

HUAXUE

王春 曹葵 编著

最新全国高中化学竞赛 实验培训与演练教程



ZHEJIANG UNIVERSITY PRESS
浙江大学出版社

最新全国高中化学竞赛 实验培训与演练教程

王 春 曹 葵 编著



ZHEJIANG UNIVERSITY PRESS

浙江大学出版社

图书在版编目(CIP)数据

最新全国高中化学竞赛实验培训与演练教程/王春,曹葵编著. —杭州:浙江大学出版社, 2011. 4

ISBN 978-7-308-08514-4

I. ①最… II. ①王…②曹… III. ①中学化学课—高中—教学参考资料 IV. ①G634.83

中国版本图书馆 CIP 数据核字 (2011) 第 045303 号

最新全国高中化学竞赛实验培训与演练教程

王 春 曹 葵 编著

责任编辑 沈国明

文字编辑 魏文娟

出版发行 浙江大学出版社

(杭州市天目山路 148 号 邮政编码 310007)

(网址: <http://www.zjupress.com>)

排 版 杭州大漠照排印刷有限公司

印 刷 富阳市育才印刷有限公司

开 本 787mm×1092mm 1/16

印 张 11.25

字 数 290 千

版 次 2011 年 4 月第 1 版 2011 年 4 月第 1 次印刷

书 号 ISBN 978-7-308-08514-4

定 价 30.00 元

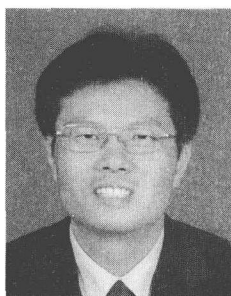
版权所有 翻印必究 印装差错 负责调换

浙江大学出版社发行部邮购电话 (0571) 88925591

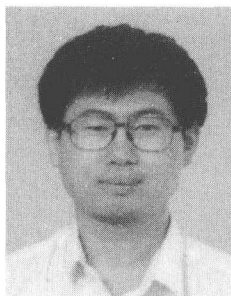
作者简介

王 春 毕业于北京师范大学化学系。中学高级教师,全国科研优秀教师,中国化学会会员,北京市骨干教师,海淀区学科带头人,中国人民大学附属中学化学学科竞赛总教练。

工作期间,多次指导学生参加全国和北京市化学竞赛,其中约 50 人获全国高中化学竞赛一等奖,7 人进入冬令营决赛,约 300 人荣获北京市高中化学竞赛一等奖,本人连续 5 年荣获中国化学会颁发的化学竞赛优秀教师辅导奖,连续 7 年荣获北京化学会颁发的化学竞赛辅导优秀教师奖。并先后在《化学教育》、《化学教学》、《中学化学教学参考》等国家级报刊上发表文章近 50 篇,其中 10 余篇论文荣获全国一等奖,主持或参与编写了教学辅导书籍 20 余本,参与多项国家级课题研究。



曹 葵 毕业于清华大学化学系,中国人民大学附属中学教师,中学高级教师,从事化学竞赛实验辅导 15 年,辅导的学生在各级竞赛中多次取得优异成绩,其中 5 人获得全国化学竞赛决赛一等奖。另外,在全国、北京市等教学实验比赛及论文比赛中多次获奖,其中荣获全国二等奖 2 次,北京市市级一等奖 4 次,在各类刊物上发表论文 20 多篇。



前言

PREFACE

一年一度的国际奥林匹克化学竞赛、全国高中生化学竞赛和各省市级化学竞赛的开展,已受到广大中学生和教师的重视,激发了广大中学生学习和探究化学知识的兴趣,促进了他们对自然科学的热爱和追求。各级各类的竞赛活动的实践表明:合理地开展化学竞赛活动,对于促进学校教育改革,培养学生的创新意识和实践能力,提高学生科学素养等方面均取到了积极作用,同时也为一批品学兼优、热爱化学的中学生提供了展示自己聪明才智的舞台。另外,各级各类化学竞赛活动的开展对促进教师自身素质的提高,促进教学改革的深入开展和教学质量的提高,起到了积极的作用。

为进入全国化学竞赛冬令营参赛的各省市选手提供化学实验竞赛的素材,明确实验竞赛考核的方向,为国家集训队进一步选拔优秀选手,同时为使广大师生能对化学实验竞赛命题方向和特点有一定的了解,特编写《最新全国高中化学竞赛实验培训与演练教程》一书,作为广大师生赛前复习备考的辅导资料。

