

文本学习

“文本学习”是将所有的化学实验内容以文本形式呈现的授课内容。此学习方式将与视频课堂的内容完全一致，确保学习的方便性与快捷性。实验室的安全有序管理是实验工作正常进行的基本保证。凡进入实验室工作、学习的人员，必须遵守实验室有关要求。进一步完善和掌握化学实验的整体知识。

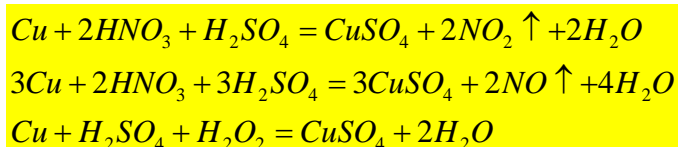
第五章 水合硫酸铜的合成

一. 学习目的

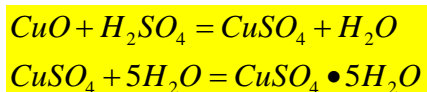
1. 掌握实验室由 CuO 制备胆矾的方法及原理
2. 熟悉水浴加热、蒸发浓缩、结晶和减压抽滤等基本操作及注意事项
3. 学习重结晶法提纯物质的原理和方法

二. 实验原理

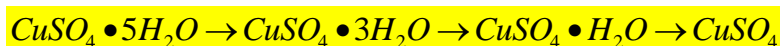
铜属于不活泼金属，不能用非氧化性酸直接反应制备其盐。工业上采用在高温下把铜灼烧成氧化铜，再与酸作用生成铜盐。实验室常采用浓硝酸或过氧化氢作氧化剂制备铜盐。浓硝酸作氧化剂时，反应过程中会产生有毒的氮的氧化物(NO 和 NO₂)，污染环境，反应需在通风橱内进行，过氧化氢作氧化剂时，反应速率慢且成本较高。



本实验以氧化铜代替单质铜，与稀硫酸反应制备水合硫酸铜，操作步骤简单，环境友好，反应如下：



五水合硫酸铜为蓝色晶体，受热时随温度升高逐步失去结晶水，在 260℃左右，失去全部结晶水得无水硫酸铜白色粉末。



三. 仪器与材料

1. 仪器

托盘天平、煤气灯、烧杯、量筒、蒸发皿、抽滤装置、三脚架、三脚架、石棉网、滤纸、滴管、搅拌棒

2. 试剂

CuO 粉末、稀硫酸 ($3 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$)、乙醇 (95%)

四. 实验预习

沉淀（晶体）的分离与洗涤，沉淀（晶体）与溶液的分离方法一般有三种：倾析法，过滤法和离心分离法。

1. 倾析法

沉淀（晶体）的相对密度较大或晶体的颗粒较大，静止后能很快沉降于容器底部时，常用倾析法进行分离和洗涤。

倾析法操作的要点是：先静置，不要搅动沉淀，待沉淀完全沉降后，将沉淀上部的清液沿玻璃棒缓慢地倾入另一容器（如烧杯）中，让沉淀留在烧杯内，从而使沉淀与溶液分离。如需洗涤时，可在转移完清液后加入少量洗涤剂充分搅拌，待沉淀沉降后再用倾析法，倾去清液，如此重复操作2~3次，即能将沉淀洗净。

2. 过滤法

过滤法是最常用的固液分离方法。当溶液和沉淀的混合物通过过滤器（如滤纸）时，沉淀留在过滤器上，溶液则通过过滤器进入容器中，过滤后所得溶液称为滤液。

溶液的粘度、温度、过滤时的压力及沉淀物的状态等都会影响过滤速度。溶液的粘度越大，过滤速度越慢。通常热的溶液粘度小，比冷溶液容易过滤。减压过滤因产生负压比在常压下过滤快。如果沉淀是胶状的，可在过滤前加热，将胶体破坏，将其聚沉，以免胶体沉淀透过滤纸。

常用的过滤方法有常压过滤、减压过滤和热过滤三种。

① 常压过滤

在常压下用普通漏斗和滤纸过滤的方法称为常压过滤法。当沉淀物为胶体或微细的晶体时，用此法过滤较好，其缺点是过滤速度较慢。常压过滤操作应遵循“一贴、二低、三靠”的原则。完成常压过滤需要以下几个步骤：

a. 滤纸的选择。滤纸分为定性和定量两种。在物质制备和定性实验中常用定性滤纸，在重量分析实验中常用定量滤纸，实验时应根据需要进行选用。滤纸按孔隙大小分为“快速”、“中速”、和“慢速”三种，按直径大小分为7 cm、9 cm、11 cm等几种。根据沉淀的性质选择滤纸的类型，细晶形沉淀（如 BaSO_4 ），应选用“慢速”滤纸；粗晶形沉淀（如 NH_4MgPO_4 ），宜选用“中速”滤纸；而对于胶体沉淀（如 $\text{Fe}_2\text{O}_3 \cdot n\text{H}_2\text{O}$ ），需选用“快速”滤纸。根据沉淀量的多少选择滤纸的

