

物质的分离与提纯常见方法汇总

复习与练习

湖北荆门龙泉中学
上海新王牌教育

448001 舒中强
200030 张顺清

分离是指把混合物中的各物质通过物理或化学方法一一分开,获得各自组分的过程。提纯是将混合物中的杂质(不需要或有害物质)通过物理或化学方法除掉而得到所需物质的过程,其中杂质不需要恢复。笔者把中学阶段重要的物质分离与提纯的方法力求归纳整理的尽量详实,以冀能对各位同仁的复习备考有所裨益。

1. 过滤

原理: 利用物质溶解性的差异。

适用范围: 难溶物与溶液的分离。

主要仪器: 烧杯、玻璃棒、漏斗、铁架台(如图 1)。

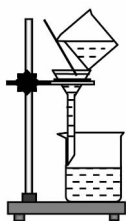


图 1

注意事项: ①一贴、二低、三靠。

②过滤时不能用玻璃棒搅拌漏斗中的液体,以加快过滤速度。③下列三个操作很容易混淆,要注意它们的区别和规范表达。

洗涤沉淀的方法: 直接向漏斗中加入蒸馏水至水面淹没过沉淀,静止,待水完全流出后,重复 2 至 3 次操作。

检验沉淀有无洗净的方法(如检验过量的 NaCl 与 AgNO_3 反应后生成 AgCl 有无洗净): 用试管取最后一次洗涤液少许,向其中加入少量的 AgNO_3 溶液,若无白色沉淀生成,则说明沉淀已经洗涤干净。

检验沉淀有无完全的方法(如检验 AgNO_3 有无把 NaCl 沉淀完全): 用试管取少量的上层清液,向其中加入少量的 AgNO_3 溶液,若无白色沉淀生成,则说明 NaCl 已被沉淀完全。

2. 减压过滤

减压过滤,也称抽滤或吸滤。如图 2 所示, A、B、C、D 仪器的名称依次是: 布氏漏斗、吸滤瓶、安全瓶、抽气泵。其工作原理是: 当打开自来水龙头,装置内部的空气随自来水被带走,导致装置内部压强减小,使过滤速度加快,得到较干燥的

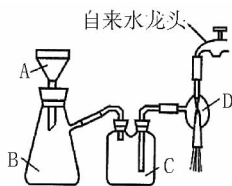
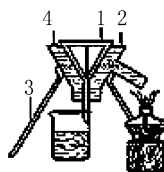


图 2

固体物质。减压过滤与普通过滤相比,除了过滤速度快外,还有一个优点是能得到较干燥的沉淀。使用时需要注意的是: 布氏漏斗颈口斜面应与吸滤瓶的支管口相对; 安全瓶的长管和短管连接顺序短进长出; 实验时,当仪器 B 中液面高度快达到支管口位置时,应关掉水龙头,拔掉吸滤瓶上的橡皮塞,从吸滤瓶上口倒出溶液。

3. 热过滤

原理: 如图 3 所示,在普通过滤器外套上一个铜制热滤漏斗,利用热滤漏斗内热水使过滤时漏斗温度保持较高状态,防止滤液中溶质在温度下降时析出。



1. 玻璃漏斗 2. 铜制外管
3. 铜支架 4. 注水孔

图 3

适用范围: 难溶物与溶解度随温度变化较大溶质的溶液分离。

主要仪器: 漏斗、烧杯、铜制热滤漏斗、酒精灯。

注意事项: ①内部的玻璃漏斗的下端颈部要尽量短些,以免过滤时溶液在漏斗颈内停留过久,散热降温,析出晶体使装置堵塞。②热过滤与趁热过滤(普通过滤)装置有区别。

4. 结晶

(1) 蒸发结晶

原理: 使溶剂蒸发浓缩,溶液过饱和而析出溶质。

适用范围: 溶解度随温度变化不大的物质,如氯化钠溶液中得到氯化钠晶体。

主要仪器: 蒸发皿、玻璃棒、酒精灯、铁架台(如图 4)。

注意事项: ①蒸发皿中液体不超过 $1/3$ 。②蒸发时要用玻璃棒不断搅拌使溶液均匀受热,防止飞溅。③不能把溶液蒸干,当观察到出现大量晶体时停止加热,让余热使剩余的水蒸干,防止晶体飞溅。④不能把热的蒸发皿直接放在实验台上,应垫上石棉网。