本书力求体现以下特点:

1. 导向性。本书收集了各级各类竞赛实验真题,全面反映了近几年来各级各类化学实验竞赛题及所考查的知识点,从中可体会和摸索未来实验竞赛命题的走向和原则。
2. 新颖性。本书所命制的实验模拟试题均由人大附中化学竞赛实验校本选修课程内容进行整合和改编,试题不仅内容新、题型新,而且具有广泛的代表性和典型性。
3. 实用性。本书中前半部分是化学竞赛实验基础训练和模拟训练,后半部分是竞赛实验真题训练。学生在赛前进行检测和自我评估,不断巩固,不断提高,这样既便于学生练习,也便于指导教师参考。

鉴于时间较为紧迫,书中难免有疏漏之处,敬请广大读者批评指正。

编者

2011年1月

目 录

C O N T E N T S

第一部分 化学竞赛实验基本训练

专题一	容量仪器校准与称量练习	1
专题二	硫酸铜晶体的制备	7
专题三	乙酸乙酯的制备	10
专题四	硫酸铵样品纯度分析(甲醛法)	14
专题五	粗盐的精制	19

第二部分 化学竞赛实验专项训练

专题一	氯化亚铜的制备	22
专题二	双指示剂法测定食用纯碱纯度	25
专题三	自来水总硬度的测定	27
专题四	高锰酸钾溶液标定与双氧水浓度分析	30
专题五	硫代硫酸钠溶液标定与铜离子的分析	32
专题六	溴酸钾法测定苯酚纯度	35
专题七	碘酸钙的制备	38
专题八	1-溴丁烷的制备	40
专题九	肉桂酸的制备	42
专题十	有机三组分的分离	46

第三部分 化学竞赛实验模拟训练

专题一	碘酸钾的制备与纯度分析	49
专题二	氯化钡的制备及纯度分析	54
专题三	三草酸合铁酸钾的制备与纯度分析	59
专题四	二水合草酸合铜酸钾的制备与纯度分析	63
专题五	硫酸铝钾的制备与纯度分析	68
专题六	硫酸亚铁铵的制备与纯度分析	74

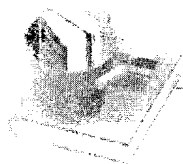
专题七	甲酸铜的制备与纯度分析	78
专题八	己二酸的制备与纯度分析	82
专题九	巴比妥酸的制备与纯度分析	87
专题十	苯甲酸的制备与纯度分析	92

第四部分 化学竞赛实验真题训练

第14届(2001年)全国高中学生化学竞赛(决赛)实验题	96
第15届(2002年)全国高中学生化学竞赛(决赛)实验题	99
第16届(2003年)全国高中学生化学竞赛(决赛)实验题	102
第17届(2004年)全国高中学生化学竞赛(决赛)实验题	105
第18届(2005年)全国高中学生化学竞赛(决赛)实验题	108
第19届(2006年)全国高中学生化学竞赛(决赛)实验题	111
第20届(2007年)全国高中学生化学竞赛(决赛)实验题	116
第21届(2008年)全国高中学生化学竞赛(决赛)实验题	120
第22届(2009年)全国高中学生化学竞赛(决赛)实验题	123
第23届(2010年)全国高中学生化学竞赛(决赛)实验题	128

第五部分 参考答案

附录 I 国际化学奥林匹克实验竞赛章程	168
附录 II 高中学生化学竞赛大纲	170



第一部分 化学竞赛实验基本训练

专题一 容量仪器校准与称量练习

一、实验目的

1. 掌握移液管的使用方法。
2. 复习称量瓶的使用方法。
3. 掌握电子天平的使用方法。
4. 了解容量仪器的校准方法。

二、实验原理

1. 仪器校准

容量仪器的标示容积与真实容积往往有误差。一般在实验中这些误差可以忽略,但在一些准确度要求高的分析实验中就必须避免这些误差,要对仪器进行校准。校准是在规定条件下,为确定测量仪器或测量系统所指示的量值,与对应的由标准所复现的量值之间关系而进行的一组操作。

由于玻璃具有热胀冷缩的性质,在不同温度下容器器皿的容积有所不同,因此,校准玻璃容器时必须规定一个共同的温度值。这一规定温度称为标准温度,国际上规定玻璃容器的标准温度是 20°C 。即在校准时都将玻璃容器器皿的容积校准到 20°C 时的实际容积。

