^{-3} \text{ mol}$ ,  $m \text{ g}$  样品中  $n(\text{Cr}^{3+}) = \frac{1}{3}cV \times 10^{-2} \text{ mol}$ ,可得样品中  $\text{CrCl}_3$

的质量分数为  $\frac{\frac{1}{3}cV \times 10^{-2} \text{ mol} \times 158.5 \text{ g} \cdot \text{mol}^{-1}}{m \text{ g}} \times 100\% = \frac{317cV}{6m}\%$ 。

②若滴定达终点时发现滴定管尖嘴内有气泡生成,则滴定终点读取的标准液体积(V)偏小,测定结果偏小。

## 7. (1) ① $3\text{O}_2 + 4\text{AlI}_3 + 12\text{Ag} \longrightarrow 2\text{Al}_2\text{O}_3 + 12\text{AgI}$ ② 银

(2) ①溶液由紫红色恰好变为无色,将烧瓶内混合物过滤,打开通风设备,在蒸发皿内蒸发浓缩至出现晶膜,冷却结晶,过滤,用冷的正己烷洗涤,真空干燥 ②取少量粗产品置于少量冷的正己烷中充分搅拌,静置后,取少量上层清液,向其中滴加淀粉溶液,观察液体是否变蓝,若变蓝则其中混有碘单质,反之则没有

(3) ①水洗 待装溶液润洗 ②99.73% (计算过程见解析)

**突破点** ▶ 沉淀滴定原理的应用、原电池反应式书写、实验方案的设计、滴定相关操作与滴定计算

### 思路分析

$\text{Ag}$  电极(负极)上, $\text{Ag}$  失电子生成  $\text{Ag}^+$ ,电极反应为  $\text{Ag} - \text{e}^- \longrightarrow \text{Ag}^+$ ,  $\text{O}_2$  通过聚四氟乙烯膜与碘化铝反应生成  $\text{Al}_2\text{O}_3$  和  $\text{I}_2$  ( $4\text{AlI}_3 + 3\text{O}_2 \longrightarrow 2\text{Al}_2\text{O}_3 + 6\text{I}_2$ ),  $\text{I}_2$  在多孔石墨电极发生还原反应生成  $\text{I}^-$ ,  $\text{I}^-$  与  $\text{Ag}^+$  生成  $\text{AgI}$ ,电极反应为  $\text{I}_2 + 2\text{e}^- + 2\text{Ag}^+ \longrightarrow 2\text{AgI}$ 。0.2 mol 过量的  $\text{Al}$  和 0.1 mol  $\text{I}_2$ 、正己烷加热回流得混合物,过滤除去未反应完的  $\text{Al}$ ,滤液经过浓缩、结晶、过滤、洗涤、干燥得  $\text{AlI}_3$  粗产品。

### 关键点

**【解析】**(1) ①根据思路分析,结合两电极得失电子守恒可知,总反应式为  $3\text{O}_2 + 4\text{AlI}_3 + 12\text{Ag} \longrightarrow 2\text{Al}_2\text{O}_3 + 12\text{AgI}$ ;②充电时, $\text{Ag}$  电极为阴极,与电源负极相连, $\text{Ag}^+$  移向  $\text{Ag}$  电极(阴极)。

(2) ① $\text{Al}$  过量, $\text{I}_2$  完全反应,故加热回流至溶液由紫红色恰好变为无色,将三颈烧瓶内混合物过滤(除去过量的  $\text{Al}$ ),打开通风设备,在蒸发皿内蒸发浓缩至出现晶膜,冷却结晶,过滤,用冷的正己烷洗涤,真空干燥得粗产品。

### 关键点

②可用淀粉溶液检验碘单质,故取少量粗产品置于少量冷的正己烷中充分搅拌,静置后,取少量上层清液,向其中滴加淀粉溶液,观察液体是否变蓝,若变蓝则其中混有碘单质,反之则没有。

(3)①滴定管使用前需检漏,再用水洗涤,并用待装液润洗 2~3 次,再装液。

②由滴定反应可得关系式:  $n(\text{I}^-) = n(\text{Ag}^+) - n(\text{SCN}^-)$ , 则 25.00 mL 待测溶液中,  $n(\text{I}^-) = 4.000 \times 10^{-2} \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1} \times 0.025 \text{ L} - 1.000 \times 10^{-2} \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1} \times 0.025 \text{ L} = 7.48 \times 10^{-4} \text{ mol}$ , 则样品中  $\text{AlI}_3$

$$\text{的纯度 } w(\text{AlI}_3) = \frac{\frac{1}{3} \times 7.48 \times 10^{-4} \text{ mol} \times 10 \times 408 \text{ g} \cdot \text{mol}^{-1}}{1.0200 \text{ g}} \times 100\% =$$

99.73%。

**易错警示** 滴定计算中,容易忽略“配”的体积与“取”的体积之间的关系,造成错解。滴定计算一般要多次滴定取平均数,所以“配”和“取”的 10 倍关系更符合实际实验操作。