

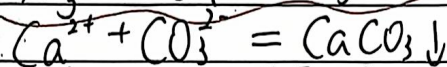
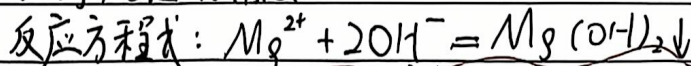
Title/标题 粗食盐的提纯

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.): 碳酸氢钠, 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 去离子水和一只搅拌子

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 95% 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。

四. 实验数据和现象记录. 步骤4中 pH 约为 3~4

最终精盐质量: 0.24g 收率为 $\frac{0.24\text{g}}{1.00\text{g}} \times 100\% = 24\%$

加入 BaCl_2 溶液后, 精盐溶液无变化, 粗盐溶液产生白色沉淀。

反应: $\text{Ba}^{2+} + \text{SO}_4^{2-} = \text{BaSO}_4 \downarrow$ 说明精盐中 SO_4^{2-} 已除尽

加入饱和 K_2CO_3 后, 精盐溶液无变化, 粗盐溶液产生白色沉淀。

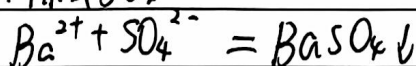
反应: $\text{Ca}^{2+} + \text{CO}_3^{2-} = \text{CaCO}_3 \downarrow$ 说明精盐中 Ca^{2+} 已除尽

加入镁试剂Ⅱ后, 精盐溶液无变化, 粗盐溶液转为浅紫色

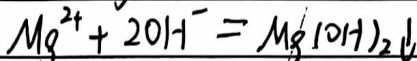
Mg^{2+} 与镁试剂Ⅱ生成络合物 说明精盐中 Mg^{2+} 已除尽

五. 涉及到的方程式

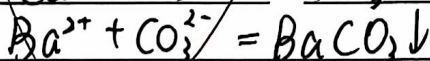
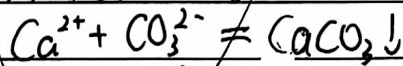
1. 除去 SO_4^{2-}



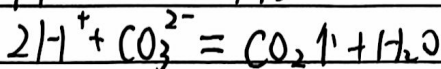
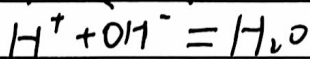
2. 除去 Mg^{2+}



3. 除去 Ca^{2+} 和 Ba^{2+}



4. 中和过量的 OH^- 和 CO_3^{2-}



六. 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

SIGNATURE/签字

饶恩新

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 4

液?能否先加 Na_2CO_3 溶液?为什么?

若先加入 BaCl_2 溶液,可以使溶液中的 SO_4^{2-} 先沉淀为 BaSO_4 ,这样在后续加入 Na_2CO_3 溶液时,就不会发生与 SO_4^{2-} 有关的副反应。而若在 SO_4^{2-} 未被除尽之前就加入 Na_2CO_3 ,则除了 Ca^{2+} , Mg^{2+} 会以碳酸盐沉淀外,多余的 Ba^{2+} 会与 CO_3^{2-} 形成 BaCO_3 沉淀,从而使溶液中 Ba^{2+} 大大减少,无法有效去除 SO_4^{2-} 离子(因为在后续补加 BaCl_2 会比较麻烦,且过程复杂)。

简言之,先加 BaCl_2 是为了先将 SO_4^{2-} 以 BaSO_4 沉淀除去,然后再加 Na_2CO_3 去除 Ca^{2+} , Mg^{2+} 及过量的 Ba^{2+} 。如果先加 Na_2CO_3 ,会使 Ba^{2+} 提前耗尽,无法有效沉淀 SO_4^{2-} ,导致 SO_4^{2-} 无法被彻底清除。

2. 在检验 SO_4^{2-} 离子时,为什么先加入 HCl 溶液?

检验 SO_4^{2-} 离子时加入 HCl 是为了使溶液呈酸性。在酸性条件下, Ba^{2+} 与 SO_4^{2-} 能更明确生成不溶于酸的 BaSO_4 白色沉淀。如溶液中存在 CO_3^{2-} 或 OH^- ,则会生成其它沉淀(如 BaCO_3)影响判断。加入 HCl 可将这些干扰离子转化为可溶或挥发性物质(CO_2 气体),避免错判,从而清晰观察 SO_4^{2-} 的白色沉淀。

3. 过量的 CO_3^{2-} , OH^- 能否用硫酸或硝酸来中和? HCl 加多了可否用 KOH 调回?

①. 不可以用 H_2SO_4 或 HNO_3 来中和过量的 CO_3^{2-} , OH^- , 因为这会引入新的离子(SO_4^{2-} 或 NO_3^-), 导致后续纯化更复杂, 选用 HCl 是因为氯离子对最终产物 NaCl 的纯度影响较小。

②. HCl 加多了不可用 KOH 调回, 因为这会引入多余的 K^+ 离子, 当蒸发结晶时残留的 KCl 不易去除, 影响盐的纯度。理想状态下应加酸中和过程中小心控制用量, 使溶液 pH 刚好调至所需范围 ($\text{pH}=4\sim5$)。

4. 提纯后的食盐溶液浓缩时为什么不能蒸干?

若将溶液直接蒸干, 会使晶体过于细小或导致部分分解, 并可能残留杂质在晶体表面难以洗净。适度浓缩有利于冷却过程快析成较大而纯净的 NaCl 晶体, 蒸干还可能引起溶液飞溅或晶体变质, 从而影响最终收率和纯度。

SIGNATURE/签字

DATE/日期

Name/姓名 王天一 Student ID/学号 2023511044 Date/日期 2024/12/06 页码 5.

七. 分析与讨论.

本实验的关键点在于加药顺序和药量的精确控制

- ① 首先使用 BaCl_2 去除 SO_4^{2-} , 确保在后续步骤中不会形成影响判断的副产物
- ② 再使用 NaOH , Na_2CO_3 将 Ca^{2+} , Mg^{2+} , Ba^{2+} 转化为难溶的氢氧化物或碳酸盐沉淀去除
- ③ 用 HCl 调节 pH , 避免引入新杂质
- ④ 蒸发浓缩时不宜蒸干, 以保证晶体质量与纯度

本实验最终收率为 24%, 这一收率可能受多种因素影响, 包括初始粗盐中可溶性杂质的含量, 沉淀过程中的操作损失, 过滤与洗涤损失以及实验过程中的误差。虽然收率不高, 但通过 SO_4^{2-} , Ca^{2+} , Mg^{2+} 离子检验可见, 精制后食盐溶液中杂质离子大幅减少, 与粗盐溶液相比, 精盐溶液在加入相应检验试剂后无明显现象, 说明提纯的目的已达到。