容量仪器在使用时可能不是 20°C ,因此容器的容积和溶液体积会有一些的变化,由于玻璃的膨胀系数比较小,在温度变化不大的时候,容器的容积变化可以忽略。

容量仪器的校准通常使用称量法,即称量容器中的纯水的重量,根据该温度下水的密度将水的重量换算为体积,叫做绝对校准。或者用一个已经校准过的容器间接地校准另一个容器,叫做相对校准,这种方法要求两种容器之间存在一定的比例关系。

1 升纯水在 4°C 和 1 个标准大气压下,在真空中的质量为 1 千克,但实际称量时是在室温和空气中进行的,因此将水的重量换算为体积时要考虑三项校正:水的密度随温度的变化而改变;空气的浮力使重量改变;玻璃器皿的体积因温度的改变而改变。综合考虑以上因素后,得到校正公式(推导从略):

$$W_t = V_{20} d_{20} \frac{1 + (t - 20) \times 0.000025}{1 + d_a/d_t - d_a/d_s}$$

式中： V_{20} 为容器 20℃时的体积； d_{20} 为容器 20℃时的密度；0.000025 为玻璃的膨胀系数； d_s 为砝码的密度； d_t 为 t ℃时水的密度； d_a 为 t ℃时空气的密度。

为方便计算，现给出部分温度的 W_t 校正值（见表 1-1）。

表 1-1 部分温度的 W_t 校正值

温度 /℃	1 升水在真空中的重量/g	1 升水在空气中的重量/g	1 克水的体积/mL	温度 /℃	1 升水在真空中的重量/g	1 升水在空气中的重量/g	1 克水的体积/mL
15	999.13	997.93	1.00207	24	997.32	996.38	1.00363
16	998.97	997.80	1.00220	25	997.07	996.17	1.00383
17	998.80	997.65	1.00236	26	996.81	995.93	1.00409
18	998.62	997.51	1.00250	27	996.54	995.69	1.00433
19	998.43	997.34	1.00267	28	996.26	995.44	1.00458
20	998.23	997.18	1.00283	29	995.97	995.18	1.00484
21	998.02	997.00	1.00301	30	995.67	994.91	1.00511
22	997.80	996.80	1.00321	31	995.37	994.64	1.00539
23	997.56	996.60	1.00341	32	995.05	994.34	1.00569

例如：某同学用 25mL 移液管在 25℃时放出的水质量为 24.931g，则移液管在 20℃时的真实体积为： $V = 24.931 \times 1000 / 996.17 \text{ mL} = 25.03 \text{ mL}$

也可用每克水体积计算： $V = 24.931 \times 1.00383 \text{ mL} = 25.03 \text{ mL}$

2. 移液管的使用

移液管是用来准确量取一定体积液体的仪器，分为“胖肚移液管”和“刻度移液管”。其中，刻度移液管是带有分刻度的玻璃管，用以吸取不同体积的液体。移液管属量出容器，使用前必须用洗液洗净内壁，依次经自来水冲洗和蒸馏水各润洗 3 次后，还必须用少量待移取的溶液润洗内壁 3 次，以保证溶液吸取后浓度不变。

用移液管吸取溶液时，一般左手拿洗耳球，右手拇指和中指拿住管颈标线以上的地方，管尖插入液面以下 2cm 左右，防止吸空。当溶液上升到标线以上时，迅速用食指指腹按紧管口，将移液管取出液面。取出之后，左手使试剂瓶倾斜约 45°，右手垂直地让移液管尖紧靠液面以上的瓶壁，微微松开食指，待液面缓缓降至与标线相切时，再次按紧管口，使液体不再流出。之后，把移液管慢慢地垂直移入准备接受溶液的容器内壁上方，倾斜容器使它的内壁与移液管的尖端相接触（见图 1-1）。松开食指让溶液自由流下。待溶液流尽后，移液管在容器上方停 10~15

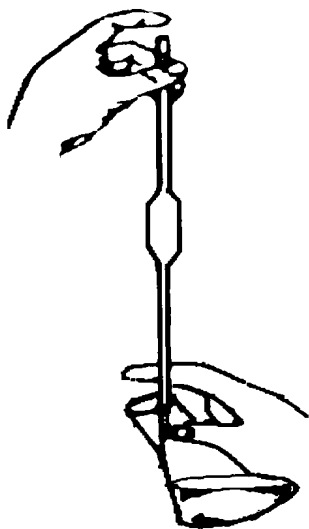


图 1-1 移液管的使用

秒,用右手捻动使其管尖在容器壁上原地转一圈(可克服移液管口壁厚不均匀而引起的残留液量不均),再取出移液管。不要把残留在管尖的液体吹出,因为在校准移液管体积时,没有把这部分液体算在内(若管上注有“吹”字样的移液管,则要将管尖的液体吹出)。

