

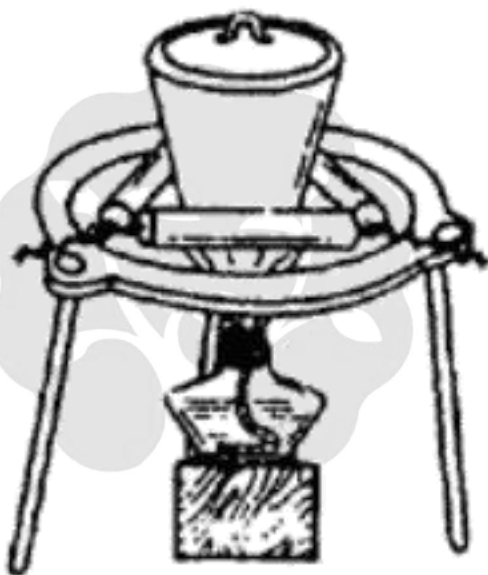


## 结晶水含量的测定

日期: \_\_\_\_\_ 时间: \_\_\_\_\_ 姓名: \_\_\_\_\_  
Date: \_\_\_\_\_ Time: \_\_\_\_\_ Name: \_\_\_\_\_



### 初露锋芒



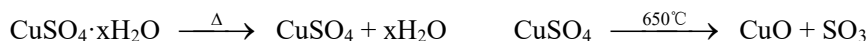
<b>学习目标</b>  <b>&amp;</b>  <b>重难点</b>	1、知道结晶水合物中结晶水含量的测定原理和方法。 2、初步学瓷坩埚、研钵、干燥器等仪器的正确使用。 3、了解恒重等基本实验技能。 4、掌握基础的误差分析。
	1、结晶水合物中结晶水含量的测定原理和方法。 2、恒重操作。 3、误差分析。



## 根深蒂固

## 一、实验原理

结晶水合物受热能够失去结晶水，硫酸铜晶体（蓝色）在 110℃ 开始失去部分结晶水，150℃ 时失去全部结晶水，生成白色的无水硫酸铜。650℃ 硫酸铜分解成黑色的氧化铜。



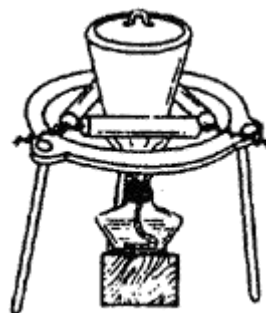
$$\frac{m(\text{CuSO}_4)}{160} : \frac{m(\text{H}_2\text{O})}{18} = 1 : x \quad x = \frac{160m(\text{H}_2\text{O})}{18m(\text{CuSO}_4)}$$

$$x = \frac{160(m_1 - m_2)}{18m_2} \quad \text{式中: } m_1 = m(\text{CuSO}_4 \cdot x\text{H}_2\text{O}), m_2 = m(\text{CuSO}_4)$$

## 二、实验仪器和装置

## 1. 瓷坩埚、坩埚钳、泥三角

瓷坩埚用于加热或灼烧固体物质，加热、灼烧时应放在泥三角上进行。热的瓷坩埚及坩埚盖取放时要用坩埚钳。



## 2. 干燥器

干燥器用于保存干燥的物质。由普通厚玻璃制成，内有带孔瓷板，玻璃盖与容器应与磨砂面保持吻合。容器内下部装有干燥剂（如无水氯化钙、碱石灰、浓硫酸等）。

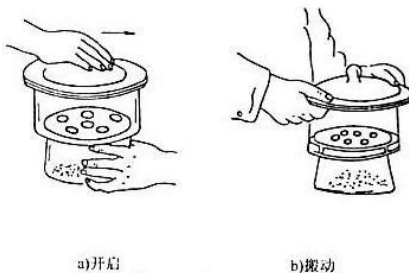


图2-17 干燥器的使用

脱水后的白色  $\text{CuSO}_4$  粉末和坩埚要放在干燥器里进行冷却，因为  $\text{CuSO}_4$  具有很强的吸湿性，在空气中会重新吸水形成水合物。