大小，一般要求沉淀的总体积不得超过滤纸锥体高度的1/3。滤纸的大小还要与漏斗的大小相适应，滤纸放入漏斗后，其边缘应比漏斗边缘低约0.5~1 cm。

b. 漏斗的选择。普通玻璃漏斗按口径大小分为30 mm、40 mm、60 mm、100 mm、120 mm等几种。使用时应根据溶液体积来选择口径适当的漏斗。普通玻璃漏斗锥角为60°，分为长颈和短颈两种，长颈漏斗的颈长为15~20 cm。在热过滤时，必须用短颈漏斗；在重量分析时，必须使用长颈漏斗。

c. 滤纸的折叠与安放。标准的漏斗应具有60°的圆锥角，但有一些漏斗并非正好60°，因此，在过滤以前应按下述方法折叠并安放好滤纸。用洁净干燥的手将滤纸叠成圆锥形：先把滤纸整齐地对折，然后再对折，为保证滤纸与漏斗密合，第二次对折暂时不要折死。将圆锥体打开放入漏斗（此时漏斗应干燥洁净），如果滤纸与漏斗不完全密合，可稍微改变滤纸的折叠角度直到完全密合。此时可把第二次的折边折死，展开滤纸锥体一边为三层，另一边为一层。为了使滤纸和漏斗内壁贴紧而无气泡，常在三层滤纸那边的折角处（外两层）依次撕去一小角，这样可以使此处的内层滤纸更好地贴紧漏斗，否则，三层和单层滤纸交界处会有一条缝隙。撕下来的滤纸角保存在洁净干燥的表面皿上，以备擦拭烧杯中残留的沉淀用。

d. 做水柱。滤纸放入漏斗后，一手按住滤纸三层一边，使滤纸与漏斗密合，一手用洗瓶将滤纸润湿，轻压滤纸赶去气泡，加水至滤纸边缘，这时漏斗颈内应全部充满水，形成水柱。如未能形成水柱，可用手指堵住漏斗下口，稍稍掀起三层滤纸的那边，用洗瓶向滤纸和漏斗之间的缝隙注水，使漏斗充满水，用手指轻压紧滤纸使之贴紧漏斗，缓缓松开堵住漏斗下口的手指，此时应形成水柱，如仍不能形成水柱，可能漏斗形状不规范。漏斗颈不干净也影响水柱的形成，应重新清洗。在过滤和洗涤过程中，可借助水柱的重力起到的抽滤作用来加快过滤速度。注意：在做水柱的过程中，切勿用力按压滤纸，以免使滤纸变薄或破裂而在过滤时造成穿滤。

e. 过滤和转移沉淀。过滤操作时，将漏斗放在漏斗架上，漏斗下面放一盛接滤液的洁净烧杯。漏斗颈口（长的一边）紧靠在容器内壁上，使滤液沿壁流下避免冲溅。漏斗所放位置的高低，以过滤过程中漏斗的流液口不接触滤液为度。过滤时一般采用倾析法，即等沉淀沉降后，将上层清液倾入漏斗内，尽量不搅起沉淀。清液倒出后，再加少量洗涤液于烧杯中，搅起沉淀进行充分洗涤，再静置沉降，然后再倾出上层清液。这样既可加速过滤，不致沉淀堵塞滤纸，又能使沉淀得到

充分洗涤。过滤时，滤液最多加到距滤纸边缘约0.5 cm处，过高会使沉淀因毛细作用而超过滤纸边缘，造成损失。具体操作：玻璃棒的下端要轻靠三层滤纸处，烧杯嘴紧贴玻璃棒，缓慢将烧杯倾斜，尽量不搅起沉淀，将上层清液缓慢地沿玻璃棒倾入漏斗中。停止倾倒时，要将烧杯沿玻璃棒上提1~2 cm，同时逐渐扶正烧杯，当烧杯离开玻璃棒后，将玻璃棒直接放回烧杯中，但不要靠在烧杯嘴处。

为了把沉淀转移到滤纸上，先用少量洗涤液将沉淀搅起，将悬浮液立即按上述方法转移到滤纸上，如此重复操作几次，即可将绝大部分沉淀转到滤纸上，剩下残留的少量沉淀处理方法：将烧杯倾斜着拿在漏斗上方，烧杯嘴向着漏斗，用食指将玻璃棒横架在烧杯口上，玻璃棒下端对着滤纸三层处，用洗瓶中的洗涤液冲洗烧杯内壁，使“爬壁”的沉淀和较沉重的沉淀沿着玻璃棒流入漏斗中。