3. 分析天平的使用

电子天平是最新一代的天平,它利用电子装置完成电磁力补偿的调节,使物体在重力场中实现力的平衡,或通过电磁力矩的调节使物体在重力场中实现力矩平衡,通过设定的程序,可实现自动调零、自动校正、自动去皮、自动显示称量结果、将称量结果经接口直接输出、打印等多种功能。

电子天平型号很多,结构和称量原理基本相同。其中主要有顶部承载式(又称上皿式)。悬盘式天平由于稳定性欠佳、不易平衡,已很少见。

电子天平在启动时有一个自动校准过程,目的是消除重力加速度的影响,使电子天平直接称出物体的质量而非重量。电子天平的校准方法可分为由步进马达受指令后自动起用内置标准砝码的内校式与附带外置砝码的外校式。从感应方式可分为应变片式和磁感应式。顶载式电子天平根据电磁力补偿工作原理制成,分为载荷接受和传递装置、测量和补偿控制装置两个部分,如图 1-2 所示。

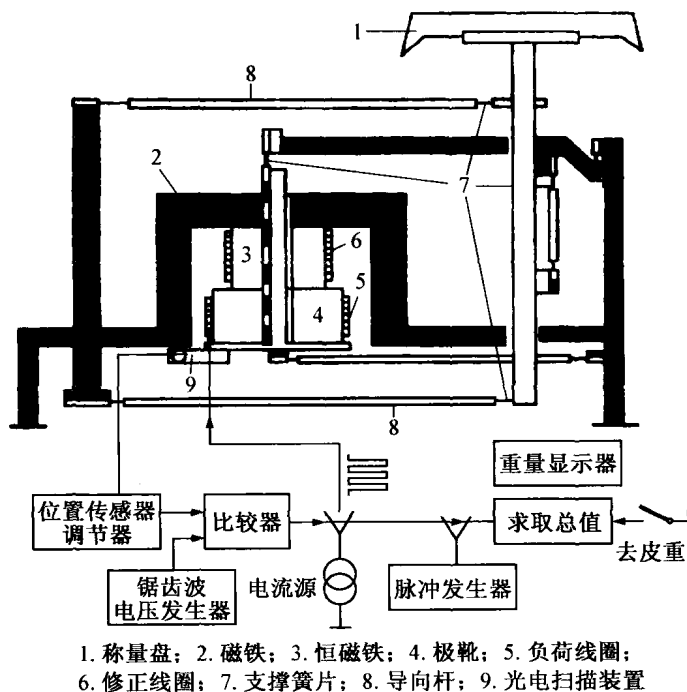


图 1-2 电子分析天平工作原理示意图

载荷接受和传递装置由称量盘 1、支撑簧片 7、导向杆 8 组成,作用是接受被称物质量并传递给测量装置。其中两个平行导向杆的作用是维持称量盘在载荷改变时能进行垂直运动,以避免称量盘倾倒。被称重力经过杠杆传递给负荷线圈 5 的线圈架,线圈架处于由磁铁 2、极靴 4 和恒磁铁 3 组成的磁系统的气隙中。杠杆机构的所有转动支点都由支撑簧片 7 承担。修正线圈 6 的作用是修正负荷线圈 5 对恒磁铁 3 磁化率的影响。载荷测量和补偿控制

装置由机械部分和电子部分共同组成,包括负荷线圈5、磁铁2、光电扫描装置9及电路控制部分,其作用是对传递而来的载荷进行测量和补偿。当天平称量盘负重后,相应的重力传递到负荷线圈5,使其竖直位置发生变化,光电扫描装置9将负荷线圈5负重后的平衡位置传递给电子电路中的位置传感调节器,传感器将测得的信号进行比较后,指示电流源发出等幅脉冲电流,该电流通过负荷线圈5时产生垂直向上的力,直至负荷线圈恢复到未负重时的平衡位置。由于脉冲发生器产生的等幅脉冲电流的宽度与负荷的质量成正比,所称物体质量越大,通过线圈的脉冲宽度越大,平衡后由微处理器显示的读数也越大。新型电子天平的传感器改用单体传感器或超级单体传感器,以减少装配过程中螺丝的松紧及零部件不同的膨胀系数而引入的误差。

