

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。通过学习进一步完善和掌握化学实验的整体知识。

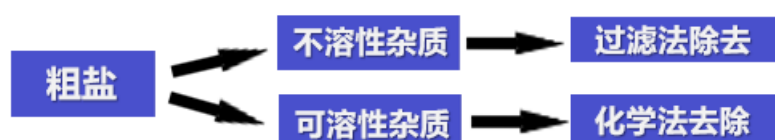
第四章 由粗食盐制备试剂级氯化钠

一. 实验目的

1. 掌握由粗盐制备试剂级氯化钠的方法及提纯的原理；
2. 学习固体溶解、蒸发浓缩、结晶过程及注意事项；
3. 了解固液分离的基本操作；
4. 练习台秤和加热操作。

二. 实验原理

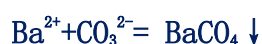
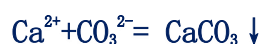
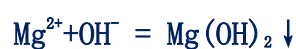
1. 粗盐成分及去除：粗食盐中，除含有泥砂等不溶性杂质外，还含有钙、镁、钾的卤化物和硫酸盐等可溶性杂质。不溶性杂质可以通过过滤法除去，可溶性杂质可采用化学法，加入某些化学试剂，使之转化为沉淀滤出。具体去除方法如下：



- ① 硫酸根的去除：即在粗食盐溶液中，加入稍过量的氯化钡溶液，



- ② 滤液中 Ca^{2+} ， Mg^{2+} 及过量的 Ba^{2+} 的去除：加入适量的氢氧化钠和碳酸钠溶液，使其转化为沉淀，产生的沉淀用过滤的方法除去，



③ 过量的氢氧化钠和碳酸钠可用纯盐酸中和除去。少量氯化钾等可溶性杂质因含量少，溶解度较大，在蒸发、浓缩和结晶过程中，仍然留在母液中而与氯化钠分离。

三. 仪器与材料

1. 仪器：台秤、烧杯、布氏漏斗、量筒、吸滤瓶、循环水真空泵蒸发皿。

2. 药品： HCl ($2\text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$)； NaOH ($2\text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$)； BaCl_2 ($1\text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$)、 Na_2CO_3 ($1\text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$)、 $(\text{NH}_4)_2\text{CO}_3$ ($0.5\text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$)、粗食盐 (s)；pH 试纸、滤纸。

四. 实验预习

固体物质的溶解、蒸发及结晶

1. 溶解

在化学实验中，为使反应物混合均匀，以便充分接触、迅速反应，或为提纯某些固体物质，常需将固体物质溶解，制成溶液。

溶解前，应根据固体物质的性质，选择适当的溶剂。水通常是溶解固体的首选溶剂，凡是可溶于水的固体物质应尽量选择水作溶剂。某些金属的氧化物、硫化物、碳酸盐及钢铁、合金等难溶于水的物质，可选用盐酸、硝酸、硫酸或混合酸等无机酸加以溶解。大多数有机化合物需要选择极性相近的有机溶剂进行溶解。

当固体颗粒较大时，在溶解前应进行粉碎。固体的粉碎可在干净的研钵中进行。研钵中所盛固体的量不要超过研钵容积的 $1/3$ 。

溶解固体时，常用搅拌和加热的方法来加快溶解速度。① 搅拌不仅可加速溶质的扩散，加快溶解速度，也可以使溶液的浓度和温度均匀。用搅拌棒搅动时，应手持搅拌棒并转动手腕使搅拌棒在溶液中均匀地转圈，不要用力过猛，不要使搅拌棒碰在器壁上，以免损坏容器。② 加热一般可加快固体物质的溶解速度，加热时应根据物质的热稳定性，选用直接加热或用水浴等间接加热的方法。

另外，在试管中溶解固体时，可用振荡试管的方法加速溶解，振荡时不能上下振荡，也不能用手堵住试管口来回振荡。

2. 蒸发（浓缩）

采用加热的方法，使溶剂（如水）不断减少的过程叫蒸发（浓缩）。蒸发（浓缩）时，也应根据物质的热稳定性，选用直接加热或水浴等间接加热的方法。蒸

发（浓缩）的速度不仅和温度的高低有关，而且和被蒸发液体表面积大小有关。蒸发通常在蒸发皿中进行，因为它的表面积较大，有利于加速蒸发。蒸发皿内所盛液体的量不应超过其容积的 $\frac{2}{3}$ ，以防液体溅出。如果液体量较多，蒸发皿一次盛不下，可随水分的不断蒸发而继续添加液体。注意：不要使蒸发皿骤冷，以免炸裂。

当物质的溶解度较大且随温度的下降而变小时，应蒸发到溶液表面出现晶膜才可停止。若物质的溶解度较小或高温时溶解度较大而室温时溶解度较小，则不必蒸发到液面出现晶膜即可冷却析晶。如果物质的溶解度随温度变化不大（如氯化钠），为了获得较多的晶体，需要在结晶析出后继续蒸发（若结晶时希望得到较大的晶体，则不宜浓缩得太浓）。