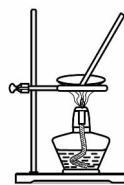


图 4

(2) 冷却结晶

原理: 先蒸发浓缩, 再冷却降温, 溶质溶解度大幅减小, 形成过饱和溶液而析出溶质。

适用范围: 溶解度随温度变化较大的物质, 如浓缩的含少量 NaCl 与大量 KNO₃ 的混合溶液中冷却结晶而得到纯净的 KNO₃。

主要仪器: 蒸发皿、玻璃棒、酒精灯、铁架台。

注意事项: 一定要先蒸发浓缩再冷却降温。

上述两种结晶的操作中相同点: 第一步都是蒸发浓缩, 区别是蒸发溶剂结晶的后续操作时继续加热蒸发, 冷却结晶的后续操作时冷却降温。对于含有结晶水的晶体, 要从溶液中加热得到对应的晶体, 比如要从硫酸铜溶液中得到 CuSO₄ · 5H₂O, 一般采用的操作步骤都是先蒸发浓缩, 然后冷却结晶。

例1 表1是四种盐在不同温度下的溶解度(g/100 g水): (假设: 盐类共存时不影响各自的溶解度, 分离晶体时, 溶剂的损耗忽略不计) 用物质的量之比为1:1的硝酸钠和氯化钾为原料, 制取硝酸钾晶体, 其流程如下所示:

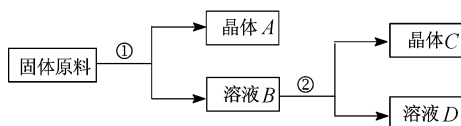


表1

	NaNO ₃	KNO ₃	NaCl	KCl
10℃	80.5	21.2	35.7	31.0
100℃	175	246	39.1	56.6

以下说法错误的是()。

- A. ①和②的实验过程中, 都需要控制温度
- B. ①实验操作依次为: 加水溶解、蒸发浓缩结晶、趁热过滤
- C. ②实验操作依次为: 加水溶解、蒸发浓缩结晶、趁热过滤
- D. 除去硝酸钾晶体表面的少量水采用减压烘干的操作比较好

解析 NaNO₃ 和 KCl 溶于水实际上完全电离成 Na⁺、NO₃⁻、K⁺、Cl⁻ 四种离子, 加热蒸发浓缩时到底哪种物质析出取决于该物质的溶解度, 应是溶解度最小的 NaCl 析出来, 相当于 NaNO₃ + KCl → NaCl ↓ + KNO₃ 的复分解反应因为有沉淀生成发生了。晶体 A 是 NaCl, 趁热过滤后得到的溶液 B 是浓度大的 KNO₃ 和饱和 NaCl 溶液, 冷却结晶

溶液 B 时, 析出溶解度在低温下小的 KNO₃ 和极少量 NaCl。硝酸钾加热温度较高会分解, 除去硝酸钾晶体表面的少量水采用减压烘干既可以干燥硝酸钾又防止其分解。答案: C。