电子天平的优点在于,它在加入载荷后能迅速地平衡,并自动显示所称物体的质量,单次样品的称量时间大大缩短,其独具的“去皮”功能使称量更为简便、快速。现在,新型的电子天平不仅可以进行常规的样品称量,还可以进行许多电光天平(半自动天平)无法完成的工作,如利用附加在天平上的加热装置直接进行含水量测定,迅速地称量小型活体动物的体重,利用自带软件进行小件计数称量、累计称量、配方称量,还可对称量结果进行统计处理和打印。新型天平还有自动保温系统、四级防震装置可用于现场称量、自动浮力校正以及红外感应式等操作(如开门、去皮)。

下面以FA-N/JA-N天平为例介绍电子天平的称量程序。电子天平(见图1-3)的特殊构造使其称量过程简单。在检查天平的水平、洁净等情况后打开电源,待稳定后只要将被称量的物体放于天平盘中即可读得数据。需要注意的是:①电子天平一经开机、预热、校准后,即可依次连续称量,电子天平的开机、预热、校准均由老师负责,学生除“去皮(TARE)”键外一般不需按其他按键。②电子天平自重较轻,使用中容易因碰撞而发生位移,进而可能造成水平改变,故使用过程中动作要轻巧。③电子天平感应灵敏,读数时要关闭两侧拉门。④最后一位同学称量完成后须关机后再离开。



图1-3 电子天平

电子天平可直接进行增量法或减量法称量。

(1) 增量法。又称直接称量法。此法用于称量不易吸水、在空气中稳定的试样,如金属、矿石等。称量的步骤如下:将干燥的小容器(如小烧杯)轻轻放在经预热并已稳定的电子天平称量盘上,关上天平门,待显示平衡后按“去皮(TARE)”键扣除容器重量并显示零点,然后打开天平门,往容器中缓缓加入试样(见图1-4a),直至显示屏显示出所需的质量数,停止加样并关上天平门,此时显示的数据便是实际所称的质量。

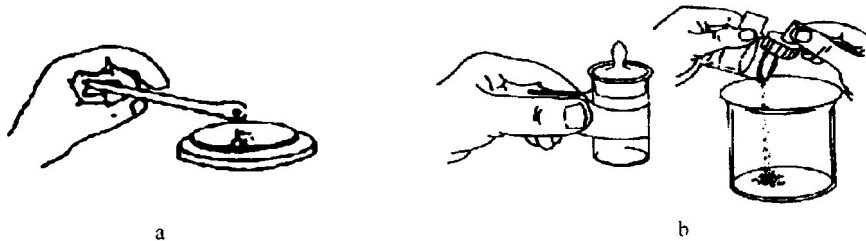


图1-4 天平称量法

(2) 减量法。此法常用于称取易吸水、易氧化或易与 CO_2 反应的物质。将上述方法中干燥小容器改为称量瓶即可进行减量法称量,只是最后显示的数字是负值。称量的步骤如下:将适量试样装入称量瓶中,称得质量 $m_1\text{g}$,然后取出称量瓶,从称量瓶中倾出样品的方法见图 1-4(b)所示。将称量瓶放在容器的上方,使称量瓶倾斜,用称量瓶盖轻轻敲瓶口上部,使试样慢慢落入容器中。当倾出的试样已接近所需要的质量时,慢慢地将称量瓶拿起,用称量瓶盖轻轻敲瓶口上部,使黏附在瓶口的试样落下,然后盖好瓶盖。将称量瓶放回天平盘上,称得质量 $m_2\text{g}$ 。两次质量之差即为试样的质量。注意的是称量瓶和瓶盖不准用手直接拿,必须将其套上纸带(见图 1-4b)。也可先将称量瓶+试样称量后去皮,再倒出所需试样后称量,所得为负值,该值的正值即为所称样品的质量。两次质量之差即为试样的质量。也可先将称量瓶+试样称量后去皮,再倒出所需试样后称量,所得为负值,该值的正值即为所称样品的质量。