3. 结晶

结晶是指溶液经蒸发（浓缩）达到饱和或过饱和后，从溶液中析出晶体的过程。析出晶体颗粒的大小与结晶条件有关。当溶质的溶解度小、溶液的浓度高、溶剂的蒸发速度快、溶液冷却快或不断搅拌，析出的晶体颗粒就细小；反之，就可得到较大的晶体颗粒。从纯度来看，快速生成的细晶体，纯度较高；缓慢生长的大晶体，纯度较低，因为在大晶体的间隙易包裹母液或杂质而影响纯度。但晶体太小且大小不匀时，会形成稠厚的糊状物，挟带母液较多，不易洗净，也影响纯度。一般来说，溶液的过饱和程度越大，晶体析出的速度越快。过饱和是一种不稳定的状态，如果在过饱和溶液中加入一小粒晶体（晶种），搅拌溶液或用玻璃棒摩擦器壁，都可以引发晶核形成，加速晶体的析出。因此，在实际操作中，常根据需要，控制适宜的结晶条件，以得到大小合适的晶体颗粒，才有利于得到纯度较高的晶体。

4. 重结晶

当第一次得到的晶体纯度不合要求时，可将晶体溶于少量的溶剂中加热溶解，冷却后再重新从溶液中结晶析出，这一过程称为重结晶。重结晶是提高固体物质纯度的一个重要方法，待提纯物质中杂质的含量应小于5%。其原理是利用待提纯固体物质中各组分在某种溶剂中溶解度的不同，或在同一溶剂中不同温度时的溶解度不同，而达到使它们相互分离的目的。重结晶纯化物质的方法，只适用于那些溶解度随着温度上升明显增大的化合物，对溶解度受温度影响很小的化合物则不适用。

重结晶提纯法的一般过程：选择溶剂、溶解粗晶（制备饱和溶液）、除去杂

质、析出晶体（蒸发溶剂或冷却滤液）、收集和洗涤晶体、晶体干燥。如果析出的晶体纯度不合要求，可反复上述操作，进行多次重结晶，直至纯度达到要求。

1) 溶剂的选择

选择理想的溶剂是重结晶操作的关键，溶剂选择的原则一般是根据“相似相溶”的原理，通常无机化合物的重结晶以水为溶剂，而有机化合物的重结晶常用有机溶剂或混合溶剂。理想的溶剂必须具备的条件：① 不与被提纯物质起化学反应。② 在较高温度时能溶解多量的被提纯物质，而在室温或更低的温度时只能溶解很少量的该种物质。③ 杂质在热溶剂中不溶（可趁热过滤除去）或在冷溶剂中易溶（待结晶后，杂质留在母液中不随提纯物晶体一同析出）。④ 溶剂有适宜的沸点。溶剂沸点过低时制成饱和溶液和冷却结晶两步操作温差小，固体物溶解度改变不大，影响产率，而且低沸点的溶剂过滤操作时易损失；溶剂沸点过高，附着于晶体表面的溶剂不易除去。⑤ 溶剂无毒或毒性低，操作安全，回收率高。

2) 饱和溶液的制备

一般用锥形瓶或圆底烧瓶来溶解固体。用有机溶剂进行重结晶时，应安装回流冷凝管。在圆底烧瓶中加入已称量好的粗产品和沸石，先加少量溶剂，安装回流冷凝管，加热溶液至沸或近沸，再从冷凝管口继续滴加溶剂直至固体物全部溶解，记下溶剂用量。若需趁热过滤，则溶剂量还需再过量 20%。

3) 脱色或除去不溶性杂质

若溶液中有不溶性杂质应趁热过滤除去，若溶液有颜色则应用活性炭进行脱色处理。活性炭用量视杂质多少和颜色深浅而定，通常为粗产品质量的 1%~5%。具体方法：待沸腾的饱和溶液稍冷后，加入适量的活性炭（沸腾时加易引起暴沸），加热煮沸或回 5~10 min，然后趁热过滤。

4) 析晶

析晶即冷却结晶。一般析晶方法：在室温下，将饱和溶液静置，使之慢慢冷却至有晶体析出时，再用冷水或冰水进一步冷却，使析晶更完全。若溶液冷却后无晶体析出，可投入几粒小晶体（晶种），或用玻璃棒摩擦器壁，引发晶核形成，促使晶体析出。加入晶种的量不宜过多，而且加入后不要搅动，以免晶体析出太快影响纯度。为了使析出的晶体形状好、颗粒大小均匀、不含杂质和溶剂，需要控制好饱和溶液的冷却速度。若冷却速度太快，晶体颗粒太小，表面积大而易吸附杂质，加大洗涤的困难。因此，不宜急冷和剧烈搅动溶液。若冷却速度太慢，

