

碱式碳酸铜的制备实验探究*

俞晓玉

(呼伦贝尔学院化学化工学院, 内蒙古 呼伦贝尔 021008)

摘 要: 对碱式碳酸铜制备工艺进行了研究, 在实验中, 探讨了原料种类及配比、反应温度、加料方式等对反应的影响, 提出一种制备碱式碳酸铜的大学无机化学实验方法。结果表明: 当选用当硝酸铜与碳酸钠为原料, 且两者摩尔比为 1.0 : 1.2, 反应温度为 70 ℃, 采用一次加料, 产品收率可以达到 96.3%。通过实验, 可使学生得到初步的科研和能力训练, 以培养学生独立设计实验的能力。

关键词: 无机化学实验; 碱式碳酸铜; 反应物配比; 学生实验

中图分类号: O624.5; TQ643

文献标志码: A

文章编号: 1001-9677(2021)023-0133-03

Experimental Study on Preparation of Basic Copper Carbonate*

CHOU Xiao-yu

(College of Chemistry and Chemical Engineering, Hulunbuir University, Inner Mongolia Hulunbuir 021008, China)

Abstract: The technology of producing copper sulphate was studied. In the experiment, the effects of raw material type and ratio, reaction temperature and feeding method on the reaction were discussed, and an experimental method of inorganic chemistry for preparing basic copper carbonate was proposed. The results showed that the optimum reaction conditions were as follows: reaction temperature was 70 ℃, the ratio of $\text{Na}_2\text{CO}_3/\text{Cu}(\text{NO}_3)_2$ was 1.2, charging of once for all, the yield of copper sulphate reached 96.3% under the optimum conditions. Through experiments, students can get preliminary research and ability training to cultivate students' ability of designing experiments independently.

Key words: Inorganic Chemistry experiment; basic copper carbonate; reactant ratio; students' experiment

碱式碳酸铜的制备^[1-4]是无机化学实验教学中一个重要的实验项目, 在实验室常以硫酸铜和碳酸钠反应制备碱式碳酸铜^[5-7]。而碳酸钠溶液和硫酸铜溶液反应过程难以控制、进程难以把握、反应的 SO_4^{2-} 难以清洗、所得产率较低等缺点^[8-9]。为了使该实验更好地在教学中发挥作用, 通过实验, 可使学生得到初步的科研和能力训练, 以培养学生独立设计实验的能力。我们优化了实验工艺, 设计了一条高产率、高纯度和高效率制备碱式碳酸铜的合成路线。采用硝酸铜、硫酸铜、碳酸钠、碳酸氢钠为原料, 设计①硫酸铜和碳酸钠; ②硫酸铜和碳酸氢钠; ③硝酸铜和碳酸钠; ④硝酸铜和碳酸氢钠反应制备碱式碳酸铜实验方案, 通过控制反应温度、物料的配比、反应时间、反应原料的添加顺序等条件, 以控制单因素变量优化实验方案, 通过产率的对比, 来逐步寻求制备方案的最佳制备条件。

1 实验部分

1.1 仪器和药品

电子天平、电热恒温水浴锅、循环水式多用真空泵、数显鼓风干燥箱等仪器; 硫酸铜、碳酸钠、硝酸铜、碳酸氢钠等分析纯试剂。

1.2 试剂的配制

准确称取一定质量的硫酸铜、碳酸钠、硝酸铜、碳酸氢钠药品, 配制成 0.5 mol/L 的溶液, 备用。

1.3 产率的计算

$$K = \frac{m_1}{m_2} \times 100\%$$

式中: K 为碱式碳酸铜的产率; m_1 为在实验中通过反应实际得到的产量; m_2 为以上方案的理论产量。

2 结果与讨论

2.1 反应物加料顺序对制备碱式碳酸铜实验的影响

分别以正滴法(投料将 A(碳酸钠或碳酸氢钠溶液) 加入 B(硫酸铜或硝酸铜溶液)) 和反滴法(投料将 B 溶液加入 A 溶液) 实验取 A 溶液 10.0 mL 和 B 溶液 10.0 mL 于试管中, 分别采用正滴法和反滴法进行试验。在室温下震荡试管, 控制反应时间, 待其反应充分后, 将析出沉淀抽滤, 并用蒸馏水洗涤, 把所得沉淀于 105 ℃ 的烘箱中烘干至恒重, 取出称重, 将所得数据记录见表 1。

* 基金项目: 呼伦贝尔学院第七届教研课题(ZCKT-122)。

作者简介: 俞晓玉(1981-), 男, 副教授, 主要从事无机化学及实验教学工作。

表1 正滴法与反滴法产率对比

Table 1 Comparison of reaction yields between positive and reverse dropping methods

反应物	正滴法产率/%	反滴法产率/%
硫酸铜+碳酸钠	66.9	69.9
硝酸铜+碳酸钠	68.4	71.5
硫酸铜+碳酸氢钠	54.3	58.3
硝酸铜+碳酸氢钠	54.7	58.8

