

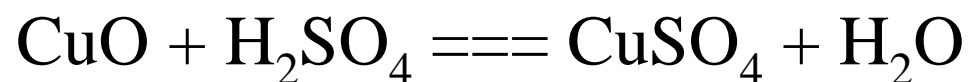
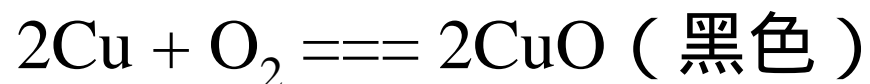
硫酸铜的制备及结晶水的测定

一、实验目的

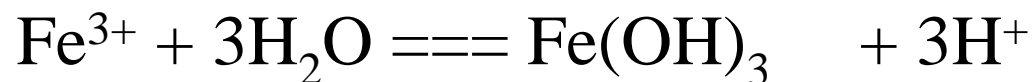
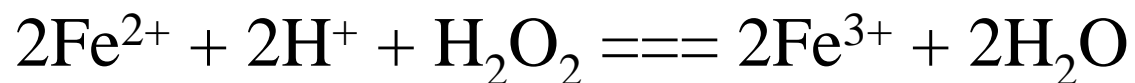
1. 掌握利用废铜粉制备硫酸铜的方法；
2. 练习减压过滤、蒸发浓缩和重结晶等基本操作；
3. 了解结晶水的测定方法，认识物质热稳定性和分子结构的关系。

二、实验原理

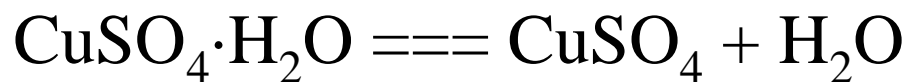
利用废铜粉灼烧氧化法制备 $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ ：先将铜粉在空气中灼烧氧化成氧化铜，然后将其溶于硫酸而制得：



由于废铜粉不纯，所得 CuSO_4 溶液中常含有不溶性杂质和可溶性杂质 FeSO_4 、 $\text{Fe}_2(\text{SO}_4)_3$ 及其它重金属盐等。 Fe^{2+} 离子需用氧化剂 H_2O_2 溶液氧化为 Fe^{3+} 离子，然后调节溶液pH 4.0，并加热煮沸，使 Fe^{3+} 离子水解为 $\text{Fe}(\text{OH})_3$ 沉淀滤去。其反应式为



$\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ 在水中的溶解度，随温度的升高而明显增大，因此粗硫酸铜中的其它杂质，可通过重结晶法使杂质在母液中，从而得到较纯的蓝色水合硫酸铜晶体。水合硫酸铜在不同的温度下可以逐步脱水，其反应式为



1 mol CuSO_4 结合的结晶水的数目为：
$$\frac{n_{\text{H}_2\text{O}}}{n_{\text{CuSO}_4}}$$

三、实验仪器及试剂

托盘天平，瓷坩埚，泥三角，酒精灯，烧杯（50mL），电炉，布氏漏斗，吸滤瓶，精密pH试纸，蒸发皿，表面皿，水浴锅，量筒（10mL）。

废铜粉， $\text{H}_2\text{SO}_4(2\text{mol}\cdot\text{L}^{-1})$ ， $\text{H}_2\text{O}_2(3\%)$ ， $\text{K}_3[\text{Fe}(\text{CN})_6](0.1\text{mol}\cdot\text{L}^{-1})$ ， $\text{NaOH}(2\text{mol}\cdot\text{L}^{-1})$ ，无水乙醇。

四、实验步骤

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

废铜粉氧化: 称取2.4g废铜粉，放入干燥洁净的瓷坩埚中，将坩埚置于泥三角上，用酒精灯灼烧，并不断搅拌，至铜粉转化为黑色的 CuO （约30min），停止加热，冷却。备用。

粗硫酸铜溶液的制备: 将中制的 CuO 转入50mL小烧杯中，加入17mL $2\text{mol} \cdot \text{L}^{-1} \text{H}_2\text{SO}_4$ ，微热使之溶解（注意保持液面一定高度）。如10min后， CuO 未完全溶解（烧杯底部有黑色粉末），表明 CuO 转化率高，可补加适量 H_2SO_4 继续溶解。如果 CuO 很快溶解，剩余大量红色铜粉，表明转化率低，剩余酸量过多。

粗硫酸铜的提纯

在粗 CuSO_4 溶液中，滴加3% H_2O_2 溶液25滴，加热搅拌，并检验溶液中有无 Fe^{2+} 离子（用什么方法检查？）。待 Fe^{2+} 离子完全氧化后，用 $2\text{mol}\cdot\text{L}^{-1}$ NaOH 调节溶液的 $\text{pH} \approx 4.0$ （精密 pH 试纸），加热至沸数分钟后，趁热减压过滤，将滤液转入蒸发皿中，滴加 $2\text{mol}\cdot\text{L}^{-1}$ H_2SO_4 ，调节溶液的 $\text{pH} \approx 2$ ，然后水浴加热，蒸发浓缩至液面出现晶膜为止。让其自然冷却至室温有晶体析出（如无晶体，再继续蒸发浓缩），减压过滤，用3mL无水乙醇淋洗，抽干。产品转至表面皿上，用滤纸吸干后称重。计算产率，母液回收。

2. 硫酸铜结晶水的测定

在台秤上称取1.2~1.5g磨细的 $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ ，置于干净并灼烧恒重的坩埚（准至1mg）中，然后在分析天平上称量此坩埚与样品的质量，由此计算出坩埚中样品的准确质量 m_1 （准至1mg）。

将装有 $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ 的坩埚放置在马弗炉里，在543~573K下灼烧40min，取出后放在干燥器内冷却至室温，在天平上称量装有硫酸铜的坩埚的质量。

将称过质量的上面的坩埚，再次放入马弗炉中灼烧（温度与（2）相同）15min，取出后放入干燥器内冷却至室温，然后在分析天平上称其质量。反复加热，称其质量，直到两次称量结果之差不大于5mg为止。并计算出无水硫酸铜的质量 m_2 及水合硫酸铜所含结晶水的质量，从而计算出硫酸铜结晶水的数目。

五、注意事项

1. 在粗硫酸铜的提纯中，浓缩液要自然冷却至室温析出晶体。否则，其它盐类如 Na_2SO_4 也可能会析出。
2. 已灼烧恒重的坩埚，在马弗炉中灼烧及称量过程中，避免粘上灰尘。

六、思考题

1. 除去 CuSO_4 溶液中 Fe^{2+} 杂质时，为什么须先加 H_2O_2 氧化，并且调节溶液的pH 4.0，太大或太小有何影响？
2. 如果粗硫酸铜中含有铅等盐，它们会在哪一步中被除去，可能的存在形式是什么？
3. 如何检查 Fe^{2+} 的存在？