

分离、提纯物质的方法及方法的选择

甘肃省天水市第一中学 741000 曹永峰

一、分离、提纯物质的方法

物质的分离是把相互混在一起的不同物质彼此分开而得到相应组分的纯净物的过程。物质的提纯是将物质中混有的少量杂质除去而得到纯净物的过程。物质分离、提纯的方法有物理方法和化学方法。

(一) 分离、提纯无机混合物的方法

1. 物理方法

(1) 升华: 适用于有升华特点的固体混合物的分离。如碘与其他固体混合物的分离。

(2) 过滤: 适用于固体不溶物与液体的分离。如粗盐溶液中固体杂质的除去。

(3) 蒸发: 适用于溶液中固体溶质和溶剂的分离。如蒸发食盐溶液得 NaCl 晶体。

(4) 结晶: 适用于分离、提纯在同一溶剂里溶解度不同的固体混合物 根据需要 还可以进行重结晶。如除去 KNO_3 中的 NaCl, 先制成高温饱和溶液, 再降温, 则析出 KNO_3 晶体。

(5) 萃取: 适用于不同的物质在同一溶剂中溶解度不同的液体混合物的分离、提纯。如用 CCl_4 从碘水中萃取 I_2 。

(6) 层析法: 也叫色层法, 利用待分离混合物中各组分在某一物质(称作固定相)中的亲和力差异, 如吸附性差异、溶解性(或称分配作用)差异, 让混合物溶液(此相称作流动相)流经固定相, 是混合物在流动相和固定相之间进行反复吸附或分配等作用, 从而使混合物中的各组分得以分离。如 FeCl_3 和 CuCl_2 的混合物的分离可以采用此法。利用纸上层析可以鉴定物质。

2. 化学方法

(1) 洗气: 适用于分离、提纯气体, 即用一定的吸收剂除去气体中的杂质。如用饱和 NaHCO_3 除去 CO_2 中的 HCl 气体。

(2) 加热分解: 适用于混合物中有热稳定性差的物质的分离、提纯。如除去 KCl 中混有少量的 KClO_3 、 Na_2CO_3 粉末中混有少量的 NaHCO_3 都

可以用加热分解的方法除去。

(3) 生成气体: 适用于加热或加入某种试剂, 杂质可变为气体逸出的物质分离、提纯。如 NaCl 溶液中混有 Na_2CO_3 或 NaHCO_3 , 可加入盐酸除去。

(4) 生成沉淀: 适用于混合物中加入某试剂, 其中一种能生成沉淀的物质分离、提纯, 有时根据需要可进行分步沉淀。如 NaCl 和 CaCl_2 的分离, 先加入 Na_2CO_3 溶液, 过滤, 再在沉淀中加盐酸便可分离。

(5) 酸碱溶解: 适用于待提纯物质不与酸(或碱)反应, 而杂质与酸(或碱)反应, 故用酸(或碱)作除杂试剂除去杂质。如分离 Fe_2O_3 和 Al_2O_3 , 先加入过量的 NaOH, 过滤分离出 Fe_2O_3 , 在滤液中通入过量 CO_2 , 过滤得 $\text{Al}(\text{OH})_3$, 再加热分解得 Al_2O_3 。

(6) 转化: 适用于杂质通过加热或加入试剂能转化为被提纯物质的混合物。如 NaHCO_3 溶液中的 Na_2CO_3 , 可通入过量 CO_2 使之转化。

(7) 水解: 适用于溶液中的杂质存在水解平衡, 可加入试剂破坏该水解平衡, 使杂质生成沉淀而被分离、提纯。如除去 MgCl_2 溶液中的 Fe^{3+} , 可加入 MgCO_3 或 MgO 破坏 $\text{FeCl}_3 + 3\text{H}_2\text{O} \rightleftharpoons \text{Fe}(\text{OH})_3 + 3\text{HCl}$ 平衡, 产生 $\text{Fe}(\text{OH})_3$ 沉淀而除去 Fe^{3+} 。

(8) 氧化还原: 适用于混合物中含有还原性(或氧化性)的杂质, 加入适当氧化剂(或还原剂), 使其氧化(或还原)为被提纯物质。如除去 Fe^{3+} 中的 Fe^{2+} , 可加入 H_2O_2 氧化; 如果是 FeCl_3 中除去 FeCl_2 , 也可以加入氯水氧化。

