



粗食盐的提纯

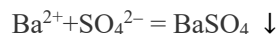
一、实验目的

1. 学习提纯粗食盐的原理及方法。
2. 掌握溶解、沉淀、常压过滤、减压过滤、蒸发浓缩、结晶等实验操作。
3. 了解 Ca^{2+} 、 Mg^{2+} 、 SO_4^{2-} 等离子的定性鉴定方法。
4. 了解盐类溶解度知识和沉淀溶解平衡原理的应用。

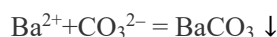
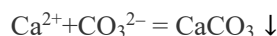
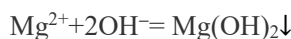
二、实验原理

粗食盐提纯是指将盐中所含有的杂质提取出来，从而制得纯净的盐。粗食盐中含有泥沙等不溶性杂质，以及可溶性杂质如： K^+ 、 Ca^{2+} 、 Mg^{2+} 、 SO_4^{2-} 等。将粗食盐溶于水后，先用物理分离的方法（过滤）除去不溶性杂质。然后，通过化学分离的方法除去可溶性杂质，向粗食盐溶液中加入能与杂质离子作用的化学试剂，使之转化为沉淀后过滤除去，如 Ca^{2+} 、 Mg^{2+} 、 SO_4^{2-} 可通过加入 BaCl_2 、 NaOH 和 Na_2CO_3 溶液，生成沉淀而除去，具体方法和原理如下：

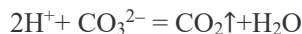
- (1) 在粗食盐溶液中加入稍过量的 BaCl_2 溶液，可将 SO_4^{2-} 离子转化为 BaSO_4 沉淀，过滤除去 SO_4^{2-} 离子。



- (2) 在粗食盐溶液中加入依次 NaOH 和 Na_2CO_3 溶液，使溶液中的 Mg^{2+} 、 Ca^{2+} 及加入的过量 Ba^{2+} 离子分别转化成 $\text{Mg}(\text{OH})_2$ 、 CaCO_3 和 BaCO_3 沉淀后过滤除去。



- (3) 用稀 HCl 溶液调节食盐溶液的 pH 至 4~5，除去溶液中过量的 OH^- 和 CO_3^{2-} 离子。



粗食盐溶液中的 K^+ 不与上述试剂作用，仍留在溶液中。在蒸发和浓缩溶液时，由于 NaCl 的溶解度小，先结晶出来，过滤时，溶解度大而含量少的 KCl 则留在残液中被除去。吸附在 NaCl 晶体表面上微量的 HCl 可用乙醇洗涤除去。从而得到较纯净的精食盐颗粒。

粗食盐中可溶性杂质去除流程图如图 1 所示。

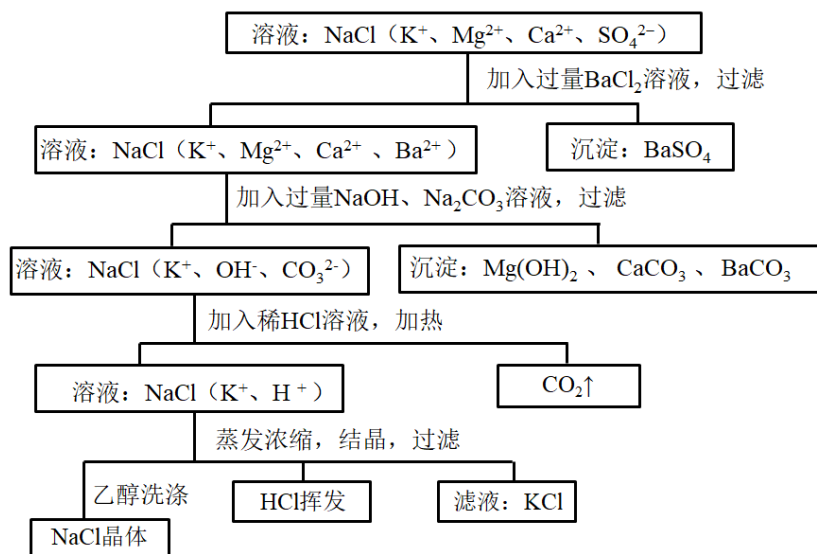


图 1 粗食盐中可溶性杂质去除流程图

三、实验仪器和试剂

仪器及材料: 电子天平, 磁力搅拌器, 离心机, 铁台, 三角漏斗, 布氏漏斗, 抽滤瓶, 烧杯, 量筒, 玻璃棒, 试管, 离心管, 表面皿, 搅拌子, 滤纸, pH 试纸

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

溶液: 1 mol/L BaCl₂ 溶液, 2 mol/L HCl 溶液, 2 mol/L NaOH 溶液, 饱和 Na₂CO₃ 溶液, 饱和 K₂C₂O₄ 溶液, 75%乙醇, 镁试剂 II 溶液 (0.01 g 溶于 1 L 2 mol/L NaOH 溶液中), 6 mol/L HAc 溶液