同学们在称量中不要再按“去皮”键,使用后要及时轻按“去皮”键,将天平读数归零,表示该操作完成,其他同学才可以继续使用。

在我们上课及竞赛时(除特别声明的除外)只准使用减量法称量样品。同时,大家要注意每个电子天平都有规定的最大称量质量,以 FA-N/JA-N 天平为例,最大称量质量为 200 克。同学在称量时切记不要称量质量超过天平允许值的物体,以免损坏天平。

不管使用哪类天平(包括台秤)均不得将湿的容器(如烧杯、锥形瓶、容量瓶等)直接放入称量盘中称量。称量液体样品时必须在具塞容器中进行。如果不慎将样品洒落在天平内应及时清除,可用天平刷刷净,必要时用干净的软布擦洗称量盘及天平内台面。

要求准确称取一定质量的物质时,不是要求实际称量的结果与题目要求质量完全一致,而是尽可能的接近这个数值,并且有一定的精确度(有效数字足够多,实际称量与要求质量最大误差一般小于 1.0%),例如要求准确称取 3.0g 的草酸,可以实际称取 2.9995g 或 3.0023g 等,而不是必须是 3.0000g。

三、实验用品

(1) 实验仪器:分析天平、台称、称量瓶、称量纸、表面皿、移液管、洗耳球、碘量瓶(具塞锥形瓶)、容量瓶。

(2) 实验药品:蒸馏水、氯化钠。

四、实验步骤

1. 称量练习

(1) 使用减量法准确称取 1g 氯化钠。

(2) 使用指定质量法准确称取 1g 氯化钠。

完成实验后,要做好检查工作,清扫天平。在天平使用记录本上如实填写使用情况。

2. 仪器校准

(1) 校准移液管

洗净三个具塞锥形瓶(碘量瓶),使其干燥(不能烘烤),称量,准确量取 25mL 蒸馏水,用滤纸擦去尖嘴外的水分,转移至锥形瓶中,注意水不要弄湿磨口部分,盖好塞子称量,即为 W_1 ,利用表 1-1 换算出 20℃ 时的移液管的真实体积,平行三次(最大偏差应小于 20mg),如

果超过要重新校准,取平均值。

(2) 校准容量瓶

取干燥的容量瓶,用校准过的 25mL 移液管移取蒸馏水至容量瓶中,注意水不要碰到容量瓶的刻度线上方和磨口部分,重复 10 次,如水面与原刻度不等,用胶布重新标记,与弯月面底线相切。根据移液管真实体积计算容量瓶的真实体积。

【数据记录】

移液管校准:

移液管 容积/mL	次数	碘量瓶 质量/g	瓶与水的 质量/g	水质量 /g	实际容积 /mL	校准值 /mL	平均值 /mL

容量瓶校准。

容量瓶实际容积。

【知识补充】

滴定管的校准

将去离子水装满要校准的滴定管,调节液面到 0 刻度,记录水温,然后按照 1 分钟 10mL 的速度将水放出到干燥称重的碘量瓶中,放出 10mL,误差要小于 0.1mL,盖好塞子,称重,两次质量的差就是该滴定管 0~10mL 刻度的实际水的质量,换算成容积,然后依次放水到 20、30、40、50mL,就可以测定出滴定管各部分的实际容积。



思考题

1. 移液管校准时称量水的质量时为什么只要精确到 20mg,而不要求到 1mg?
2. 为什么要进行容量仪器校准?
3. 使用移液管的操作要领有哪些?最后留在尖管的液体如何处理?

(本实验约需要 3h)

专题二 硫酸铜晶体的制备

一、实验目的

1. 练习和掌握天平、量筒、坩埚钳、表面皿和蒸发皿的使用。
2. 练习和掌握蒸发、浓缩以及减压过滤。

二、实验原理

1. 过滤

过滤一般有两个目的：一是滤除溶液中的不溶物得到溶液；二是去除溶剂(或溶液)得到结晶。

常用过滤方法有 3 种：

(1) 常压过滤：用内衬滤纸的锥形玻璃漏斗过滤，滤液靠自身的重力透过滤纸流下，实现分离。

(2) 减压过滤(又叫做抽气过滤，简称抽滤，见图 1-5)：用安装在抽滤瓶上铺有滤纸的布氏漏斗(见图 1-6)或玻璃砂芯漏斗过滤，吸滤瓶支管与抽气装置连接，过滤在减低的压力下进行，滤液在内外压差作用下透过滤纸或砂芯流下，实现分离。