## 【知识拓展】

化学干燥剂脱水原理分为两种：

- ① 与水可逆地结合生成水合物，如氯化钙、硫酸镁等；
- ② 干燥剂与水发生不可逆的化学反应，生成新的化合物。

注意：选用干燥剂时，必须注意不与被干燥的物质发生化学反应，不溶于被干燥的物质中。

### 三、实验

#### 1. 实验操作

- (1) 研磨：在研钵中用研棒将硫酸铜晶体研碎。
- (2) 称量：准确称量干燥的瓷坩埚的重量，并记下瓷坩埚的质量  $m_0$ ，并用此坩埚准确称取一定质量已研碎的硫酸铜晶体，并记下坩埚和硫酸铜晶体的质量  $m_1$ 。
- (3) 加热：加热晶体，使其失去全部结晶水（由蓝色完全变为白色）。
- (4) 称量：在干燥器内冷却后称量，并记下瓷坩埚和无水硫酸铜的质量  $m_2$ 。
- (5) 再加热、再称量至恒重：把盛有无水硫酸铜的瓷坩埚再加热，再放入干燥器里冷却后再称量，并记下瓷坩埚和无水硫酸铜的质量，到两次称量的质量相差不超过  $0.001\text{g}$  为止。
- (6) 计算：根据实验测得的结果求硫酸铜晶体中结晶水的含量。

#### 2. 恒重操作

方法：\_\_\_\_\_。

意义：\_\_\_\_\_。

影响实验误差的其他因素：称量的准确性；晶体加热时是否飞溅；加热是否过头；硫酸铜晶体中是否含有杂质；仪器本身等。

#### 3. 注意事项

- (1) 晶体加热后先放在石棉网上稍冷却，之后一定要放在干燥器内冷却，以保证无水硫酸铜不会从空气中吸收水分。
- (2) 晶体要在坩埚底上摊开加热，有利于失去全部结晶水。
- (3) 加热时间不充分、加热温度过低(未全变白)，都会使晶体的结晶水没有全部失去。
- (4) 加热过程中，应慢慢加热(可改垫石棉网)，以防因局部过热而造成晶体溅失。
- (5) 加热温度过高或时间过长，会导致硫酸铜少量分解。

$$\frac{160(m_1 - m_2)}{18(m_2 - m_0)}$$

#### 【练习】

1. 以下关于坩埚的使用，错误的是（      ）
  - A. 加热时，应把坩埚放在泥三角上
  - B. 取放、移动坩埚时应使用坩埚钳
  - C. 坩埚加热时，要盖住坩埚盖不留空隙
  - D. 热的坩埚放在桌面上应垫有石棉网

2. 以下胆矾中结晶水含量的测定操作中，正确的是（ ）
- A. 加热胆矾晶体，开始用小火，后逐渐加大用大火加热  
B. 加热、冷却、称量重复两次即是恒重操作  
C. 加热后的冷却必须放在干燥器中  
D. 加热时发现晶体爆溅出坩埚，则估计再加一些
3. 在胆矾晶体中结晶水含量测定中，必须用天平测定的质量是（ ）
- ①胆矾的质量      ②无水  $\text{CuSO}_4$  的质量    ③瓷坩埚的质量    ④结晶水的质量  
⑤瓷坩埚+胆矾的质量      ⑥瓷坩埚+无水  $\text{CuSO}_4$  的质量
- A. ①和②                      B. ①和④                      C. ③、⑤和⑥                      D. ①、⑤和⑥

#### 四、硫酸铜晶体结晶水含量测定实验误差分析

能引起误差的一些操作	因变量		x 值
	$m(\text{CuSO}_4)$	$m(\text{H}_2\text{O})$	
称量的坩埚不干燥			
晶体表面有水			
晶体不纯，含有不挥发杂质			
晶体未研成细粉末			
粉末未完全变白就停止加热			
加热时间过长，部分变黑			
加热后在空气中冷却称量			
加热过程中有少量晶体溅出			
两次称量相差 $>0.1\text{g}$			



## 枝繁叶茂

### 知识点 1：计算

**【例 1】**在质量为  $G$  g 的瓷坩埚里，加入  $\text{BaCl}_2 \cdot n\text{H}_2\text{O}$  晶体后，称得质量为  $W_1$  g，加热使结晶水全部失去，冷却后的  $W_2$  g。则  $n$  值为（ ）

