由粗食盐制备试剂级氯化钠的实验条件优化与产率分析

杜意恩[1] 崔效源[1,*] 何婧[1] 张志国[2] 叶明富[3]

（1.晋中学院 化学化工系，山西 晋中 030619；2.北京化工大学 材料科学与工程学院，北京 100029；3.安徽工业大学 化学与化工学院，安徽 马鞍山 243032）

摘 要：针对“由粗食盐制备试剂级氯化钠”实验中普遍存在的产率异常问题，本文系统探究了除杂试剂加入顺序对 Ca^{2+}、Mg^{2+}和 Ba^{2+}去除效果的影响。通过 X 射线粉末衍射（XRD）对沉淀物及产物 NaCl 晶体进行表征，结果表明：无论采用何种除杂试剂加入顺序，沉淀中均未检测到 $Mg(OH)_2$ 或 $MgCO_3$，而是生成了热力学更稳定的复合碳酸盐 $BaMg(CO_3)_2$，揭示了煮沸条件下存在的沉淀转化与共沉淀机制；不同纯化流程均可获得纯相 NaCl 晶体，但产率存在显著差异，其中省略中间 $BaSO_4$ 抽滤步骤、将沉淀合并处理可使产率由 80.3%提升至 87.6%。针对除杂过程中外加试剂引入额外 Na^+和 Cl^-导致产率计算偏大的问题，提出了改进的产率计算公式，校正后最高产率修正为 82.9%，能更真实地反映粗食盐中 NaCl 的实际含量。本研究优化了除杂流程，在保证产品纯度的同时提高了产率，改进后的实验方案可为无机化学实验教学提供参考。

关键词：粗食盐提纯；试剂级氯化钠；沉淀顺序；X 射线粉末衍射；产率计算

DOI：https://doi.org/10.65196/2x6dr352

0 引言

“粗盐提纯”是《义务教育化学课程标准（2022 版）》和《普通高中化学课程标准（2017 年版 2020 年修订）》中明确规定的学生必做实验[1,2]，同时也是大学《无机化学实验》中的一个经典内容[3]。该实验构成了一个从基础到提高、贯穿整个基础教育与高等教育阶段的完整体系，体现了知识技能的逐步加深与递进。在义务教育阶段，实验以“粗盐中难溶性杂质的去除”为题，学生通过学习溶解、过滤、蒸发等基础操作，实现粗盐中难溶性物质的物理分离，并认识氯化钠溶解度随温度的变化与实验步骤设计的关系，以培养学生化学实验探究活动的一般思路与基本方法，目的在于培养学生注重实证、严谨求实的科学态度[4]。进入高中阶段后，实验进阶为“用化学沉淀法去除粗盐中的杂质离子”，将目标拓展至 Ca^{2+}、Mg^{2+}和 SO_4^{2-}这三种可溶性杂质离子的去除。该阶段学生通过分析 Ca^{2+}、Mg^{2+}、Ba^{2+}、SO_4^{2-}、OH^-、CO_3^{2-}以及 H^+等多种离子之间的反应，思考除杂试剂加入顺序对实验结果的影响，从而初步锻炼实验设计能力和实验探究学习能力[5]。大学阶段的“由粗食盐制备试剂级氯化钠”则在去除可溶性杂质的基础上，增加了纯度检验环节，并强调杂质离子的去除原理及产率计算。该阶段不仅要求学生掌握溶解、蒸发、浓缩、结晶、过滤、pH 试纸的使用及无水盐的干燥等基本操作，更进阶要求其掌握实验数据的统计处理和误差分析的基本方法[4.]。

本文以北京师范大学等主编的《无机化学实验》中“由粗食盐制备试剂级氯化钠”为例，从实验原理、试剂用量及试剂添加顺序等方面展开探讨。在该实验中，沉淀的生成与分离是影响实验结果准确性的关键，其中 SO_4^{2-}的去除作为首要步骤，需在反应初期完成[6]。通过控制变量法结合 X 射线粉末衍射（XRD）分析，可明确除杂试剂添加顺序对沉淀及产物形态和及其结晶度的影响，为优化实验流程、提高产品产率提供依据[7]。自 2015 年以来，笔者在 12 届学生的实验教学过程

基金项目：山西省高等学校教学改革创新项目（No.J20241335）资助；晋中学院 2025 年人才培养质量提升项目(校教字〔2025〕24 号）；长三角高水平行业特色大学联盟专项课题(CSJYB202521)；安徽工业大学教育教学改革研究项目(2024jy52)和安徽工业大学实验教学和教学实验室建设研究项目.