晶体颗粒太大，易将母液和杂质包裹在晶体中。

5) 收集和洗涤晶体

通常采用减压过滤的方法将晶体从母液中分离出来。为了除去晶体表面的母液，应选择合适的溶剂对晶体进行洗涤。

6) 晶体的干燥

为了保证得到纯的晶体，必须对晶体进行干燥以彻底除去溶剂。具体的干燥方法要视溶剂的性质和晶体的稳定性来决定。溶剂的沸点比较低时，可在室温下自然干燥；溶剂沸点较高且晶体又不易分解和升华时，可用红外灯烘干或加热干燥；当晶体易吸水或吸水易发生分解时，应用真空干燥器干燥。

五. 实验内容

1. 粗食盐的溶解

在台秤上，称取 5.0 g 研细的粗食盐，放入小烧杯中，加约 20 mL 蒸馏水，用玻璃棒搅动，并加热使其溶解。

2. 去除泥沙等不溶物及 SO_4^{2-}

加热使溶解的盐溶液沸腾，在不断搅动下逐滴加入 1.5~2 mL $1 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$ BaCl_2 溶液至沉淀完全，继续加热煮沸数分钟，使 BaSO_4 颗粒长大而易于沉淀和过滤。为了试验沉淀是否完全，可将烧杯从热源上取下，待沉淀沉降后，在上层清液中加入 1~2 滴 BaCl_2 溶液，观察上层澄清液中是否还有混浊现象；若无混浊现象，说明 SO_4^{2-} 已完全沉淀，如果仍有混浊现象，则需继续滴加 BaCl_2 ，直至上层清液在加入一滴 BaCl_2 后，不再产生混浊现象为止。沉淀完全后，继续加热至沸，以使沉淀颗粒长大而易于沉降。趁热用倾析法分离，保留滤液，滤液移至干净烧杯中。

3. 除去 Ca^{2+} 、 Mg^{2+} 和过量的 Ba^{2+}

将滤液加热至沸，在微沸状态下，边搅拌边在滤液中加入 0.5 mL $2 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$ NaOH 和 2~3 mL $1 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$ Na_2CO_3 ，加热至沸，待沉淀沉降后，在上层清液中滴加 $1 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$ Na_2CO_3 溶液至不再产生沉淀为止，常压过滤，弃去沉淀，滤液移至干净的蒸发皿中。

4. 中和并去除多余 CO_3^{2-}

在滤液中逐滴加入 $2 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$ HCl ，加热，搅拌，去除二氧化碳，并用玻璃棒

沾取滤液在 pH 试纸上试验，直至溶液呈微酸性为止（ $\text{pH} \approx 5 \sim 6$ ）。为什么？

5. 去除 K^+

用水浴加热蒸发皿进行蒸发，浓缩至稀粥状的稠液为止，切不可将溶液蒸发至干。冷却后，减压抽滤、抽干，用少量乙醇洗涤晶体，将结晶放在蒸发皿中，在石棉网上用小火加热干燥。称出产品的质量，并计算产率。

六. 数据处理

1. 氯化钠产率

$$x = m/W \times 100\%$$

式中：x——氯化钠产率；m——提纯后氯化钠质量；W——粗盐质量

2. 试剂级氯化钠的识别

根据中华人民共和国国家标准 GB 1266—77，试剂级氯化钠的技术条件为：

- (1) 氯化钠含量不少于 99.8%；
- (2) 水溶液反应合格；
- (3) 杂质最高含量中 SO_4^{2-} 的标准为（以重量%计）：

规格	优级纯（一级）	分析纯（二级）	化学纯（三级）
含 SO_4^{2-}	0.001	0.002	0.005

七. 问题讨论

1. 为什么首先要把不溶性杂质与 SO_4^{2-} 一起除去？为什么要将硫酸钡过滤掉后才加碳酸钠？

答：

- 1) 首先把不溶性杂质与 SO_4^{2-} 一起除去可以减少过滤次数，而且除去 SO_4^{2-} 后，可以将沉淀 SO_4^{2-} 时加的过量的沉淀剂 Ba^{2+} 在之后的除杂中和 Ca^{2+} 和 Mg^{2+} 一起除去。
- 2) 将硫酸钡过滤掉后才加碳酸钠可以除尽溶液中的 SO_4^{2-} 离子。

2. 为什么在粗盐提纯过程中加氯化钡和碳酸钠后，均要加热至沸？

答：为了使产生的沉淀颗粒长大易于过滤。

3. 通入氯化氢气体前，为何要将氯化钠溶液浓缩至微晶出现？这种氯化氢法制备试剂氯化钠的原理是什么？

答：

1) 将氯化钠溶液浓缩至微晶出现时，氯化钠溶液已经过饱和，溶液中存在电离平衡 $\text{NaCl} = \text{Na}^+ + \text{Cl}^-$ 。当通入 HCl 气体时，由于 HCl 极易溶于水，形成氯化氢溶液，也会电离出 Cl^- ，使体系 Cl^- 浓度增大，电离平衡向逆方向移动，而析出 NaCl 。

2) 通入氯化氢气体，利用同离子效应得到氯化钠晶体。

4. 在产品干燥前，为什么要将氯化钠抽干？有何好处？

答：可除去滤液中少量的氯化钾等可溶性杂质。

5. 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。