

Title/标题 粗食盐的提纯

8 班 12 号

Name/姓名 王天一 Student ID/学号 2023511044 Date/日期 2024/12/06 页码 1

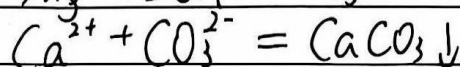
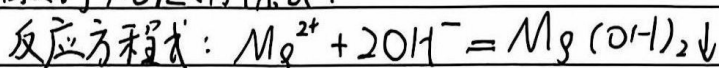
一、预习思考题

1. 粗食盐中可能含有哪些杂质?

粗食盐中可能含有不溶性杂质如泥沙、灰尘等,以及可溶性杂质如 K^+ , Ca^{2+} , Mg^{2+} , SO_4^{2-} 等。

2. 粗食盐中的杂质 Ca^{2+} 和 Mg^{2+} 要通过什么方法除去? 请写出反应方程式

通过加入 $NaOH$ 和 Na_2CO_3 溶液,使 Ca^{2+} 和 Mg^{2+} 分别生成氢氧化镁和碳酸氢钙沉淀而除去。



3. 进行“蒸发、浓缩”这一操作需要注意什么?

蒸发浓缩时应注意控制温度,防止溶液飞溅和过度加热导致溶液蒸干,应避免晶体析出过快,导致杂质夹带。同时要注意安全,防止烫伤。

二、仪器与试剂

仪器及材料: 电子天平, 磁力搅拌器, 离心机, 铁架台, 三角漏斗, 布氏漏斗, 抽滤瓶, 烧杯 (100ml, 50ml), 量筒 (10ml), 玻璃棒, 试管, 离心管, 表面皿, 搅拌子, 滤纸, pH 试纸

试剂 (均为分析纯, A.R.): 碳酸钠, 盐酸, 草酸铵, 氯化钡, 氢氧化钠, 乙醇, 醋酸, 镁试剂 (对硝基偶氮间苯二酚)

溶液: 1mol/L $BaCl_2$ (aq), 2mol/L HCl (aq), 2mol/L $NaOH$ (aq), 饱和 Na_2CO_3 溶液, 饱和 K_2CO_3 溶液, 75% 乙醇, 镁试剂 II 溶液 (0.01g 溶于 1L 2mol/L $NaOH$ 溶液), 6mol/L HAc (aq)

三、实验内容与步骤

1. 粗食盐的溶解与过滤

称量溶解: 用电子天平取 1.00g 粗食盐, 置于 100ml 烧杯中, 加入约 5ml 去离子水和一根搅拌子。

加热搅拌: 将烧杯置于磁力搅拌器上, 设定转速 200rpm, 加热至 80°C 搅拌至粗食盐完全溶解。

过滤: 若有不溶性杂质存在, 趁热进行常压过滤, 收集滤液于另一洁净烧杯中。

SIGNATURE/签字

DATE/日期

Title/标题 粗食盐的提纯

8 班 12 号

Name/姓名 王天一 Student ID/学号 2023511044 Date/日期 2024/12/06 页码 2

2. 除去 SO_4^{2-} 离子

加入试剂: 将滤液加热至近沸, 缓慢加入约 2 mL 1 mol/L 的 BaCl_2 溶液, 边加边搅拌。

继续加热 2~3 分钟, 使 BaSO_4 沉淀颗粒长大, 有利于后续过滤。

待沉淀下沉后, 取上层清液 1 mL 于离心管中, 加入几滴 2 M HCl 溶液和 1 M BaCl_2 溶液, 观察是否有浑浊。如有, 则继续加入 BaCl_2 溶液处理。

确认 SO_4^{2-} 离子已除尽后, 进行减压过滤, 滤液收集于烧杯中。

3. 除去 Ca^{2+} , Mg^{2+} 和过量的 Ba^{2+}

加热滤液, 加入 10 滴 2 mol/L NaOH 溶液和约 2 mL 饱和 Na_2CO_3 溶液, 边加边搅拌。

继续加热 2~3 分钟, 使沉淀颗粒长大。

待沉淀下沉后, 取上层清液 1 mL 于离心管中, 加入 1~2 滴饱和 Na_2CO_3 溶液, 观察是否有浑浊。如有, 则继续加入 Na_2CO_3 溶液。

确认金属离子已除尽后, 进行减压过滤, 滤液收集于洁净烧杯中。

4. 除去过量的 OH^- 和 CO_3^{2-} 离子

在搅拌下, 向滤液中逐滴加入 2 mol/L HCl 溶液, 直到不再有气泡产生, 溶液 pH 为 4~5。

5. 蒸发浓缩与结晶

蒸发浓缩: 将溶液置于磁力搅拌器上, 加热蒸发, 保持微沸状态, 浓缩至液面出现晶膜, 形成稀糊状。

停止加热, 冷却至室温。

进行减压过滤, 用少量 75% 乙醇洗涤晶体, 尽量抽干。

将晶体转移至称量好的表面皿上, 风干后称重, 计算收率。

6. 纯度检验

取粗食盐和精制食盐各 0.2 g, 分别溶于 4 mL 去离子水中, 各分装三份。

①. SO_4^{2-} 的检验

向第一组试管中, 各加入 1 滴 2 mol/L HCl , 再加 2 滴 1 mol/L BaCl_2 溶液。

SIGNATURE/签字

DATE/日期

Title/标题 粗食盐的提纯

8 班 12 号

Name/姓名 王天一 Student ID/学号 2023511044 Date/日期 2024/12/06 页码 3

观察是否有白色沉淀。

②. Ca^{2+} 的检验。

向第二组试管中各加入2滴 6mol/L HAc ，再加3滴饱和 K_2CO_3 溶液，观察是否有白色沉淀。

③. Mg^{2+} 的检验。

向第三组试管中各加入2滴 2mol/L NaOH 溶液，再加3滴镁试剂Ⅱ溶液，观察颜色变化。

SIGNATURE/签字

DATE/日期