(9) 电解精炼: 适用于不活泼金属混合物的提纯。如粗铜经电解精炼可得纯铜。

(二) 分离、提纯有机混合物的方法

1. 物理方法

(1) 分液: 适用于互不相溶且密度不同的液体有机物的分离、提纯。如分离硝基苯和水。

(2) 蒸馏: 适用于能互溶, 但沸点不同的液体有机混合物的分离、提纯。为了能更好的分离、提

纯 往往在蒸馏前加入一种试剂,使其中一些物质转化为非挥发性的盐。如 CH_3COOH 与 $\text{CH}_3\text{CH}_2\text{OH}$ 的分离,先加入饱和 Na_2CO_3 溶液,先蒸馏出低沸点的 $\text{CH}_3\text{CH}_2\text{OH}$,再加入浓 H_2SO_4 蒸馏出 CH_3COOH 。

(3) 重结晶:用溶剂(蒸馏水)溶解,经过滤、蒸发冷却等步骤,再次析出晶体,得到更加纯净的晶体的方法。溶剂要求:① 杂质在溶剂中溶解度很小或很大,易于除去;② 被提纯的物质的溶解度受温度影响较大。该有机物在热溶液中的溶解度较大,冷溶液中的溶解度较小,冷却后易于结晶析出。重结晶适用于固体有机混合物的分离、提纯,如粗苯甲酸的提纯。

(4) 萃取:萃取包括液—液萃取和固—液萃取。液—液萃取是利用有机物在两种互不相溶的溶剂中的溶解性不同,将有机物从一种溶剂转移到另一种溶剂的过程。液—液萃取一般是用有机溶剂从水中萃取有机物,萃取剂常用乙醚、石油醚、二氯甲烷等。固—液萃取是用有机溶剂从固体物质中溶解出有机物的过程。如从大豆中提取豆油就用固—液萃取的方法。

(5) 盐析:溶液中加入无机盐类而使某种有机物溶解度降低而析出的过程。如皂化反应后硬脂酸钠与甘油的分离,可加饱和食盐水,硬脂酸钠因溶解度降低而析出;加 $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ 使蛋白质凝聚。

(6) 渗析:利用半透膜的性质,分离大分子与小分子组成的混合物。适用于混有离子或小分子杂质的大分子(如胶体、蛋白质)的分离、提纯。如除去淀粉中混有的 NaCl ,可以采用渗析的方法分离除去。

2. 化学方法

(1) 洗气:适用于气体有机混合物的分离、提纯。如 CH_4 中 $\text{CH}_2 = \text{CH}_2$ 的除去,使混合气体通过溴水或酸性 KMnO_4 溶液。

(2) 酸碱:适用于被提纯物不与酸(碱)反应,而杂质与酸(碱)反应的有机混合物的分离、提纯。如苯和苯酚的分离,先加入 NaOH 溶液洗涤,分液,再通入过量 CO_2 游离出苯酚;再如 $\text{CH}_3\text{COOC}_2\text{H}_5$ 中的 CH_3COOH 的除去,可加入饱和 Na_2CO_3 溶液洗涤,待分层后分液。

二、分离、提纯方法的选择

1. 分离、提纯物质的原则

(1) 不增:加入试剂时,不能引入新的杂质,加入的过量试剂最后要除去。

(2) 不减:选择的除杂试剂一般只与杂质反应,不能减少被提纯物质。

(3) 不变:分离、提纯物质后物质的状态不变。

(4) 易分:加入试剂后的杂质与被分离、提纯的物质容易分离。

2. 分离、提纯方法的选择思路

选择分离、提纯的方法首先应掌握混合物中各物质的性质,包括物理性质和化学性质。不同物质在某些性质上的差异,如沸点、密度、溶解度、状态等是所有分离方法的基础,其中以状态最为重要。混合物的状态主要有三类:气体型、液体型、固体型。

(1) 气体型:洗气。

(2) 液体型:(从简单到复杂)萃取、分液、蒸馏、渗析、盐析、气体法、沉淀法和转化法等。

(3) 固体型:(从简单到复杂)加热(升华、热分解)、溶解、过滤(洗涤沉淀)、蒸发、结晶(重结晶)、电精炼等。

(4) 有机物的分离、提纯要根据有机物与杂质的水溶性、熔沸点以及密度等物理性质的差异,先选择物理方法,如分液、蒸馏或重结晶,再结合化学性质进行分离、提纯。

以上分离、提纯物质的分类和方法仅供参考,要根据分离、提纯物质的性质可进行类型的转化和分离、提纯方法的综合运用,选择的方法要有合理性、顺序性,即遵循先简单后复杂,先物理方法后化学方法的原则。