由表1数据可知,无论选用何种试剂制备碱式碳酸铜,采用反滴法所得产率均高于采用正滴法所得产率,故以下实验均采用返滴法进行实验探究。

2.2 反应物量比对碱式碳酸铜产率的影响

于五支试管内分别加入 10.0 mL 0.5 mol/L 的 B (硫酸铜或硝酸铜) 溶液,以物质的量比分别为 1:0.6, 1:0.8, 1:1.0, 1:1.2, 1:1.4, 在室温下与碳酸钠溶液反应一定时间后,进行抽滤、并用蒸馏水洗涤、将所得沉淀于 105 ℃ 的烘箱中烘干至恒重后,称重并计算产率,如表2所示当加入碳酸氢钠溶液 12.0 mL 时产率最高,即硫酸铜、硝酸铜与碳酸钠的物质的量之比为 1:1.2 时,碱式碳酸铜产率均达到最高,分别为 73.3% 和 74.3%。

表2 碳酸钠和 B 的物量比对碱式碳酸铜产率的影响

Table 2 Effect of the ratio of Na_2CO_3 to B on the yield of basic copper carbonate

反应物料比	产率 S/%	产率 N/%
1:0.6	58.3	60.2
1:0.8	63.5	64.6
1:1.0	69.1	71.2
1:1.2	73.3	74.3
1:1.4	72.9	73.1

注:产率 S 为碳酸钠和硫酸铜反应所得产率,产率 N 为碳酸钠和硝酸铜反应所得产率。

同理,于五支试管内分别加入 10.0 mL 0.5 mol/L 的 B 溶液,以物质的量比分别为 1:1.2, 1:1.6, 1:2.0, 1:2.4, 1:2.8, 在室温下与碳酸氢钠溶液反应一定时间后,将所得碱式碳酸铜称重并计算产率,如表3所示,当加入碳酸氢钠溶液 24.0 mL 时产率最高,即硫酸铜、硝酸铜与碳酸氢钠的物质的量之比为 1:2.4 时产率均达到最高,分别为 61.2% 和 63.2%。

表3 碳酸氢钠和 B 的物量比对碱式碳酸铜产率的影响

Table 3 Effect of the ratio of NaHCO_3 to B on the yield of basic copper carbonate

反应物料比	产率 S/%	产率 N/%
1:1.2	48.2	49.7
1:1.6	52.1	53.6
1:2.0	57.4	58.3
1:2.4	61.2	63.2
1:2.8	60.8	62.5

2.3 反应温度对碱式碳酸铜产率的影响

在上述最佳反应物料配比条件下,取 10.0 mL 0.5 mol/L 的 B 溶液和适量 A 溶液,分别置于不同温度的恒温水浴中,持续加热 3 min,依次将 B 溶液倒入 A 溶液中,震荡试管,使之反应相同时间后,分别进行抽滤、洗涤、烘干并称重,结果如表4所示,当温度为 50 ℃ 时,碳酸氢钠与硫酸铜、硝酸铜反应产率均达到最高,分别为 72.3% 和 73.7%; 当温度为 60 ℃ 时,碳酸钠与硫酸铜反应产率达到最高为 90.5%; 当温度为 70 ℃ 时,碳酸钠与硝酸铜反应产率达到最高,可为 95.2%。以碳酸氢钠为原料制备碱式碳酸铜产率明显低于以碳酸钠制备碱式碳酸铜,这可能是由于溶液本身的酸度影响所致。

表4 A 和 B 溶液的反应温度对碱式碳酸铜产率的影响

Table 4 Effect of reaction temperature of A and B on yield of basic copper carbonate

反应温度/℃	产率/%			
	硫酸铜+碳酸钠	硝酸铜+碳酸钠	硫酸铜+碳酸氢钠	硝酸铜+碳酸氢钠
20	74.6	76.3	63.1	64.2
30	77.9	79.2	65.7	66.2
40	80.3	83.5	68.4	69.1
50	84.2	86.1	72.3	73.7
60	89.8	90.5	70.4	71.3
70	80.8	95.2	67.9	69.4
80	77.4	87.7	65.1	66.9
90	73.1	79.6	61.8	64.3

2.4 反应时间对碱式碳酸铜产率的影响

在上述最佳反应物料配比条件下,取用 0.5 mol/L 的 B 溶液 10.0 mL 与适量的 A 溶液,在最适宜反应温度条件下反应,考察反应时间对碱式碳酸铜产率的影响,反应结果见表5。在最佳反应条件下,硫酸铜、硝酸铜与碳酸钠均反应 4.0 min 时,产率达到最高,分别为 90.4% 和 96.3%; 而硫酸铜、硝酸铜与碳酸氢钠均反应 3.0 min 时,产率达到最高,分别为 73.9% 和 75.1%。碳酸氢钠溶液参与的反应比碳酸钠参与的反应达到最大值时间快,说明溶液的酸度大,反应速率快。

表5 B 与 A 溶液反应时间对碱式碳酸铜产率的影响

Table 5 Effect of reaction temperature of B and A on yield of basic copper carbonate