作者简介：杜意恩（1978-），男，博士，教授，研究方向为教育教学管理和无机纳米材料的制备及性能研究。
崔效源（1993-），男，博士，副教授，研究方向为教育教学管理和过渡金属催化以及含硫类生物活性分子的构建。
何 婧（1982-），女，博士，副教授，研究方向为化学教育。
张志国（1981-），男，博士，教授，研究方向为材料科学。
叶明富（1982-），男，博士，高级实验师，研究方向为高等教育学。
通讯作者：崔效源

中发现，尽管学生均按照教材中设定的实验步骤与试剂用量规范操作，但产率异常的情况仍普遍存在，部分学生产率低于 50%，亦有部分学生产率高于 100%。经现场观察与系统分析，常见操作问题包括：加盐酸前未抽滤、pH 未调节至强酸性、滤液转移不完全、蒸发过程飞溅、最后一步未灼烧、灼烧时未用玻璃棒搅拌或误用金属钥匙搅拌等。此外，本研究进一步指出，常规的产率计算中未考虑除杂过程中外加试剂（$BaCl_2$、NaOH 和 Na_2CO_3）所引入的 Na^+和 Cl^-，这是导致计算产率偏大的重要因素。为此，本文在原有实验基础上，系统探究了除杂试剂加入顺序对 Ca^{2+}、Mg^{2+}和 Ba^{2+}去除效果及对产物质量与产率的影响；通过 XRD 对沉淀物成分及产物形态进行表征，提出了更加科学的产率修正公式，并总结出一系列实验操作注意事项，以提升实验教学的科学性和可重复性。

1 实验原理

化学试剂或医用的 NaCl 都是以粗食盐为原料提纯的。粗食盐中的杂质主要分为两类：不溶性杂质（如泥沙）及可溶性杂质（如 Ca^{2+}、Mg^{2+}、K^+和 SO_4^{2-}等）。其中，不溶性杂质可通过过滤直接除去；可溶性杂质则需采用化学沉淀法，通过加入某些特定的化学试剂使可溶性杂质转变为沉淀物，再经过滤除去。具体提纯过程及原理如下：

一般是先在粗食盐溶液中加入稍过量的 $BaCl_2$ 溶液，使溶液中 SO_4^{2-}生成难溶的 $BaSO_4$ 沉淀：

$Ba^{2+} + SO_4^{2-} = BaSO_4\downarrow$

然后在溶液中加入适量的 NaOH 和 Na_2CO_3 溶液，使溶液中的 Ca^{2+}、Mg^{2+}和过量的 Ba^{2+}转化为 $Mg(OH)_2$、$CaCO_3$ 和 $BaCO_3$ 沉淀：

$Ba^{2+} + CO_3^{2-} = BaCO_3\downarrow$

$Ca^{2+} + CO_3^{2-} = CaCO_3\downarrow$

$Mg^{2+} + 2OH^- = Mg(OH)_2\downarrow$

过量的 NaOH 和 Na_2CO_3 溶液用 HCl 溶液中和：

$CO_3^{2-} + H^+ = H_2O + CO_2\uparrow$

$OH^- + H^+ = H_2O$

粗食盐中的 K^+与这些除杂试剂不起作用，仍留在溶液中。由于 KCl 溶解度比 NaCl 大，且其在粗食盐中的含量较少，所以在蒸发浓缩食盐溶液时，NaCl 会优先达到饱和而结晶析出，而 KCl 仍留在母溶中，从而实现与 NaCl 的分离。

2 实验用品

仪器：烧杯（50 mL）、量筒（50 mL）、玻璃棒、砂芯过滤装置、石棉网、铁架台（带铁圈）、电子天平（0.01 g）、蒸发皿（100 mL）、酒精灯、循环水式真空泵（SHZ-D（III）型，巩义市予华仪器有限责任公司）、X 射线粉末衍射仪（XRD-6100）。