三、跟踪练习

1. (2012年上海)下列有机化合物中均含有酸性杂质,除去这些杂质的方法中正确的是()。

A. 苯中含苯酚杂质:加入溴水,过滤

B. 乙醇中含乙酸杂质:加入碳酸钠溶液洗涤,分液

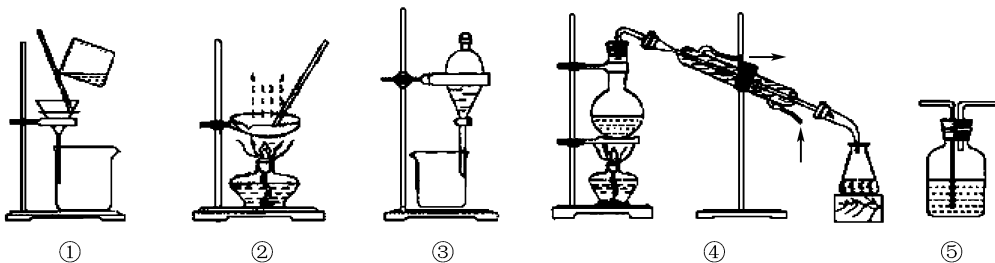
C. 乙醛中含乙酸杂质:加入氢氧化钠溶液洗涤,分液

D. 乙酸丁酯中含乙酸杂质: 加入碳酸钠溶液洗涤, 分液

2. (2012年天津) 完成下列实验所选择的装置或仪器(夹持装置已略去) 正确的是()。

	A	B	C	D
实验	用 CCl_4 提取溴水中的 Br_2	除去乙醇中的苯酚	从 KI 和 I_2 的固体混合物中回收 I_2	配制 100 mL $0.1000 \text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$ $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ 溶液
装置或仪器				

3. (2012年北京) 下列试验中, 所选装置不合理的是()。



A. 分离 Na_2CO_3 溶液和 $\text{CH}_3\text{COOC}_2\text{H}_5$, 选④

D. 粗盐提纯, 选①和②

B. 用 CCl_4 提取碘水中的碘, 选③

4. (2013年全国新课标) 下列实验中, 所采取的分离方法与对应原理都正确的是()。

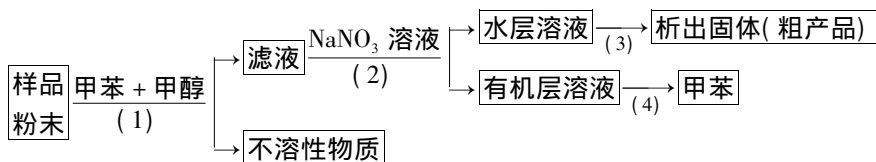
C. 用 FeCl_2 溶液吸收 Cl_2 , 选⑤

选项	目的	分离方法	原理
A	分离溶于水的碘	乙醇萃取	碘在乙醇中的溶解度较大
B	分离乙酸乙酯和乙醇	分液	乙酸乙酯和乙醇的密度不同
C	除去 KNO_3 固体中混杂的 NaCl	重结晶	NaCl 在水中的溶解度很大
D	除去丁醇中的乙醚	蒸馏	丁醇与乙醚的沸点相差较大

5. (2013年山东) 利用实验器材(规格和数量不限), 能完成相应实验的一项是()。

选项	实验器材(省略夹持装置)	相应实验
A	烧杯、玻璃棒、蒸发皿	CuSO_4 溶液的浓缩结晶
B	烧杯、玻璃棒、胶头滴管、滤纸	用盐酸除去 BaSO_4 中的少量 BaCO_3
C	烧杯、玻璃棒、胶头滴管、容量瓶	用固体 NaCl 配制 $0.5 \text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$ 的溶液
D	烧杯、玻璃棒、胶头滴管、分液漏斗	用溴水和 CCl_4 除去 NaBr 溶液中少量 NaI

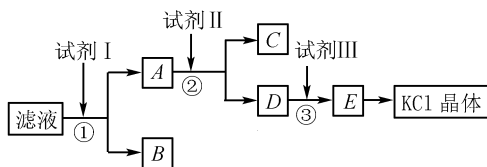
6. (2013年重庆) 按以下实验方案可以从海洋动物柄海鞘中提取具有抗肿瘤活性的天然产物。