- A.  $\frac{208(W_1 - W_2)}{18(W_2 - G)}$       B.  $\frac{208(W_2 - W_1)}{18(W_2 - G)}$
- C.  $\frac{18(W_2 - G)}{208(W_1 - W_2)}$       D.  $\frac{208(W_2 - G)}{18(W_1 - W_2)}$

**变式 1：**取某结晶水合物  $(A \cdot n\text{H}_2\text{O})$   $p$  g，加热使结晶水全部失去后，质量变为  $q$  g，由此可以得知  $A$  的相对分子质量为（ ）

- A.  $\frac{18pn}{q}$       B.  $\frac{18pn}{p-q}$       C.  $\frac{18qn}{p}$       D.  $\frac{18qn}{p-q}$

**变式 2：**已知有  $\text{Na}_2\text{SO}_4 \cdot x\text{H}_2\text{O}$  32.2g 小心加热至质量不变，所得固体的质量为 14.2g，求该晶体的结晶水的系数  $x$  为多少？

### 【方法提炼】

求结晶水中结晶水含量的计算，都可以采用通式  $N(\text{H}_2\text{O}) = n(\text{H}_2\text{O}) / n(\text{失去结晶水后的盐})$  进行解题。

### 知识点 2：误差分析

**【例 2】**实验室测定  $\text{CuSO}_4 \cdot x\text{H}_2\text{O}$  晶体里结晶水的  $n$  值时，出现了 3 中情况：

- ①晶体中含有受热不分解的物质；  
②晶体尚带蓝色，即停止加热；  
③晶体脱水后放在实验桌上冷却，再称量。时实验结果偏低的原因是（ ）

- A. ①②      B. ①③      C. ②③      D. ①②③

**变式 1:** 某硫酸铜晶体的样品, 其结晶水含量的测定值明显偏小, 产生该实验结果的原因可能是 ( )

- A. 原样品未彻底干燥
- B. 坩埚上含有加热不分解的污迹
- C. 原样品中含有少量硫酸镁晶体 ( $\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ )
- D. 原样品中含有少量硫酸钠固体