5. 分液

原理: 两种液体出现分层加以分离。

适用范围: 互不相溶的两种液体, 如油与水的混合物。

主要仪器: 分液漏斗、烧杯、铁架台(如图5)。

注意事项: ①分液漏斗使用前要检漏。②分液漏斗下端紧贴烧杯内壁。③下层液体从分液漏斗下口流出, 上层液体必须从分液漏斗上口倒出。

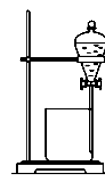


图5

6. 萃取

原理: 利用溶质在互不相溶的溶剂中溶解度的不同, 将溶质从一种溶剂转移到另一种溶剂中。

适用范围: 在有机萃取剂(苯、CCl₄)中溶解度较大的溶质(Br₂、I₂)与水的混合物, 如萃取水中的溴、萃取碘水中的碘。

注意事项: ①溶质在加入萃取剂中的溶解度远大于在原溶剂中的溶解度, 比如不能用水一次萃取来除去制备溴乙烷中含有的乙醇和氯化氢杂质, 因为乙醇在水中的溶解度并不是远大于在溴乙烷中的溶解度。②加入萃取剂与原溶剂互不相溶才会分层(更不能反应), 如不能用酒精萃取碘水中的 I₂。③分液后得到的是溶质与萃取剂的混合物, 要得到溶质还需蒸馏。

萃取与分液的区别与联系: 把溶质转移叫萃取, 萃取后一般还需分液, 萃取可以在试管或烧杯中进行, 但分液必须用到分液漏斗。

7. 蒸馏

原理: 利用混合物沸点不同, 让沸点低的液态物质先变成蒸气, 再冷凝为液体加以分离。

适用范围: 两种物质(其中必有一液态)沸点相差较大, 一般 20℃ ~ 30℃, 如乙酸(沸点 118℃)与乙酸乙酯(沸点 77.1℃)混合物的分离。乙醇(沸点 78.4℃)与水的混合物严格讲不能直接蒸馏, 因为会形成共沸物一起蒸出, 要先加入生石灰后再蒸馏, 但高中阶段有些题目中也是直接蒸馏

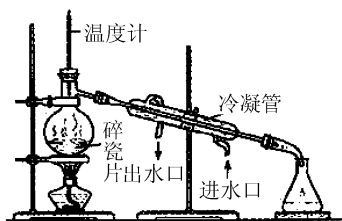


图6

乙醇和水的混合物得到乙醇的。

主要仪器:如图6所示,铁架台、酒精灯、石棉网、蒸馏烧瓶、温度计、冷凝管、接管(牛角管)、锥形瓶。

注意事项:①蒸馏烧瓶中加入沸石或碎瓷片防暴沸。②温度计水银球位于蒸馏烧瓶支管口处。③冷凝管中的水下进上出。④锥形瓶中只能得到液态馏分。

8. 减压蒸馏

液体的沸点随着外界压力的增大而升高,减小而降低。在蒸馏操作中,一些有机物加热到其正常沸点附近时,会由于温度过高而发生氧化、分解或聚合等反应,使其无法在常压下蒸馏,只能采用减压蒸馏的方法。高中阶段只要求知道减压蒸馏的原理即可,其装置图不作要求。

9. 减压烘干

减压烘干或减压干燥是指在密闭容器中抽真空后进行干燥除去晶体中杂质水的方法。主要是为了降低烘干的温度,防止产品温度过高而分解。高中阶段只要求知道减压烘干的原理即可,其装置图不作要求。