反应时间/min	产率/%			
	硫酸铜+碳酸钠	硝酸铜+碳酸钠	硫酸铜+碳酸氢钠	硝酸铜+碳酸氢钠
1.0	74.2	75.3	60.3	62.4
2.0	79.6	83.3	69.1	70.5
3.0	86.8	91.6	73.9	75.1
4.0	90.4	96.3	68.7	69.6
5.0	89.3	86.3	61.3	62.3

综上所述,以上设计的四组制备碱式碳酸铜的方案均可制得碱式碳酸铜,其最优化条件如表6所示。

(下转第 160 页)

程相应改革,创新课程评价方式,将 60%的过程性评价涵盖了学习通课堂互动、大学 MOOC 线上作业互评、学习通线上随堂测验、大学 MOOC 线上单元测试、大学 MOOC 工程实例讨论等多个环节,多元化评价贯穿整个学习过程,增加了考核的挑战度。

本文在工程教育认证背景下,依据专业要求和课程大纲,对我校《化工原理》课程进行改革,通过对课程体系、课程内容、授课方式、考核方式四个方面的改进,突出了课程思政,强化了过程考核内容和比重,采用线上线下混合式教学模式,创新教学时空,建立了教师为主导、学生为主体的教学模式,提高学生的学习能力,培养学生创新精神,取得较好的成果。

参考文献

[1] 颜曦明,王晓丽,刘子杰,等. 工程认证背景下应用型大学化工原

理实验教学改革. 广东化工, 2020, 47(10): 194-195

- [2] 隋秀香. 专业认证背景下石油工程专业教学实验室管理的研究与实践[J]. 石油教育, 2017(1): 64-66.
- [3] 郭伟,张勇,解其云,等. 以加入《华盛顿协议》为契机开启中国高等教育新征程——访教育部高等教育教学评估中心主任吴岩[J]. 世界教育信息, 2017(1): 8-11.
- [4] 郝世雄,杜怀明,于海莲. 工程教育认证背景下西部地区地方高校化工原理课程设计教学浅议[J]. 广东化工, 2020, 47(11): 226-228.
- [5] 鲁莉华,翟乃华,陈怀春. Semmar 教学法在《化工原理课程设计》教学中的探索与实践[J]. 山东化工, 2017, 46(13): 153-154.
- [6] 王云飞,杨晨霞,段毅文. 基于应用型本科人才培养的化工原理课程设计教学改革探索Ⅲ[J]. 内蒙古石油化工, 2017(1): 69-70.
- [7] 徐绍红,张伟,李红玲. 加大过程性评价权重,培养学生自主学习能力的实践探索[J]. 河南化工, 2020, 37(4): 64-66.

(上接第 134 页)

表 6 不同原料制备碱式碳酸铜最佳反应条件
Table 6 Optimal reaction condition for preparation of basic cop carbonate with different substrates

反应物	最佳物质的量比	最佳反应温度/℃	最佳反应时间/min	最高产率/%
硫酸铜+碳酸钠	1:1.2	60	4.0	90.4
硝酸铜+碳酸钠	1:1.2	70	4.0	96.3
硫酸铜+碳酸氢钠	1:2.4	50	3.0	73.9
硝酸铜+碳酸氢钠	1:2.4	50	3.0	75.1

3 结 论

笔者在教学中强化了条件探索意识,加大了实验梯度,增加实验的梯度可以使实验现象对比更加明显,学生更容易做出正确的选择,有利于学生独立设计实验的培养。在四组制备反应中以硝酸铜与碳酸钠制备反应的产率最高,产率最高可达 96.3%; 硫酸铜与碳酸钠的产率次之,产率最高为 90.4%; 硝酸铜与碳酸氢钠产率再次之,产率最高为 75.1%; 硫酸铜与碳

酸氢钠的产率最低,产率最高仅为 73.9%。

参考文献

- [1] 钟莲云,廖安平. 大学无机化学实验碱式碳酸铜制备方法的优化[J]. 化学教育(中英文), 2019, 40(4): 50-54.
- [2] 赵彤莹. 碱式碳酸铜制备实验条件探讨[J]. 广东化工, 2017, 44(23): 7-40.
- [3] 陈凤江. 再研碱式碳酸铜的制备[J]. 化学教与学, 2017(12): 93-94, 97.
- [4] 曹继莲. 碱式碳酸铜制备实验的改进[J]. 化学教育(中英文), 2017, 38(14): 34-36.
- [5] 杨爽. 碱式碳酸铜的制备方法探讨[J]. 轻工标准与质量, 2016(3): 71-72.
- [6] 刘冰,吴路路. 碱式碳酸铜制备实验的教学设计[J]. 化学教育, 2016, 37(2): 24-28.
- [7] 王卫兵,赵跃强,孙鸿. 以硫酸铜为原料制备碱式碳酸铜的工艺条件研究[J]. 应用化工, 2014, 43(7): 1273-1275.
- [8] 张万强,王佳佳. 《碱式碳酸铜的制备》学生实验方案的改进研究[J]. 许昌学院学报, 2015, 34(5): 97-101.
- [9] 刘彦超. 碱式碳酸铜合成方法的研究[J]. 广东化工, 2015, 42(3): 3947.