

由海盐制备试剂级氯化钠

袁红梅, 赵雪英

(枣庄学院 化学化工系, 山东 枣庄 277160)

[摘要] 文章从两个视角对“从海盐中提取试剂级氯化钠”实验作以改进。以粗盐制取氯化氢气体, 弥补了原方案经济不合理的不足, 同时对学生进行了成本意识的教育; 改用磨口仪器并添加缓冲瓶, 改善了装置的安全性和可操作性。

[关键词] 氯化钠; 实验装置; 改进

[中图分类号] O6—3

[文献标识码] A

[文章编号] 1004—7077(2006)05—0054—02

1 原实验操作

在由海盐制备试剂级氯化钠及其纯度检验实验中, 纯化过程原理为: 粗食盐中含有泥沙、草木屑等不溶性杂质可通过过滤法除去, Ca^{2+} 、 Mg^{2+} 、 Fe^{3+} 、 SO_4^{2-} 、 CO_3^{2-} 等可溶性杂质离子可采用化学法, 选用合适的化学试剂使之转化为沉淀滤除。方法如下: 在粗食盐饱和溶液中, 加入稍过量的 BaCl_2 溶液, 再向溶液中加入适量的 NaOH 和 Na_2CO_3 溶液, 使溶液中的 Ca^{2+} 、 Mg^{2+} 、 Fe^{3+} 及过量的 Ba^{2+} 转化为相应的沉淀。

产生的沉淀用过滤的方法除去, 过量的氢氧化钠和碳酸钠可用盐酸中和除去。在提纯后的饱和 NaCl 溶液中仍然含有一定量的 K^+ , 若按传统的浓缩、结晶的方法制备无机离子化合物, 必须要进行重结晶提纯, 才能得到纯净的、具有指定规格的试剂级氯化钠。本实验选用向饱和 NaCl 溶液中通入 HCl 气体, 因同离子效应 NaCl 晶体析出。由于 KCl 的溶解度比 NaCl 的大, 无需对产品重结晶, K^+ 残留在母液中而被除掉。吸附在 NaCl 晶体上的 HCl 可用酒精洗涤除去, 再进一步用水浴加热, 除掉少量水、酒精和 HCl , 即得到纯度很高的 NaCl 。

2 原实验的不足处

通入氯化氢气体时, 本应产生氯化钠结晶, 但结晶不出现或者量很少。

实验完毕, 出现倒吸现象。

产率低, 杂质含量高。

实验完毕, 圆底烧瓶内试剂级氯化钠有结块、变黑现象, 仪器不容易清洗。

3 改进制备方法

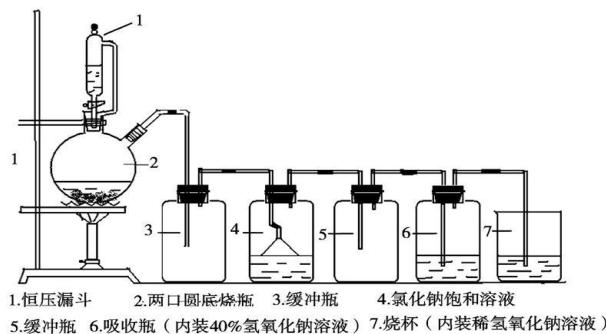
针对上述问题, 在对实验进行反复比较与探索基础上, 确定了如下的制备方案:

在台秤上称取 10g 粗食盐, 放入 100mL 小烧杯中, 再加入 35ml 水, 加热并搅动, 使其溶解。在不断搅动下, 往热溶液中滴加 1. 5~2mL $1\text{mol}\cdot\text{L}^{-1}$ BaCl_2 溶液, 继续加热煮沸数分钟, 使硫酸钡颗粒长大易于过滤。为检验沉淀是否完全, 将烧杯从石棉网上取下, 待沉淀沉降后, 沿烧杯壁在上层清夜中滴加 2~3 滴 BaCl_2 溶液, 如果溶液不出现混浊, 表明 SO_4^{2-} 已沉淀完全。如果发生混浊, 则应继续往热溶液中滴加 BaCl_2 溶液, 直至 SO_4^{2-} 沉淀完全为止。趁热加入 1mL $2\text{mol}\cdot\text{L}^{-1}$ NaOH

[收稿日期] 2006—05—17

[作者简介] 袁红梅(1970—), 女, 山东泰安人, 枣庄学院化学化工系教师, 主要从事分析化学教学与研究。

溶液并滴加 4~5 mL L^{-1} Na_2CO_3 溶液至沉淀完全为止, 过滤, 弃去沉淀, 把滤液倒入下图中的洁净广口瓶 4 中, 滴加 2 $\text{mol}\cdot\text{L}^{-1}$ 盐酸, 搅动, 赶尽 CO_2 , 使溶液的 pH 到 1 左右.



精制氯化钠装置图

称取 20g 粗食盐, 把它加入圆底烧瓶内. 关闭恒压漏斗旋塞, 往恒压漏斗中加入 20mL 的浓硫酸. 打开旋塞, 使浓硫酸慢慢滴入圆底烧瓶中. 待浓硫酸滴完后, 即关闭旋塞, 调节温度以控制气体发生的速率, 勿使反应进行得过猛. HCl 气体经缓冲瓶, 由导管经小玻璃漏斗导入处理过的饱和 NaCl 溶液中. 待 NaCl 晶体不再析出时, 即可停止通入 HCl 气体. 此时可将连接蒸馏烧瓶与缓冲瓶的橡皮管拔掉, 并趁热倒出蒸馏烧瓶中的残留物. 然后用减压过滤法把产品抽干, 用干净滴管吸取少量 95% 的乙醇淋洗产品 2~3 次. 最后在水浴上把产品烤干, 称量, 并计算产率.

4 改进实验后的优点

4.1 用粗食盐为原料制备氯化氢气体

选用粗食盐为原料优点是首先容易判断反应是否完全, 其次是降低实验成本, 再次是反应完毕仪器易于清洗, 不会发生结块、变黑现象. 另外, 用粗食盐代替试剂级氯化钠效果良好, 没有因为纯度不够而使产生的氯化氢气体量不足而造成实验效果不好.

4.2 在盛饱和氯化钠溶液的试剂瓶和内装 40% NaOH 溶液吸收瓶之间在连接缓冲瓶

这样在实验后期就不会发生因为产生的氯化氢气体量不足而发生 NaOH 溶液倒吸到氯化钠饱和溶液中造成实验失败.

4.3 用吸收装置中的 NaOH 溶液洗涤圆底烧瓶

废液利用效果好, 污染小.

4.4 改进前后产率比较

次数	1	2	3	4	5	6	7	8	9	平均产率
改进前(%)	49	54	60	61	59	62	55	89	48	59.7
改进后(%)	81	56	65	59	63	61	79	70	83	68.6

5 结论

以粗食盐为原料制备氯化氢气体从而精制氯化钠, 增加缓冲装置, 可得一级纯的氯化钠, 产率得以提高, 产品纯度可达到 90% 以上. 通过对该实验原料及装置的优化, 不仅提高了实验的成功率, 而且降低了实验成本, 实现了过程的绿色化.

参考文献

- [1] 北京师范大学无机化学教研室, 等. 无机化学实验(第三版)[M]. 北京: 高等教育出版社, 2001.