四、实验步骤

1. 粗食盐的提纯

(1) 粗食盐溶解

用天平称取 1.00 g 粗食盐于 100 mL 洁净的烧杯中, 用量筒量取约 5 mL 去离子水, 倒入烧杯中, 放入搅拌子。将烧杯置于磁力搅拌器工作盘上, 设定转速为 200 rpm, 温度为 200 °C, 加热溶解粗食盐, 观察溶液是否变浑浊。待烧杯中的盐全部溶解后, 过滤除去不溶性杂质。

(2) SO₄²⁻离子的去除

将溶液加热至近沸, 边搅拌边慢慢滴加 1 mol/L 的 BaCl₂ 溶液, 直至 SO₄²⁻离子沉淀完全 (约 2 mL), 继续加热 2~3 min, 使 BaSO₄ 沉淀颗粒长大易于沉降。为避免烧杯内的水分因蒸发减少, 在烧杯上方盖上一个表面皿 (凹面朝上)。

待沉淀颗粒沉降后, 取约 1 mL 上层溶液至离心管, 离心分离, 向离心管中的上清液中加几滴 2 mol/L HCl, 再加几滴 1 mol/L 的 BaCl₂ 溶液, 如有白色浑浊现象, 表示 SO₄²⁻离子尚未除尽, 需再补加 BaCl₂ 溶液直至完全除尽 SO₄²⁻离子。离心管中的溶液不要弃去, 倒回



烧杯中。减压过滤，滤液收集于烧杯中。

(3) Ca^{2+} 、 Mg^{2+} 和过量的 Ba^{2+} 离子的去除

加热上述滤液，边搅拌边滴加 10 滴 2 mol/L NaOH 溶液和饱和 Na_2CO_3 溶液(约 2 mL)，继续加热 2~3 min，使沉淀颗粒长大易于沉降。

为检验盐溶液中的 Ca^{2+} 、 Mg^{2+} 和 Ba^{2+} 是否沉淀完全，可将烧杯移至铁台上，待溶液中的沉淀下沉后，取出约 1 mL 上层溶液至离心管，离心分离后，滴入 1~2 滴饱和 Na_2CO_3 溶液，观察溶液是否有浑浊现象。若清液不变浑浊，证明溶液中的 Ca^{2+} 、 Mg^{2+} 和 Ba^{2+} 已沉淀完全，否则，需要向烧杯中继续滴加饱和 Na_2CO_3 溶液，直到沉淀完全析出为止(溶液 pH 约为 9)，最后再补加 2 滴饱和 Na_2CO_3 溶液。离心管中的溶液不要弃去，倒回烧杯中。减压过滤，收集滤液于 100 mL 洁净的烧杯中。

(4) 除去过量的 OH^- 和 CO_3^{2-} 离子

在搅拌下将 2 mol/L 的 HCl 溶液逐滴加入上一步滤液中，至不再有气泡产生为止，测定溶液 pH，此时溶液呈微酸性(pH=4~5，试纸呈微红)。

(5) 蒸发浓缩与结晶

将烧杯再次置于磁力搅拌器上，加热蒸发浓缩，使溶液保持微微沸腾的状态，持续搅拌，将溶液浓缩成液面出现晶膜的稀糊状为止，切不可将溶液蒸干。将上述稀糊状混合物冷却至室温，减压过滤，用少量 75%乙醇洗涤晶体，尽量抽干晶体。

将 NaCl 晶体转移到事先称量好的表面皿上，风干，称重，计算盐的收率。

2. 纯度检验

取粗食盐和精食盐各 0.2 g 至两个 25 mL 烧杯中，分别溶于 4 mL 去离子水中，然后各等分至 3 支试管中，分成 3 组，对照检验其纯度。

(1) SO_4^{2-} 离子的检验：向第一组试管中各滴加 1 滴 2 mol/L HCl，再滴加 2 滴 1 mol/L BaCl_2 溶液，观察比较。

(2) Ca^{2+} 离子的检验：向第二组试管中各滴加 2 滴 6 mol/L HAc 溶液，再各滴加 3 滴饱和 $\text{K}_2\text{C}_2\text{O}_4$ 溶液，观察比较。

(3) Mg^{2+} 离子的检验：向第三组试管中各滴加 2 滴 2 mol/L NaOH 溶液，再滴加 3 滴镁试剂，观察比较。

五、思考题

1. 在除 Ca^{2+} 、 Mg^{2+} 、 SO_4^{2-} 等离子时，为什么要先加 BaCl_2 溶液，后加 Na_2CO_3 溶液？能否先加 Na_2CO_3 溶液？为什么？
2. 在检验 SO_4^{2-} 离子时，为什么要加入 HCl 溶液？
3. 过量的 CO_3^{2-} 、 OH^- 能否用硫酸或硝酸中和？HCl 加多了可否用 KOH 调回？
4. 提纯后的食盐溶液浓缩时为什么不能蒸干？

六、注意事项



1. 本实验磁力搅拌器控温模式采用内置热电偶控制加热板温度，不用连接外置热电偶。
2. 加热时，恒温磁力搅拌器加热板表面温度高，注意安全，防止烫伤。

七、参考资料

1. 李梅，韩莉，梁竹梅，化学实验与生活(第二版)[M]，化学工业出版社，2009