**变式 2:** 在进行硫酸铜晶体中结晶水含量的测定中, 会出现各种情况, 请说明下列几种情况分别对实验结果会产生什么影响 (填“偏大”、“偏小”或“无影响”)? 并简述原因。

(1) 胆矾晶体的样品中含有加热时不分解的杂质。

(2) 使用前, 瓷坩埚未干燥, 含少量水滴。

(3) 加热胆矾晶体时, 有一部分晶体爆溅出坩埚外。

(4) 加热胆矾晶体时, 结晶水没有完全逸出。

(5) 加热后, 盛硫酸铜粉末的瓷坩埚在空气中冷却。

(6) 搅拌的玻璃棒上沾有少量硫酸铜粉末, 并且未称量。

(7) 加热晶体的时间较长, 温度较高, 在加热后的固体粉末中出现黑色。

#### 【方法提炼】

无论是何种错误操作, 均需考虑加热前后的质量差, 质量差与最后的结果成正比。

### 知识点 3：综合实验

【例 3】在测定硫酸铜结晶水的试验中：

(1) 加热前应将晶体放在\_\_\_\_\_中研碎，加热时放在\_\_\_\_\_中进行，加热失水后，应放在\_\_\_\_\_中冷却。

(2) 判断是否完全失水的方法是\_\_\_\_\_。

(3) 做此实验，最少应进行称量操作\_\_\_\_\_次。

(4) 下面是某学生实验的一次数据，请完成计算，填入下面的表中。

坩埚质量	坩埚与晶体总质量	加热后坩埚与固体总质量	测得晶体中结晶水个数
11.7g	22.7g	18.6g	

(5) 这次实验中产生的误差原因可能是\_\_\_\_\_所造成的。

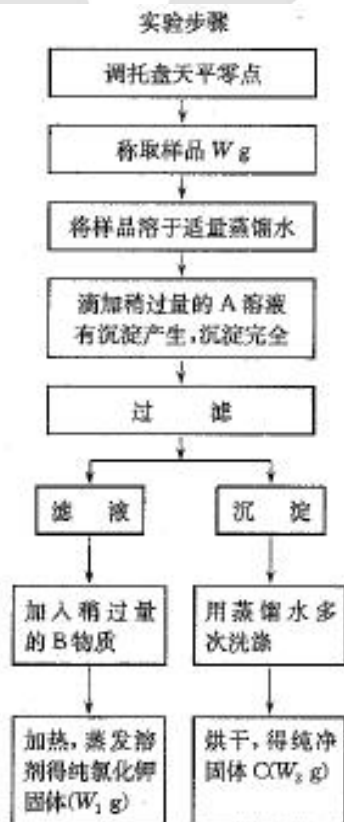
A. 硫酸铜晶体中含有不挥发性杂质

B. 实验前晶体表面有吸收的水

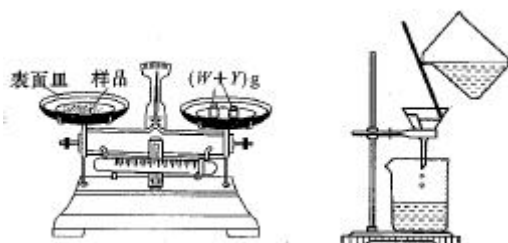
C. 加热时有晶体飞溅除去

D. 加热失水后露置在空气中冷却

**变式 1：**实验室中有一瓶氯化钾和氯化钙的固体混合物，通过以下的实验可确定该混合物中氯化钾和氯化钙的质量比，还可制得纯净的氯化钾。根据实验步骤填写下列空白：



- (1) 调整零点时, 若指针偏向左边, 应将左边的螺丝帽向\_\_\_\_\_ (填“左”或“右”) 旋动。
- (2) 某学生用已知质量  $Y\text{g}$  的表面皿, 准确称取  $W\text{g}$  样品。他在托盘天平的右盘上放入  $(W+Y)\text{g}$  砝码, 在左盘的表面皿中加入样品, 这时指针偏向右边 (如左下图所示), 下面他的操作应该是\_\_\_\_\_ , 使



- (3) 加入的 A 是\_\_\_\_\_ , 检验 A 是否过量的方法是\_\_\_\_\_。
- (4) 过滤时, 某学生的操作如右上图, 请用文字说明图中的错误\_\_\_\_\_。
- (5) 滤液中加入的 B 物质是\_\_\_\_\_。应该加入过量的 B 物质, 理由是\_\_\_\_\_。
- (6) 为了检验沉淀是否洗净, 应在最后几滴洗涤液中加入\_\_\_\_\_ , 若\_\_\_\_\_ , 表示沉淀已洗净。
- (7) 得到的固体 C 是\_\_\_\_\_。
- (8) 该混合物中氯化钾和氯化钙质量比的计算式是\_\_\_\_\_。
- (9) 配制  $100\text{mL } 0.20\text{mol/L}$  氯化钾溶液: 某学生将准确称量的  $1.49\text{g}$  氯化钾固体放入烧杯中, 加入约  $30\text{mL}$  蒸馏水, 用玻璃棒搅拌使其溶解。将溶液由烧杯倒入  $100\text{mL}$  容量瓶中, 然后往容量瓶中小心地加蒸馏水, 直到液面接近刻度  $2\sim 3\text{cm}$  处, 改用胶头滴管加蒸馏水, 使溶液凹液面最低点恰好与刻度相切, 把容量瓶盖紧, 再震荡摇匀。该学生操作中的错误是\_\_\_\_\_和\_\_\_\_\_。