10. 分馏

逐级蒸馏叫分馏,适合于二种以上沸点相差较大液体混合物的分离,高中阶段对分馏操作只需掌握分馏石油即可。

11. 洗气

原理:通过洗气瓶中溶液除去混合气体中某一种或几种杂质气体,只得到所需气体的方法。



图7

适用范围:气体与气体的混合物。

主要仪器:如图7所示,洗气瓶(由广口瓶、双孔橡皮塞、两根玻璃导管组成)。

注意事项:①导气管要长进短出。②除去杂质气体的同时不能引入新的杂质。③不能把原来有

用的气体除去了,最好把杂质转化为有用的气体。

用浓硫酸除去气体中水蒸气可叫洗气,也可叫干燥,但用固体干燥剂(如碱石灰等)除去气体中水蒸气不能叫洗气,只能叫干燥。

12. 升华

原理:利用固体混合物中一种固体吸热后不经过液态直接变成气态,而与不升华的固体分离的过程。

适用范围:能升华的固体(如碘、干冰、萘等)与固体的混合物。

主要仪器:酒精灯、锥形瓶或烧杯、石棉网、圆底烧瓶、铁架台(如图8)。

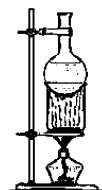


图8

注意事项:少量物质能在锥形瓶中升华,大量物质的升华要用烧杯,把烧杯放在石棉网上加热,固体升华后,它的蒸气在盛有冷水的烧瓶底部凝结成晶体。

13. 直接加热法

原理:利用两种混合物中一种成分的热稳定性低的特点,采用加热使其分解成气体或转化成另一种有用成分的方法。比如,可以用直接加热

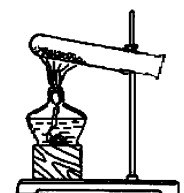


图9

法除去碳酸钠固体中混有碳酸氢钠、氯化钠固体中混有的氯化铵杂质。

适用范围:适合于除去具有热不稳定性的固体物质。

主要仪器:如图9所示,酒精灯、铁架台、试管(或坩埚)。

14. 渗析法

原理:胶体粒子的直径大不能透过半透膜,溶液中溶质的粒子直径小可以透过半透膜。比如通过半透膜

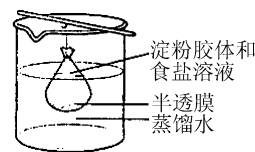


图10

袋多次渗析法分离淀粉与食盐的混合物。

适用范围:分离胶体和溶液的混合物。

仪器:烧杯、玻璃棒、半透膜袋(如图10)。

注意事项:①胶体残留在半透膜袋中,溶液扩散到烧杯的蒸馏水中。②渗析操作进行多次才能保证胶体和溶液分离完全。

15. 纸层析法

纸层析法,是以滤纸纤维的结合水为固定相,流动相为不与水相溶的有机溶剂;由于样品中各物质分配系数不同,因而扩散速度不同,从而达到分离的目的。纸上层析法适用于分离和检验化学性质十分相近的分子或离子。水和有机溶剂的混合物叫展开剂,不同的离子在水和有机溶剂中的溶解度不同,当展开剂沿滤纸向上流动时,试样中的各种离子就会随展开剂以不同的速率在滤纸上展开,从而加以分离。分为上升纸层析和径向纸层析。

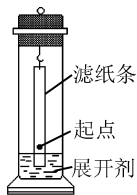


图 11

注意事项:如图 11 所示,①滤纸不可触及试管的内壁,试样点不能浸入展开剂中,否则溶解在展开剂中了。②纸层析法中所用的有机溶剂如丙酮等,一般有挥发性、并有一定毒性,使用时要注意密封层析,避免吸入过多有害挥发物。

16. 化学蒸气转移法

化学蒸气转移法是指:在一个密闭容器中,固体混合物中需要提纯的成分与加入的某种气体物质在一定温度下反应生成一种气态新物质,这种气态新物质扩散到密闭容器的另一端,在另一端控制一定的温度又重新生成纯净的需要提纯的成分和原来加入的那种气体,加入的那种气体的量不变,它仅仅充当一个“搬运工”的角色,类似于催化剂的作用。

反应装置:如图 12 所示。

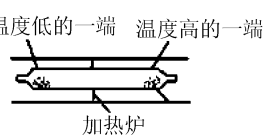


图 12

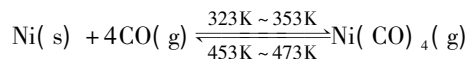
原理:通过控制温度来调节化学平衡移动的方向,在密闭装置

一端一定温度下发生正反应,另一端又一个温度下发生逆反应。

注意事项:①需要提纯的成分必须与充入的气态物质反应,如果充入固体物质则在反应的温度下必须成为气态;②需要提纯的成分必须与充入的气态物质反应生成一种新的气态物质,如果生成一种新的固态物质,则无法实现与固体杂质的分离;③密闭容器两端发生的正逆反应的温度需相差较大,相差越大越容易控制反应;④充入的气态物质可以循环使用。