试剂： $BaCl_2$ 溶液（1 mol/L）、NaOH 溶液（2 mol/L）、Na_2CO_3 溶液（1 mol/L）、HCl 溶液（6 mol/L）、粗食盐（山东海沃化工有限公司）、NaCl（成都市科隆化学品有限公司）。

材料：滤膜（0.22 μm）、pH 试纸。

3 实验内容

3.1 氯化钠的精制

1）溶解粗食盐

将粗食盐置于研钵中研磨后，用电子天平称取 10.00 g 放入 100 mL 烧杯中，加入 40 mL 去离子水，用酒精灯加热，不断搅拌使其溶解。抽滤，除去泥沙等不溶性杂质。

2）除去不溶物及 SO_4^{2-}

将食盐溶液加热溶液至沸后改用小火维持微沸。为使 SO_4^{2-}全部转化为硫酸钡沉淀，边搅拌边逐滴加入 1 $mol\cdot L^{-1}$ $BaCl_2$ 溶液约 2~3 mL，继续加热 5 min，使沉淀颗粒长大易于沉降。将酒精灯移开，待沉淀沉降后，在上层上清液中滴加 2 滴 1 $mol\cdot L^{-1}$ $BaCl_2$ 溶液，如未出现浑浊，表明 SO_4^{2-}已沉淀完全；反之，若出现浑浊，表示 SO_4^{2-}未沉淀完全，需继续往烧杯中滴加 $BaCl_2$ 溶液，并将溶液煮沸。如此反复检查，直至 SO_4^{2-}完全。用砂芯过滤装置抽滤，收集沉淀，将滤液转移至洁净的蒸发皿中。

3）除去 Ca^{2+}、Mg^{2+}、Ba^{2+}

探究加入 NaOH 溶液、饱和 Na_2CO_3 溶液的加入顺序及仅加入饱和 Na_2CO_3 溶液对除去 Ca^{2+}、Mg^{2+}、Ba^{2+}的影响。

①将步骤 2）得到的滤液加热至沸并维持微沸，边搅拌边滴入 1 mL 2 mol/L NaOH 溶液，再根据 $BaCl_2$ 溶液物质的量，逐滴滴加 1 mol·L^{-1} Na_2CO_3 溶液 2~3 mL。将酒精灯移开，待沉淀沉降后，在上层上清液中滴加 2~3 滴 1 mol·L^{-1} Na_2CO_3 溶液，如未出现浑浊，表明 Ca^{2+}、Mg^{2+}、Ba^{2+}已沉淀完全；反之，若出现浑浊，表示 Ca^{2+}、Mg^{2+}、Ba^{2+}未沉淀完全，需继续往烧杯中滴加饱和 Na_2CO_3 溶液，并将溶液煮沸。如此反复检查，直至 Ca^{2+}、Mg^{2+}、Ba^{2+}完全。用砂芯过滤装置抽滤，收集沉淀，将滤液转移至洁净的蒸发皿中。

②将步骤 2)中得到的滤液加热至沸并维持微沸，边搅拌边滴入 1 mol·L^{-1} Na_2CO_3 溶液 2~3 mL，至滴入 Na_2CO_3 溶液不生成沉淀为止，再往溶液中滴加 1 mL 2 mol/L NaOH 溶液，静置。按前述方法检查 Ca^{2+}、Mg^{2+}、Ba^{2+}是否沉淀完全。待确证上述离子已沉淀完全后，用砂芯过滤装置抽滤，收集沉淀，将滤液转移至洁净的蒸发皿中。

③将步骤 2）得到的滤液加热至沸并维持微沸，边搅拌边滴入 1 mol·L^{-1} Na_2CO_3 溶液 2~3 mL，至滴入 Na_2CO_3 溶液不生成沉淀为止，再多加 0.5 mL 1 mol·L^{-1} Na_2CO_3 溶液至沉淀完全，静置。按前述方法检查 Ca^{2+}、Mg^{2+}、Ba^{2+}是否沉淀完全。待确证上述离子已沉淀完全后，用砂芯过滤装置抽滤，收集沉淀，将滤液转移至洁净的蒸发皿中。