**变式 2:** 某硫酸钠晶体 ( $\text{Na}_2\text{SO}_4 \cdot n\text{H}_2\text{O}$ ) 中含少量氯化钠, 为了测定  $n$  值和杂质含量, 进行下列实验。

- (1) 在实验过程中, 要用到下列仪器中的 (选填编号) \_\_\_\_\_。
- ①容量瓶    ②天平    ③烧杯    ④锥形瓶    ⑤漏斗    ⑥干燥器    ⑦长颈漏斗    ⑧试管  
⑨坩埚    ⑩酒精灯
- (2) 从下列操作中, 选用必要的实验步骤, 按操作先后顺序排列 (填编号) 的是\_\_\_\_\_。
- ①取硫酸钠晶体样品, 在天平上称量;  
②再加热片刻, 然后再干燥器内冷却后, 称量;  
③加足量  $\text{BaCl}_2$  溶液, 充分搅拌, 静置后过滤;  
④将过滤出的沉淀, 干燥后称量;  
⑤在干燥器内冷却后, 称量;  
⑥将加热后的固体加适量水溶解;  
⑦在一定容器内充分加热。



(3) 在以上正确的操作中, 若取样品  $a\text{ g}$ , 沉淀质量为  $w\text{ g}$ , 加热后固体质量为  $c\text{ g}$ 。

求: ①  $a\text{ g}$  硫酸钠晶体中含氯化钠为多少克?

②求  $\text{Na}_2\text{SO}_4 \cdot n\text{ H}_2\text{O}$  晶体中  $n$  的数值。

### 【方法提炼】

硫酸铜结晶水含量测定实验是一个基本的定量实验, 实验的关键是加热过程中使晶体中的结晶水全部失去水分。为了保证失去全部的结晶水, 实验中要加热、称量、再加热、再称量, 直到最后两次称量值不超过  $0.001\text{ g}$ 。注意此实验最少要称量 4 次。



### 瓜熟蒂落

- 胆矾中结晶水含量测定的实验, 不必使用的仪器是 ( )  
A. 坩埚                      B. 天平                      C. 干燥器                      D. 量筒
- (双选) 用瓷坩埚加热  $\text{CuSO}_4 \cdot x\text{H}_2\text{O}$  的方法测定  $x$  的数值, 当测定过程中出现下列情况, 能使测得的  $x$  值偏低的是 ( )  
A. 硫酸铜晶体尚带淡蓝色便停止加热  
B. 晶体加热至恒重时, 立即放入干燥器内, 冷却后称量  
C. 硫酸铜晶体中含有受热不分解的杂质  
D. 硫酸铜晶体加热至变黑才停止加热
- 在空气中加热  $4.8\text{ g}$  铜粉, 使其全部变成氧化铜, 然后把氧化铜放在足量稀硫酸中, 待反应完毕后, 再加热蒸发溶剂。那么, 最多可制得硫酸铜晶体的质量是 ( )  
A.  $9.38\text{ g}$                       B.  $18.75\text{ g}$                       C.  $12.0\text{ g}$                       D.  $24.0\text{ g}$
- (双选) 硫酸铜结晶水含量测定的实验中, 若操作正确而实验测得的硫酸铜晶体中结晶水的含量偏低, 其原因可能有 ( )  
A. 被测样品中含有加热不挥发的杂质                      B. 被测样品中含有加热易挥发的杂质  
C. 实验前被测样品已有部分失水                      D. 加热前所用的坩埚未完全干燥

5. 在测定硫酸铜晶体结晶水含量时，判断胆矾加热到完全失去结晶水的依据是（ ）
- A. 固体质量不再减少                      B. 固体质量不断减少
- C. 加热时无水蒸气逸出                      D. 胆矾晶体由蓝变白
6. 测定硫酸铜晶体中结晶水含量的实验中，进行质量恒定操作时，要求两次称量结果相差不超过（ ）
- A. 1g                      B. 0.1g                      C. 0.01g                      D. 0.001g
7. 下列几种结晶水合物，不能用测定硫酸铜晶体中结晶水的方法来测定结晶水含量的是（ ）
- A.  $\text{Na}_2\text{SO}_4 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$                       B.  $\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$
- C.  $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$                       D.  $\text{Na}_2\text{CO}_3 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$
8. 某温度下，向足量的硫酸铜饱和溶液中加入 1.6g 无水硫酸铜粉末，下列说法正确的（ ）
- A. 析出晶体为 1.60g                      B. 析出晶体为 2.50g
- C. 析出晶体的质量介于 1.60~2.50g 之间                      D. 析出晶体的质量大于 2.50g
9. 某同学进行胆矾结晶水测定实验，得到以下①-④组数据：