例 2 直型石英玻璃封管中充有 CO 气体,左

端放置不纯的镍(Ni)粉。在一定条件下,Ni 可以与 CO(g) 发生如下反应:



但 Ni 粉中的杂质不与 CO(g) 发生反应。玻璃管内左右两端的温度分别稳定在 350K 和 470K,经过足够长时间后,右端的主要物质是()。

- A. 纯 Ni(s) 和 Ni(CO)₄(g)
- B. 纯 Ni(s) 和 CO(g)
- C. 不纯 Ni(s) 和 CO(g)
- D. 不纯 Ni(s) 和 Ni(CO)₄(g)

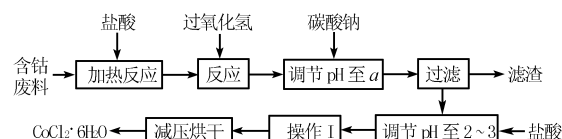
解析 左端 350K 时,含有杂质的 Ni 粉中的 Ni 与 CO 反应生成气态 Ni(CO)₄,气态 Ni(CO)₄ 扩散到右端,在 470K 时发生分解反应生成纯净的固态 Ni 和 CO 气体。答案: B。

17. 控制 pH 选择性的除去原料中的某种或全部的杂质金属离子

根据不同金属离子开始沉淀和完全沉淀的 pH 数据,控制一定的 pH 范围使其中某一种或某几种金属离子沉淀,而所需的金属离子依旧残留在溶液中生成产品。

注意:当几种金属离子中存在 Fe²⁺ 时,一般是先加入氧化剂(H₂O₂、Cl₂、NaClO、NaClO₃、酸性 KMnO₄) 把 Fe²⁺ 氧化成 Fe³⁺,根据 Fe³⁺ 在 pH=3.2 左右时就能够完全沉淀,而与其他金属离子分离。

例 3 CoCl₂·6H₂O 在饲料、医药工业上有广泛的用途。下列是以含钴废料(含少量 Fe、Al 等杂质)为原料制取 CoCl₂·6H₂O 的一种新工艺流程:



已知:①钴与盐酸反应的化学方程式为:Co + 2HCl → CoCl₂ + H₂ ↑ ②CoCl₂·6H₂O 熔点 86℃,易溶于水;常温下稳定无毒,加热至 110℃ ~ 120℃ 时,失去结晶水变成有毒的无水氯化钴,CoCl₂ 的溶解度曲线与硝酸钾相似。③部分阳离子以氢氧化物形式沉淀时溶液的 pH 见下表:

沉淀物	Fe(OH) ₃	Fe(OH) ₂	Co(OH) ₂	Al(OH) ₃
开始沉淀	2.7	7.5	7.6	3.8
完全沉淀	3.2	9.7	9.2	5.2

请回答下列问题: ▶

例谈电化学知识中的三个难点

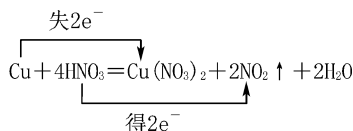
江苏省如皋市薛窑中学 226541 陆小祥

一、原电池电极反应式的书写

原电池是将化学能转变为电能的装置,其转化实质可看作是氧化还原反应在两电极完成时,电子经外电路转移的过程。原电池构成条件之一的电极分为正极和负极,其中正极发生还原反应,负极发生氧化反应。即原电池电极反应实质是氧化还原反应的拆分过程。因此可借助氧化还原反应的表示方法——双线桥或单线桥的表示方法来完成电极反应方程式的书写。