此外，在重量分析实验中，加热陈化过程往往会使一些细小沉淀黏附在烧杯壁上而用水冲不下来，可用折叠滤纸时撕下的纸角，将其放入烧杯壁的中上部位，用水润湿后先擦拭玻璃棒上的沉淀，再用玻璃棒按住此纸片自上而下旋转着将壁上的沉淀擦至杯底，然后将此纸片放入漏斗中，再用洗瓶把沉淀微粒冲洗到漏斗中。最后在明亮处仔细检查烧杯内壁和玻璃棒是否还有肉眼可见的沉淀，若仍有一点点痕迹，都应再行擦拭和转移，直至完全无沉淀为止。

f. 洗涤沉淀。沉淀全部转移到滤纸上以后，仍需在滤纸上洗涤沉淀，以除去沉淀表面吸附的杂质和残留的母液。由于洗瓶的导管中有空气，捏挤洗瓶开始出来的洗涤液和气体若直接冲在沉淀上，会造成损失，应先对着一个空烧杯（或水槽）捏挤，待空气排除后再移到漏斗上方淋洗滤纸和沉淀，要自上而下螺旋式进行淋洗，并借此将沉淀集中到滤纸锥体的下部。洗涤过程中，应在前一次洗涤液完全滤出后再进行下一次洗涤。

为了提高洗涤效率，洗涤应遵循“少量多次”的原则。洗涤的次数应视沉淀的性质及杂质的含量而定。如果所用洗涤液的总量相同，则采用“少量多次”的做法比“多量少次”的效果要好得多。沉淀洗涤至最后，用洁净的表面皿接取几滴滤液，选择灵敏而又能迅速显示结果的定性反应来检验沉淀是否洗净，洗涤是否完成。过滤与洗涤沉淀的操作，必须不间断一气完成。如果间隔较久，沉淀就会干涸，黏成一团，这样就很难将其洗涤干净了。

② 减压过滤（也称抽滤或真空过滤）

此法可加速过滤，并使沉淀抽滤得比较干。减压过滤不适合过滤颗粒太小的沉淀和胶体沉淀，因胶体沉淀在快速过滤时易透过滤纸，颗粒很细的沉淀会因减

压抽吸，而在滤纸上形成一层密实的沉淀，使溶液不易透过，反而达不到加速过滤的目的。实验室常用的减压过滤装置原理：循环水真空泵起着带走空气产生负压，使吸滤瓶内的压力减小的作用，提高了过滤的速度。在连接循环水真空泵和吸滤瓶之间安装一个安全瓶，用以防止关闭水泵或水的流速突然变小时，使自来水回流倒吸入吸滤瓶内，沾污滤液。

减压过滤所用仪器是布氏漏斗，将布氏漏斗通过单孔橡胶塞与吸滤瓶相连，漏斗下端的斜剖面要对着吸滤瓶侧面的支管口，将大小合适的滤纸（滤纸大小应以略小于布氏漏斗内径且能将漏斗上的小孔全部盖住为准）平整地放入布氏漏斗内，用少量蒸馏水润湿滤纸，开启水泵并关闭放空阀，将滤纸吸紧在漏斗瓷板上。用倾析法转移溶液，转移至漏斗中溶液量不能超过漏斗容积的 $\frac{2}{3}$ ，待溶液快流尽时再转移沉淀，用少量滤液洗出黏附在容器上的晶体，一并倒入漏斗中进行减压过滤，直至漏斗颈口无液滴为止。然后打开放空阀，用少量洗涤液洗涤晶体，再关闭放空阀进行减压过滤，至漏斗颈口无液滴为止，打开放空阀，使系统通大气，最后关闭真空泵。过滤完毕后，取下漏斗把它倒扣在大滤纸上或容器中，轻轻敲打漏斗边缘，使滤纸和沉淀脱离漏斗，滤液则应从吸滤瓶的上口倾出，不要从侧面的支管口倒出，以免弄脏滤液。

如果过滤的溶液具有强酸性或强氧化性，溶液会破坏滤纸，为避免溶液与滤纸作用，应采用玻璃砂漏斗（砂芯漏斗），它是一种耐酸的过滤器，不能过滤强碱溶液。

③ 热过滤

某些溶液在温度降低时易析出晶体。当不希望在过滤过程中析出晶体时，通常使用热滤漏斗过滤。过滤时，把玻璃漏斗放在铜质的热滤漏斗套中，热滤漏斗内装有热水（水不要太满，以免水加热至沸后溢出），用煤气灯加热热滤漏斗套，以维持溶液的温度。热过滤法选用的玻璃漏斗，其颈的外露部分越短越好。

