

无机化工流程题解题指导(9)——实验操作分析



一、知识总结 & 方法技巧

1、流程中的“操作步骤”

操作步骤	高频设问	答题指导
原料处理		①将矿石粉碎；②适当加热加快反应速率；③充分搅拌；④适当提高浸取液的浓度等
	如何提高“浸出率”	分析“浸出率”图表，解释“浸出率”高低变化的原因(“浸出率”升高一般是反应温度升高，反应速率加快；但当“浸出率”达到最大值后，温度升高“浸出率”反而下降，一般是反应试剂的分解或挥发)。选择达到一定较高“浸出率”的时间及温度(注意：一般不止一个答案)
	焙烧	①高温下硫化物与空气中氧气反应(如 FeS_2 与氧气生成氧化铁和二氧化硫)；②除去硫、碳单质；③有机物转化(如蛋白质燃烧)、除去有机物等
	酸性气体的吸收	常用碱性溶液吸收(如 SO_2 用 Na_2CO_3 或 NaOH 溶液吸收)
控制条件	除去杂质的方法	加氧化剂，转变金属离子的价态(如 $\text{Fe}^{2+} \rightarrow \text{Fe}^{3+}$)
	调节溶液的 pH	调溶液 pH 常用氢氧化钠、碳酸钠、金属氧化物[还有酸性气体(二氧化硫)、稀盐酸或稀硫酸]等。常利用题给金属离子沉淀的 pH 信息，使特定金属离子以氢氧化物沉淀出来
	物质转化的分析	跟踪物质，分析每一步骤中可能发生的化学反应，书写化学(离子)方程式
		滤渣、滤液中物质的判断，书写物质的化学式或电子式，分析物质中的化学键
		确定循环物质

物质分离	过滤、蒸发结晶、重结晶、分液与萃取	仪器的选择(如玻璃仪器的选择)
		结晶方法【详见无机化工流程题解题指导(5)——流程图中有物质分离操作的精准解答】 ①晶体不带结晶水, 如 NaCl 、 KNO_3 等; 蒸发结晶 ②晶体带结晶水, 如胆矾等; 将滤液蒸发浓缩、冷却结晶、过滤 ③要得到溶解度受温度影响小的溶质, 如除去 NaCl 中少量的 KNO_3 : 蒸发浓缩结晶, 趁热过滤 ④要得到溶解度受温度影响大的溶质, 如除去 KNO_3 中少量的 NaCl : 蒸发浓缩、冷却结晶、过滤
	晶体的洗涤	用乙醇等有机溶剂洗涤晶体的目的: 可以除去晶体表面可溶性的杂质和水分、减少晶体溶解损耗, 利用乙醇的易挥发性, 有利于晶体的干燥

2、流程中的“操作目的”

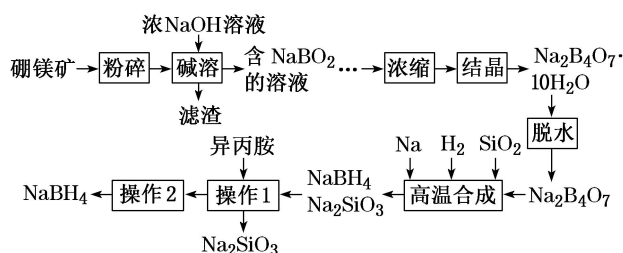
操作目的	答题指导
固体原料进行“粉碎”	减小颗粒直径, 增大浸取时的反应速率, 提高浸取率
酸(或碱)溶	①原料经酸(或碱)溶后转变成可溶物进入溶液中, 以达到与难溶物分离的目的 ②用碱性溶液吸收酸性气体原料
灼烧(焙烧)	①除去硫、碳单质; ②有机物转化、除去有机物; ③高温下原料与空气中氧气反应等
金属用热碳酸钠溶液洗涤或碱浸	除去金属表面的油污
过滤	固体与液体的分离; 要分清楚需要的物质在滤液中还是在滤渣中。滤渣是难溶于水的物质, 如 SiO_2 、 PbSO_4 、难溶的金属氢氧化物和碳酸盐等
萃取与分液	选用合适的萃取剂(如四氯化碳、金属萃取剂), 萃取后, 静置、分液——将分液

	漏斗玻璃塞的凹槽与分液漏斗口的小孔对准。下层液体从下口放出, 上层液体从上口倒出
加入氧化剂(或还原剂)	①转化为目标产物的价态 ②除去杂质离子(如把 Fe^{2+} 氧化成 Fe^{3+} , 而后调溶液的 pH, 使其转化为 $\text{Fe}(\text{OH})_3$ 沉淀除去)
加入沉淀剂	①生成硫化物沉淀(如加入硫化钠、硫化铵、硫化亚铁等) ②加入可溶性碳酸盐, 生成碳酸盐沉淀 ③加入氟化钠, 除去 Ca^{2+} 、 Mg^{2+}
判断能否加其他物质	要考虑是否引入杂质(或影响产物的纯度)等
在空气中或在其他气体中进行的反应或操作	要考虑 O_2 、 H_2O 、 CO_2 或其他气体是否参与反应; 能否达到隔绝空气、防氧化、防水解、防潮解等目的
调溶液 pH	①生成金属氢氧化物, 以达到除去金属离子的目的 ②抑制盐类水解 ③促进盐类水解生成沉淀, 有利于过滤分离 ④用 pH 计测量溶液的 pH ⑤用 pH 试纸测定溶液的 pH: 将一小块 pH 试纸放在洁净干燥的玻璃片或表面皿上, 用洁净的玻璃棒蘸取少量待测液点在 pH 试纸的中部, 待试纸变色后再与标准比色卡对照读数
控制温度	①控制物质的溶解与结晶 ②防止某些物质分解或挥发(如 H_2O_2 、氨水、草酸) ③控制反应速率、使催化剂达到最大活性、防止副反应的发生