例 1 将铝与铜用导线连接好后浸入到盛有足量浓 HNO_3 溶液的烧杯中,反应开始时形成的原电池的负极反应式为:____,正极反应式为:_____。

分析 常温下,Al 与浓 HNO_3 发生钝化,与浓 HNO_3 发生反应的为 Cu,其反应方程式为:



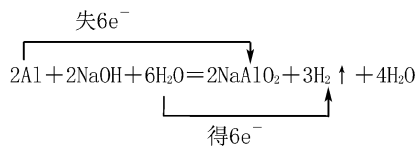
由电子转移方向可知,Cu 为原电池负极,反应式为: $\text{Cu} - 2e^- = \text{Cu}^{2+}$,Al 为正极。难点在于正极反应式的书写。在正极上发生反应的物质为

NO_3^- ,反应时获得电子生成 NO_2 ,即 $\text{NO}_3^- + 2e^- \rightarrow \text{NO}_2$,由 N、O 在反应前后的原子个数比及原子守恒和电荷守恒关系,可知正极反应式为: $2\text{NO}_3^- + 4\text{H}^+ = 2\text{NO}_2 \uparrow + 2\text{H}_2\text{O}$ 。

或由方程式的拆分方法来确定正极反应,因为将原电池的正极、负极反应式叠加后即为总反应的离子方程式,故可用总反应的离子方程式减去负极反应式来确定正极反应式。

例 2 从镁-铝合金上剪下一小片,立刻投入到盛有 5 mol/L 的 NaOH 溶液的小烧杯中,试确定合金与 NaOH 溶液反应时可能形成的微电池的负极材料是:____,正极反应式为:_____。

分析 此原电池的总反应式为: $2\text{Al} + 6\text{H}_2\text{O} = 2\text{Al}(\text{OH})_3 + 3\text{H}_2 \uparrow$,而非 $2\text{Al} + 2\text{NaOH} + 2\text{H}_2\text{O} = 2\text{NaAlO}_2 + 3\text{H}_2 \uparrow$,因为在 Al 与 NaOH 溶液的反应中,Al 做还原剂,做氧化剂的是 H_2O 而不是 NaOH,用双线桥可表示为:



► (1)加入碳酸钠调节 pH 至 a,a 的范围是 _____;

(2)加入盐酸调节 pH 至 2~3 的目的是 _____;

解析 加入碳酸钠调节 pH,是要促进 Fe^{3+} 、 Al^{3+} 水解完全而沉淀,但 Co^{2+} 不能沉淀,故 $a = 5.2 \sim 7.6$ 。过滤后得到的是 CoCl_2 和 NaCl 溶液,蒸发浓缩、冷却结晶得到 $\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 时,由于水解生成的盐酸挥发导致 CoCl_2 会水解完全,因此加入盐酸调节 pH 至 2~3 是为了抑制 CoCl_2 水解。

答案: (1)5.2~7.6; (2)抑制 CoCl_2 水解,防止得到的产品不纯。

18. 其他方法

除去硝酸中混有的硫酸时加入适量硝酸钡的

沉淀法、除去氯化钠溶液中混有的碳酸钠时加入适量盐酸的化气法、除去硫酸锌溶液中混有的硫酸铜时加入足量锌的置换法、除去铜中的氧化铜时加入足量稀硫酸的溶解法、分离铁粉和铜粉时用磁铁吸出铁粉的磁铁吸引法等。

上述物质分离和提纯的前 17 种方法中,属于物理方法的有过滤、减压过滤、热过滤、结晶、分液、萃取、蒸馏、减压蒸馏、减压烘干、分馏、升华、渗析法、纸层析法;属于化学方法的有洗气、直接加热法、化学蒸气转移法、控制 pH 选择性的除去原料中的某种或全部的杂质金属离子。

(收稿日期:2014-05-22)