下列说法错误的是()。

- A. 步骤(1) 需要过滤装置
- B. 步骤(2) 需要用到分液漏斗
- C. 步骤(3) 需要用到坩埚
- D. 步骤(4) 需要蒸馏装置

7. (2012年全国大纲) 氯化钾样品中含有少量碳酸钾、硫酸钾和不溶于水的杂质。为了提纯氯化钾, 先将样品溶于适量水中, 充分搅拌后过滤, 再将滤液按如下所示步骤进行操作。

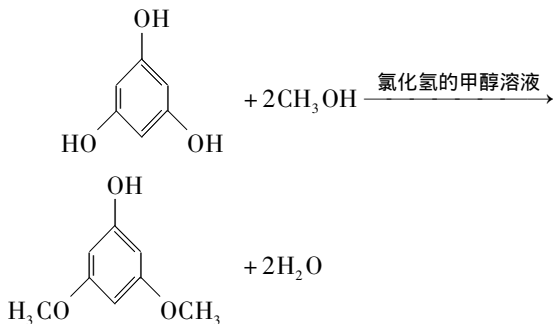


回答下列问题:

- (1) 起始滤液的 pH ____ 7(填“大于”、“小于”或“等于”), 其原因是_____。
- (2) 试剂 I 的化学式为_____。
- ①中发生反应的离子方程式为_____。
- (3) 试剂 II 的化学式为_____。
- ②中加入试剂 II 的目的是_____。
- (4) 试剂 III 的名称是_____。
- ③中发生反应的离子方程式为_____。
- (5) 某同学称取提纯的产品 0.7759 g, 溶解后定容在 100 mL 容量瓶中, 每次取 25.00 mL 溶液, 用 0.1000 mol · L⁻¹ 的硝酸银标准溶液滴定, 三次滴定消耗标准溶液的平均体积为 25.62 mL, 该产品的纯度为_____。(列式并计算结果)

8. (2013年江苏) [实验化学] 3,5-二甲氧基苯酚是重要的有机合成中间体, 可用于天然物质白柠檬素的合成。

一种以间苯三酚为原料的合成反应如下:



甲醇、乙醚和 3,5-二甲氧基苯酚的部分物理性质如下:

物质	沸点 /℃	熔点 /℃	密度(20℃) /g · cm ⁻³	溶解性
甲醇	64.7	—	0.7915	易溶于水
乙醚	34.5	—	0.7138	微溶于水
3,5-二甲氧基苯酚	—	33~36	—	易溶于甲醇、乙醚, 微溶于水

(1) 反应结束后, 先分离出甲醇, 再加入乙醚进行萃取。

①分离出甲醇的操作是_____。

②萃取用到的分液漏斗使用前需_____并洗净, 分液时有机层在分液漏斗的_____(填“上”或“下”)层。

(2) 分离得到的有机层依次用饱和 NaHCO₃ 溶液、饱和食盐水、少量蒸馏水进行洗涤。用饱和 NaHCO₃ 溶液洗涤的目的是_____; 用饱和食盐水洗涤的目的是_____。

(3) 洗涤完成后, 通过以下操作分离、提纯产物, 正确的操作顺序是_____(填字母)。

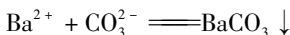
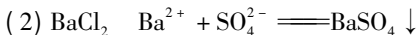
- a. 蒸馏除去乙醚
- b. 重结晶
- c. 过滤除去干燥剂
- d. 加入无水 CaCl₂ 干燥

(4) 固液分离常采用减压过滤。为了防止倒吸, 减压过滤完成后应先_____再_____。

练习答案

1. D 2. A 3. A 4. D 5. D 6. C

7. (1) 大于 碳酸根离子水解呈碱性



(3) K₂CO₃ 除去多余的钡离子



$$\begin{aligned}
 &(5) 0.02562 \times 0.1 \times 74.5 \times 4 / 0.7759 \\
 &= 0.9840
 \end{aligned}$$

8. (1) ①蒸馏 ②检查是否漏水 上

(2) 除去 HCl 除去少量 NaHCO₃ 且减少产物损失

(3) d c a b

(4) 拆去连接抽气泵和吸滤瓶的橡皮管, 关闭抽气泵