	④控制化学反应的方向, 使化学平衡移动 ⑤煮沸: 促进溶液中的气体(如氧气)挥发逸出 ⑥趁热过滤: 减少因降温而析出的溶质的量		
洗涤晶体	洗涤试剂		适用范围
	蒸馏水	冷水	产物不溶于水
		热水	有特殊的物质其溶解度随着温度升高而下降
	有机溶剂(酒精、丙酮等)		固体易溶于水、难溶于有机溶剂
	饱和溶液		对纯度要求不高的产品
	酸、碱溶液		产物不溶于酸、碱
	洗涤沉淀方法: 向过滤器中加入蒸馏水至浸没沉淀, 待水自然流下后, 重复以上操作 2~3 次		
提高原子利用率	绿色化学(物质的循环利用、废物处理、原子利用率、能量的充分利用)		

二. 巩固提升

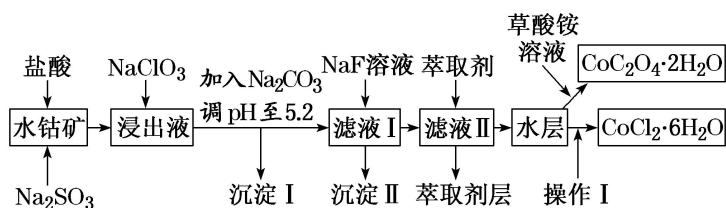
1. 硼氢化钠(NaBH_4)广泛用于化工生产, 常温下能与水反应, 易溶于异丙胺(沸点为 33°C)。工业上可用硼镁矿(主要成分为 $\text{Mg}_2\text{B}_2\text{O}_5 \cdot \text{H}_2\text{O}$, 含少量杂质 Fe_3O_4)制取 NaBH_4 , 其工艺流程如下:



回答下列问题：

- (1)滤渣的成分是_____。
- (2)高温合成中, 加料之前需将反应器加热至 100 °C以上并通入氩气, 该操作的目_____。
- (3)操作 2 的名称为_____。流程中可循环利用的物质是_____。

2. 利用水钴矿(主要成分为 Co_2O_3 , 含少量 Fe_2O_3 、 Al_2O_3 、 MnO 、 MgO 、 CaO 、 SiO_2 等)可以制取多种化工试剂, 以下为草酸钴晶体和氯化钴晶体的制备流程, 回答下列问题:



已知: ①浸出液中含有的阳离子主要有 H^+ 、 Co^{2+} 、 Fe^{2+} 、 Mn^{2+} 、 Al^{3+} 、 Mg^{2+} 、 Ca^{2+} 等。

②沉淀I中只含有两种沉淀。

③流程中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	$\text{Fe}(\text{OH})_3$	$\text{Fe}(\text{OH})_2$	$\text{Co}(\text{OH})_2$	$\text{Al}(\text{OH})_3$	$\text{Mn}(\text{OH})_2$
开始沉淀	2.7	7.6	7.6	4.0	7.7
完全沉淀	3.7	9.6	9.2	5.2	9.8

- (1)浸出过程中 Co_2O_3 发生反应的离子方程式为_____。
- (2)加入 NaClO_3 的作用是_____。
- (3)加入 Na_2CO_3 调 pH 至 5.2, 目的是_____; 萃取剂层含锰元素, 则沉淀II的主要成分为_____。
- (4)操作I包括: 将水层加入浓盐酸调整 pH 为 2~3, _____、_____、过滤、洗涤、减压烘干等过程。

参考答案:



1. (1) Fe_3O_4 和 $\text{Mg}(\text{OH})_2$

(2)除去反应器中的水蒸气和空气

(3)蒸馏 异丙胺

2. (1) $\text{Co}_2\text{O}_3 + \text{SO}_3^{2-} + 4\text{H}^+ = 2\text{Co}^{2+} + \text{SO}_4^{2-} + 2\text{H}_2\text{O}$

(2)将 Fe^{2+} 氧化为 Fe^{3+} , 便于后面调节 pH 时生成 $\text{Fe}(\text{OH})_3$ 沉淀而除去

(3)使 Fe^{3+} 和 Al^{3+} 沉淀完全 CaF_2 和 MgF_2

(4)蒸发浓缩 冷却结晶