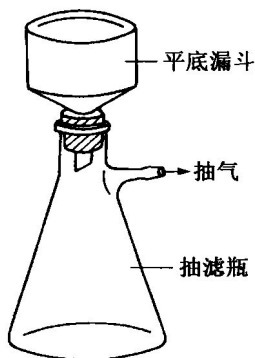


图 1-5 减压过滤

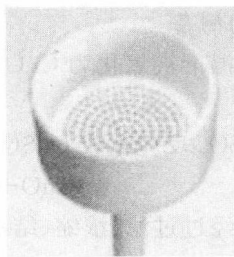


图 1-6 平底漏斗(布氏漏斗)

(3) 加热过滤：用插有一个玻璃漏斗的铜制热水漏斗过滤。热水漏斗内外壁间的空腔可以盛水，加热使漏斗保温，使过滤在热水保温下进行。

在此我们主要学习减压过滤的操作要求：减压过滤装置包括瓷质的平底漏斗(布氏漏斗)、抽滤瓶、安全瓶和抽气泵(见图 1-7)。

过滤前，选好比布氏漏斗内径略小的圆形滤纸平铺在漏斗底部，要盖住漏斗内所有的小孔，边缘不能起翘，否则会影响过滤效果。用溶剂(一般使用蒸馏水)润湿，开启抽气装置，关闭安全瓶的活塞，使滤纸紧贴在漏斗底。

过滤时,先打开安全瓶活塞,小心地将要过滤的混合液倒入漏斗中,使固体均匀分布在整个滤纸面上,关闭安全瓶的活塞,一直抽气到几乎没有液体滤出为止。为尽量除净液体,可用玻璃瓶塞压挤滤饼。

在停止抽滤时,先旋开安全瓶上的活塞,抽气泵的气压表恢复常压,然后关闭抽气泵。我们一般使用的是循环水真空泵,在没有外界循环水的情况下,连续使用时间一般不超过半小时。

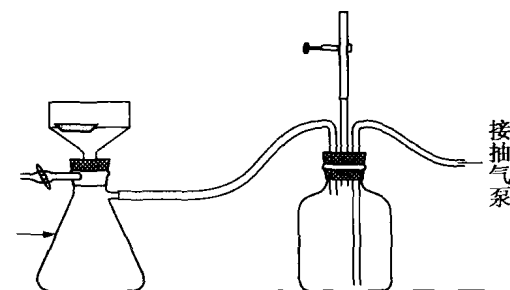


图 1-7 抽滤装置

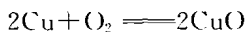
一般情况下,漏斗中的滤饼还要洗涤几次。把滤饼尽量地抽干、压干,打开安全瓶上的活塞恢复常压。根据实验具体要求把少量溶剂(如水、饱和溶液)均匀地洒在滤饼上,使溶剂恰能盖住滤饼。静置片刻,使溶剂渗透滤饼,待有滤液从漏斗下端滴下时,关闭安全瓶活塞,抽气,再把滤饼尽量抽干、压干。这样反复几次,就可把滤饼洗净。最后为了让产品尽快干燥,一般最后要用乙醇和(或)丙酮洗涤产品。将布氏漏斗扣在表皿上,用洗耳球吹下产品,再产品干燥。

如果实验中需要的是滤液,将滤液倒入到指定容器后还要用蒸馏水洗涤抽滤瓶 2~3 次,每次用水量一般为 5~10mL。如果实验滤液是热的饱和溶液,还要将抽滤瓶浸泡在热水中。

减压过滤的优点是过滤和洗涤的速度快,液体和固体分离得较完全,滤出的固体容易干燥。

2. 硫酸铜的制备

单质铜在高温下被氧化为 CuO :



CuO 与 H_2SO_4 反应生成 CuSO_4 :



得到的产品经过过滤、浓缩、结晶,得到 $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ 晶体。

如果要想得到更加纯净的晶体,还可以进行重结晶。

三、实验用品

(1) 实验仪器:抽滤装置、蒸发皿、坩埚、坩埚钳、酒精灯。

(2) 实验药品: Cu 粉、3mol/L H_2SO_4 、乙醇。

四、实验步骤

1. 制 CuO

称取 4g CuO 粉末在坩埚中,灼烧 10min 左右,并不断搅拌,使 Cu 充分反应。反应后放

置冷却。

2. 制硫酸铜溶液

在蒸发皿内加入 30mL 3mol/L H_2SO_4 , 边搅拌边将 CuO 慢慢放入其中, 加热, 不断搅拌。得到蓝色溶液, 此时如果有晶体出现, 补充适量的蒸馏水。

