

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	如何提高“浸出率”	<p>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</p> <p>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）</p>
	焙烧	<p>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</p>
	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	<p>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</p> <p>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</p> <p>确定循环物质</p>

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)
		<p>结晶方法【详见无机化工流程题解题指导(5)——流程图中有关物质分离操作的精准解答】</p> <p>①晶体不带结晶水，如 NaCl、KNO₃ 等；蒸发结晶</p> <p>②晶体带结晶水，如胆矾等；将滤液蒸发浓缩、冷却结晶、过滤</p> <p>③要得到溶解度受温度影响小的溶质，如除去 NaCl 中少量的 KNO₃：蒸发浓缩 结晶，趁热过滤</p> <p>④要得到溶解度受温度影响大的溶质，如除去 KNO₃ 中少量的 NaCl：蒸发浓缩、 冷却结晶、过滤</p>
	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”

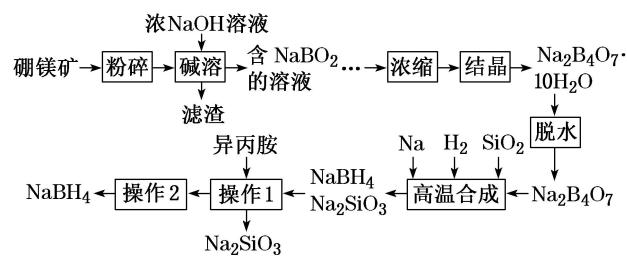
操作目的	答题指导
固体原料进行“粉 碎”	减小颗粒直径，增大浸取时的反应速率，提高浸取率
酸(或碱)溶	①原料经酸(或碱)溶后转变成可溶物进入溶液中，以达到与难溶物分离的目的 ②用碱性溶液吸收酸性气体原料
灼烧(焙烧)	①除去硫、碳单质；②有机物转化、除去有机物；③高温下原料与空气中氧气反应等
金属用热碳酸钠溶 液洗涤或碱浸	除去金属表面的油污
过滤	固体与液体的分离；要分清楚需要的物质在滤液中还是在滤渣中。滤渣是难溶于水的物质，如 SiO ₂ 、PbSO ₄ 、难溶的金属氢氧化物和碳酸盐等
萃取与分液	选用合适的萃取剂(如四氯化碳、金属萃取剂)，萃取后，静置、分液——将分液

	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 Fe(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	目的			
	蒸馏水	冷水 产物不溶于水	除去固体表面吸附着的××杂质；可适当降低固体因为溶解而造成的损失			
	水	热水 有特殊的物质其溶解度随着温度升高而下降	除去固体表面吸附着的××杂质；可适当降低固体因为温度变化溶解而造成的损失			
	有机溶剂(酒精、丙酮等)	固体易溶于水、难溶于有机溶剂	减少固体溶解；利用有机溶剂的挥发性除去固体表面的水分，产品易干燥			
	饱和溶液	对纯度要求不高的产品	减少固体溶解			
	酸、碱溶液	产物不溶于酸、碱	除去固体表面吸附着的可溶于酸、碱的杂质；减少固体溶解			
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(NaBH₄)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 Mg₂B₂O₅·H₂O，含少量杂质 Fe₃O₄)制取 NaBH₄，其工艺流程如下：



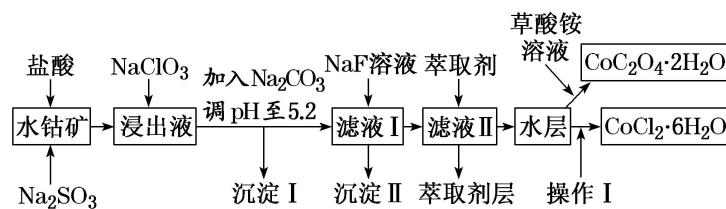
回答下列问题：

(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)Fe₃O₄ 和 Mg(OH)₂

(2)除去反应器中的水蒸气和空气

(3)蒸馏 异丙胺

2. (1)Co₂O₃ + SO₃²⁻ + 4H⁺ = 2Co²⁺ + SO₄²⁻ + 2H₂O

(2)将 Fe²⁺ 氧化为 Fe³⁺，便于后面调节 pH 时生成 Fe(OH)₃ 沉淀而除去

(3)使 Fe³⁺ 和 Al³⁺ 沉淀完全 CaF₂ 和 MgF₂

(4)蒸发浓缩 冷却结晶