编号	加热前		加热后
	坩埚质量/g	坩埚+胆矾质量/g	坩埚+无水 $\text{CuSO}_4$ 质量/g
①	5.0	7.5	6.6
②	5.42	7.95	6.8
③	5.5	8.0	7.1
④	5.0	7.5	6.8

实验数据表明有两次实验失误，失误的实验是（ ）

- A. ①和②                      B. ②和④                      C. ①和③                      D. ③和④
10. 测定硫酸铜晶体 ( $\text{CuSO}_4 \cdot x\text{H}_2\text{O}$ ) 中结晶水含量的数据如下表：

质量	第一次	第二次
瓷坩埚( $m_0$ )	15.688g	电子天平置 0
瓷坩埚+硫酸铜晶体 ( $m_1$ )	17.668g	2.056g
瓷坩埚+无水硫酸铜晶体 ( $m_2$ )	16.962g	1.345g

试计算：第一次实验  $x =$  \_\_\_\_\_（取小数点后两位，下同）；

第二次实验  $x =$  \_\_\_\_\_；

两次实验平均值  $x =$  \_\_\_\_\_；

本次实验误差=\_\_\_\_\_。

11. 某同学进行硫酸铜晶体结晶水含量的测定实验。完成下列填空：

【实验步骤】

- (1) 用\_\_\_\_\_（填仪器名称，下同）准确称量瓷坩埚的质量。
- (2) 在瓷坩埚中加入约 2 g 研细的硫酸铜晶体，并称量。
- (3) 把盛有硫酸铜晶体的瓷坩埚放在泥三角上慢慢加热，直到蓝色完全变白，然后把坩埚移至\_\_\_\_\_中冷却到室温，并称量。
- (4) 重复(3)的实验进行恒重操作，直至两次称量结果相差不超过 0.001 g。

【数据记录与处理】

	第一次实验	第二次实验
坩埚的质量 (g)	29.563	30.064
坩埚+试样的质量 (g)	31.676	32.051
恒重后，坩埚+硫酸铜的质量 (g)	30.911	31.324
$x$ 的值	5.05	5.13

根据上表中的数据处理结果，计算本次实验的相对误差为\_\_\_\_\_ %（已知  $x$  的理论值为 5）。

【分析与讨论】

- (1) 做一次实验，至少需要加热\_\_\_\_\_次（填数字，下同）；至少需要称量\_\_\_\_\_次。
- (2) 恒重操作的目的是\_\_\_\_\_。
- (3) 重复两次实验求  $x$  平均值的目的是\_\_\_\_\_。
- (4) 实验值比理论值偏大的原因可能是\_\_\_\_\_（填编号）。
  - a. 加热过程中有晶体溅出
  - b. 被测样品中含有加热不挥发的杂质
  - c. 实验前，晶体表面潮湿
  - d. 晶体灼烧后直接放在空气中冷却

12. 测定硫酸铜晶体 ( $\text{CuSO}_4 \cdot x\text{H}_2\text{O}$ ) 中  $x$  值的实验过程如下：



- (1) 下列是实验中用到的几种仪器，仪器与对应名称正确的是\_\_\_\_\_。



a. 研钵



b. 镊子



c. 坩埚



d. 三角架

- (2) “灼烧”时热源选用的是酒精灯而不是酒精喷灯，理由是\_\_\_\_\_；“冷却”放在\_\_\_\_\_中(填仪器名称)。
- (3) “恒重”操作的目的是\_\_\_\_\_；  
判断“恒重”的依据是\_\_\_\_\_。

(4) 下面是某学生实验的一次数据, 请完成计算

坩埚质量	坩埚与晶体总质量	加热后坩埚与固体总质量
11.721g	22.692g	18.631g

$X =$  \_\_\_\_\_; (精确到 0.01)