3. 离心分离法

试管中少量溶液和沉淀的分离，常采用离心分离法。该法操作简单、迅速。实验室常用电动离心机。操作时，将盛有沉淀的离心试管放入离心机的套管内，为了使离心机旋转时保持平衡，几个离心试管应放在对称的位置上；如果只有一个样品，则在与之相对称的另一套管内装入一支盛有相同体积水的离心试管，以使离心机的两臂保持平衡。放好离心试管后，盖好盖子，启动离心机，缓慢而均匀地调整转速，离心结束后，关闭电源，使离心机自然停下，切勿用手强制其停下。电动

离心机转速极快,要注意安全。在任何情况下,启动电动离心机时都不能立刻用高速档,也不能用外力强制停止,否则会使电动离心机损坏且易发生危险。

由于离心作用,沉淀紧密地聚集于离心试管的底部,上方溶液是澄清的。可用滴管小心地吸出上方清液,也可将其倾出。用滴管吸取上方清液的方法:用左手斜持离心试管,右手拿滴管,用手指捏紧滴管的橡胶帽以排出其中的空气,然后轻轻地插入清液中(注意:不可使滴管末端接触沉淀),吸取清液。如果沉淀需要洗涤,可以加入少量洗涤液,用尖头搅拌棒充分搅拌,再进行离心分离,如此反复洗涤2~3次。洗涤沉淀的洗涤液等于沉淀体积的2~3倍即可。

五. 实验内容

1. $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ 的制备

在托盘天平上称取3.0 g CuO 粉末,放入100 mL 烧杯中,加20 mL $3 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$ 稀硫酸,小火加热,搅样,使黑色的CuO 粉末全部与稀硫酸反应,溶液呈蓝色。趁热用倾析法将溶液转移至洁净的蒸发皿中.在水浴上缓慢加热,浓缩至表面有晶膜出现为止。取下蒸发皿,使溶液逐渐冷却至室温,即有蓝色的五水合硫酸铜晶体(粗产品)析出。抽滤,称量,计算产率。

2. 重结晶法提纯 $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$

将粗产品以每克加1.2 mL水的比例溶于蒸馏水中,加热使其完全溶解,并趁热过滤(若无不溶性杂质则不必过滤)。将滤液缓慢冷却,即有晶体析出(若无晶体析出,可在水浴上再稍微加热浓缩),抽滤,称量,计算产率。

六. 数据处理

$$x = \frac{W_{\text{实}}}{W_{\text{理}}} \times 100\%$$

式中: x —— $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ 产率; $W_{\text{实}}$ ——实际上制的 $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ 的质量;
 $W_{\text{理}}$ ——通过计算理论上能制得的硫酸铜的质量。即:

$$\text{产率} = \frac{\text{实验结果值}}{\text{理论应得值}} \times 100\%$$

七. 问题讨论

1. 在什么情况下可用倾析法,什么情况下用常压过滤或抽滤?

答:沉淀(晶体)的比重较大或结晶的颗粒较大,静止后能很快沉降,常采用倾

析法进行分离。当沉淀物为胶体或微细的晶体时，采用常压过滤较好，但过滤速度较慢。减压过滤可加快过滤速度，并使沉淀抽滤得比较干，但不宜用于过滤颗粒太小的沉淀和胶体沉淀。

2. 如何制备大粒晶体？

答：制备大粒晶体的一般条件是溶液浓度不能太高，自然冷却，不要搅动。析出晶体颗粒的大小与结晶时的条件有关。如果溶液的浓度高，溶质的溶解度小，冷却得快，那么析出的晶体就细小。否则，结晶颗粒就较大。搅动或静置溶液，可以得到不同的效果。前者有利于细小晶体的生成，后者有利于大晶体的形成。从纯度的要求来看，细小晶体的生成有利于生成物纯度的提高，因为它不易裹入母液或其它杂质；而较大晶体，特别是聚结成大块的晶体，则不利于纯度的提高。若溶液容易发生过饱和现象，可用玻棒摩擦器壁或投入几粒小晶体（晶种）等方法，使形成结晶中心，过量的溶质便会全部析出。

3. 哪些情况会造成产品收率过高？

答：1) 除杂加试剂量多导致产率偏高；2) 过滤滤纸有破损，有些杂质就进入了滤液中，形成精盐的质量增加导致产率偏高；3) 过滤后液体尚浑浊时，就进行蒸发水份，导致产率偏高；4) 滤液高于滤纸边缘，会使没有过滤的液体进入滤液，导致精盐含有一定杂质质量增加，产率偏高。5) 蒸发结晶时，看到晶体析出立即停止加热，余热没有把精盐干燥直接称量产率偏高。