趁热过滤, 除去不溶性的杂质, 并且用蒸馏水洗涤杂质 2~3 遍。

如果不溶性杂质中未反应的铜较多, 应将未反应的铜重新灼烧继续反应。

3. 浓缩结晶

将溶液转移到另一干净的蒸发皿中, 放在市面网上加热浓缩, 直到溶液表面出现晶膜为止。取下蒸发皿冷却到室温(可以用冷水冷却), 抽滤, 产品分别用蒸馏水和乙醇洗涤, 得到 $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ 产品。称重。

硫酸铜晶体溶解度

温度/℃	10	20	30	40	50	60	70	80	90	100
溶解度	17	20	25	28	33	40		55		75

【知识补充】

无机产品浓缩时, 如果产品含有结晶水, 一般浓缩到溶液表面有晶膜出现, 然后冷却析晶, 以避免高温下析晶得到无水盐。如果产品是不含结晶水的, 一般浓缩到糊状, 直接抽滤得到产品。



思考题

某同学在实验中, 有 1.5g 的铜剩余, 但没有重新灼烧使用, 其他步骤均按照程序进行, 最后浓缩时得到的溶液是绿色的, 产品为白色粉末, 请分析可能的原因。

(本试验用时 2h, 产品质量为 10~12g)

专题三 乙酸乙酯的制备

一、实验目的

通过乙酸乙酯的制备初步掌握回流、蒸馏、洗涤、分离、干燥的方法。

二、实验原理

1. 熔沸点的测定——毛细管熔沸点测定法(微量法)

在有机化学实验中,熔点的测定有多种方法。毛细管熔点测定法(微量法)是一个很好的方法,但不够精确,一般偏大,但其用量少,操作方便,被广泛应用。毛细管熔点测定法最常用的仪器是提勒管,又叫b形管,如图1-8所示。影响测定结果的因素有:加热速度,毛细管壁的厚薄,样品颗粒大小,样品填装是否紧密,温度计是否准确。

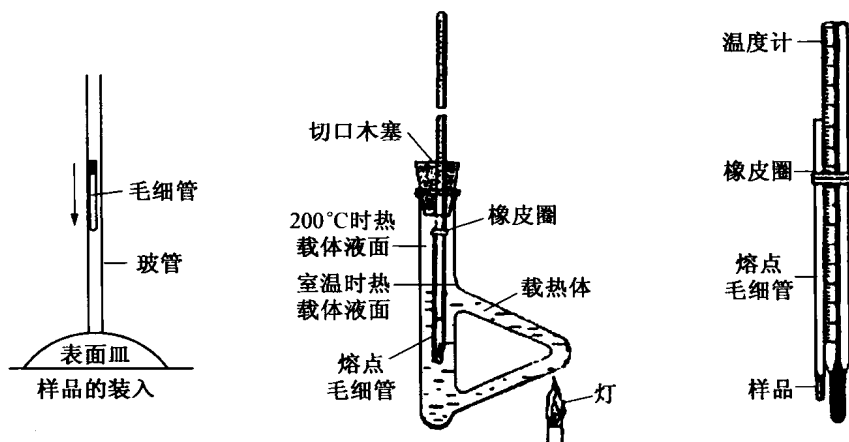


图1-8 熔点的测定

测定熔点的毛细管外径为1~1.5mm,长约5cm,一端开口,一端封闭。将干燥研细的样品聚成一堆。把毛细管开口一端垂直插入,使一些样品进入毛细管,将管口向上,放入一长约为50~60cm的玻璃管中,管下垫一个表面皿,使毛细管从高处落下,反复几次,把样品装实,样品高度为2~3mm。

用硫酸做浴液时,利用硫酸的表面张力,将毛细管附着在温度计上。用液体石蜡或硅油做浴液时,用一根橡皮圈把毛细管固定在温度计上。毛细管底部样品堆积处位于水银球中部,按上图1-8装好装置,加热。若已知熔点,开始可以较快加热,当温度低于熔点10~15℃时,调整火焰,使温度每分钟上升1~2℃。测定未知物熔点时,可先较快地粗测熔点范围,再测定其熔点,记录熔程范围。如:170.1~171.5℃。熔程越小,说明产品纯度越高。

有的样品易分解,先将温度升至低于样品熔点20℃时再放入样品。有的样品测不到熔