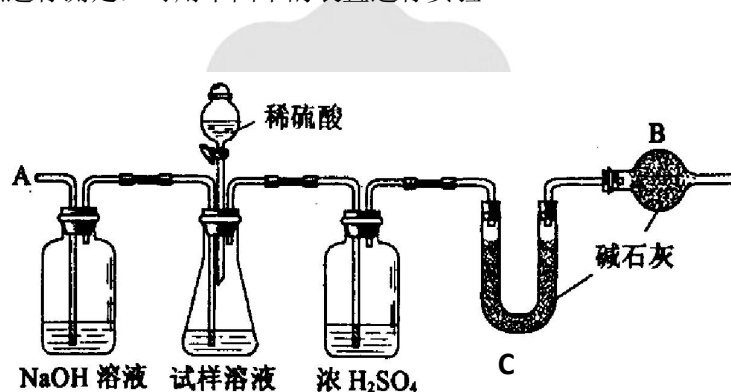
实验相对误差是 \_\_\_\_\_。(保留小数点后一位)

(5) 这次实验中产生误差的原因可能是 \_\_\_\_\_ 所造成的。

- a. 硫酸铜晶体中含有不挥发性杂质
- b. 在加热过程发现有黑色物质生成
- c. 加热时有晶体飞溅出来
- d. 加热失水后露置在空气中冷却

13. 为测定碳酸氢钠纯度 (含有少量氯化钠), 学生设计了如下几个实验方案 (每个方案均称取  $m_1$  g 样品), 请回答每个方案中的问题。

[方案 I] 选用重量法进行测定: 可用下图中的装置进行实验。



(1) A 装置中 NaOH 溶液的作用是 \_\_\_\_\_, 若直接向试样溶液中鼓入空气会导致实验测定结果 \_\_\_\_\_ (填“偏高”、“偏低”或“无影响”)

(2) 该方案需直接测定的物理量是 \_\_\_\_\_。

[方案 II] 选用滴加 HCl 进行测定:

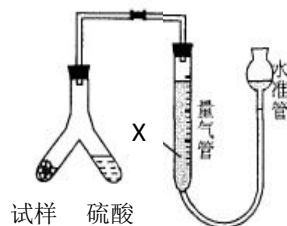
(3) 称取  $m_1$  g 样品, 配成 100mL 溶液, 取出 20mL, 用  $c$  mol/L 的标准 HCl 溶液逐滴滴加, 消耗体积为  $v$  mL 时恰好完全反应, 则该试样中碳酸氢钠质量分数的计算式为: \_\_\_\_\_。

[方案 III] 选用气体体积法进行测定: 可用右图中的装置进行实验。

(4) 为了减小实验误差, 量气管中加入的液体 X 为 \_\_\_\_\_。

(5) 通过实验, 测得该试样中碳酸氢钠质量分数偏低, 产生这种现象的原因可能是 \_\_\_\_\_

- a. 测定气体体积时未冷却至室温
- b. 测定气体体积时水准管的水面高于量气管的水面
- c. Y 型管中留有反应生成的气体
- d. 气体进入量气管前未用浓硫酸干燥



[方案 IV]其操作流程如下:



(6) 操作 II 的名称是\_\_\_\_\_.

(7) 实验中需要的仪器有电子天平、蒸发皿、玻璃棒等, 还需要的玻璃仪器是\_\_\_\_\_.

(8) 在转移溶液时, 如溶液转移不完全, 则碳酸氢钠质量分数的测定结果\_\_\_\_\_ (填“偏高”、“偏低”或“无影响”)

14. 硫酸铜晶体在不同温度下可失去部分或全部结晶水甚至分解成氧化物。某学生在不同温度下给 8.000 g 硫酸铜晶体加热 (温度逐渐升高), 实验结果记录如下:

实验次序	温度 ( $^{\circ}\text{C}$ )	冷却后剩余固体的质量 (g)
1	102	6.848
2	113	5.696
3	258	5.120
4	570	2.560

(1) 第 1 次实验后, 试样晶体失去结晶水的质量是\_\_\_\_\_ g。

(2) 通过计算确定第二次实验后固体物质的化学式为\_\_\_\_\_。

(3) 第四次实验后, 剩余固体为一种黑色粉末 (假设为纯净物), 将该黑色粉末溶解于稀硫酸 中, 至少需要 0.50mol/L 的稀硫酸多少毫升? (写出计算过程)