④步骤 2）中，不进行抽滤，其他操作与步骤（3）①相同。

4）除去多余 CO_3^{2-}

往步骤 3）中①~④所得滤液中滴加 6 mol·L^{-1} HCl，加热，搅拌，至 pH 试纸检测溶液呈酸性（pH=1～2）。

5）蒸发、浓缩、结晶

继续加热，当蒸发皿中溶液浓缩至产生大量晶体析出时（溶液体积约为原体积的 1/2），停止加热。冷却、减压过滤，用砂芯过滤装置抽滤，用少量无水乙醇洗涤晶体，抽滤至砂芯漏斗下端无水滴，获得 NaCl 晶体。

6）干燥

将制备的 NaCl 晶体转移到蒸发皿中小火烘干，并用玻璃棒不断搅拌，得到洁白、松散的 NaCl 晶体，自然冷却，称量，计算产率。产率 = 纯化后 NaCl 质量/粗食盐质量×100%。

3.2 XRD 表征

将所得的沉淀物及制备的 NaCl 晶体进行 XRD 表征，以确定其成分。

4 实验结果与讨论

4.1 粗食盐处理方式及用量对实验的影响

本实验对教材中的的操作进行了优化调整，其中粗食盐和去离子水用量均为教材中实验用量（20 g 粗食盐和 80 mL 水）的 1/2。采用该用量可有效缩短实验时间。此外考虑到粗食盐是颗粒状晶体（图 1a），这种形态不利于其在水中的溶解。为解决这一问题，实验中将粗食盐研磨成粉末状（图 1b），这样可以增大其与水的接触面积，加速其在水中的溶解过程，进一步节约实验时间。在粗食盐溶解过程中，溶液变浑浊，烧杯底部有少量不溶性灰褐色沉淀产生，说明粗食盐中含有少量泥沙等不溶性杂质。采用砂芯过滤装置抽滤，除去泥沙不溶性杂质，保留滤液，得到无色透明溶液。

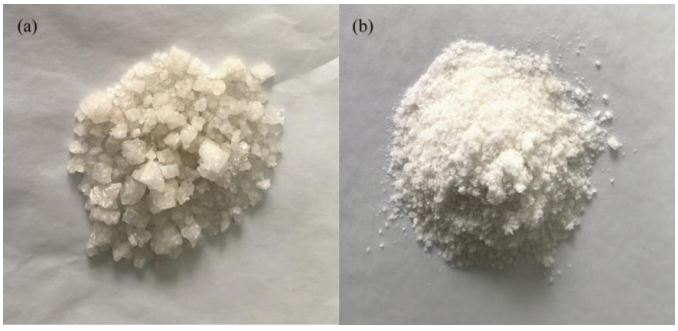

图 1 粗食盐的(a)晶体和(b)粉末

4.2 粗食盐中 SO_4^{2-}的确定

为确定粗食盐中是否含有 SO_4^{2-}， 将食盐溶液加热溶液至沸后改用小火维持微沸，向其中逐滴加入 1 mol·L^{-1} $BaCl_2$ 溶液约 2~3 mL，观察到有白色沉淀生成。为确定该沉淀是否是硫酸钡（$BaSO_4$），我们对其进行了 X-射线粉末衍射（XRD）表征，得到的 XRD 图谱如图 2 所示。从图 2 谱线可知，逐滴加入 $BaCl_2$ 溶液后，所得白色沉淀的衍射峰与 $BaSO_4$（JCPDS 卡：24-1035，正交晶系，*Pbnm* 空间群）的衍射峰全部相匹配。在 2θ为 20.12º、20.62º、22.98º、26.02º、27.00º、28.98º、31.76º、33.06º、41.04º、42.80º、43.14º和 44.16º处，对应的晶面分别是(020)、(101)、(111)、(021)、(210)、(121)、(211)、(002)、(122)、(140)、(212)和(041)晶面，说明所得白色沉淀为 $BaSO_4$。其反应的化学离子方程式为 $Ba^{2+} + SO_4^{2-} = BaSO_4\downarrow$，由此说明粗食盐中含有 SO_4^{2-}。

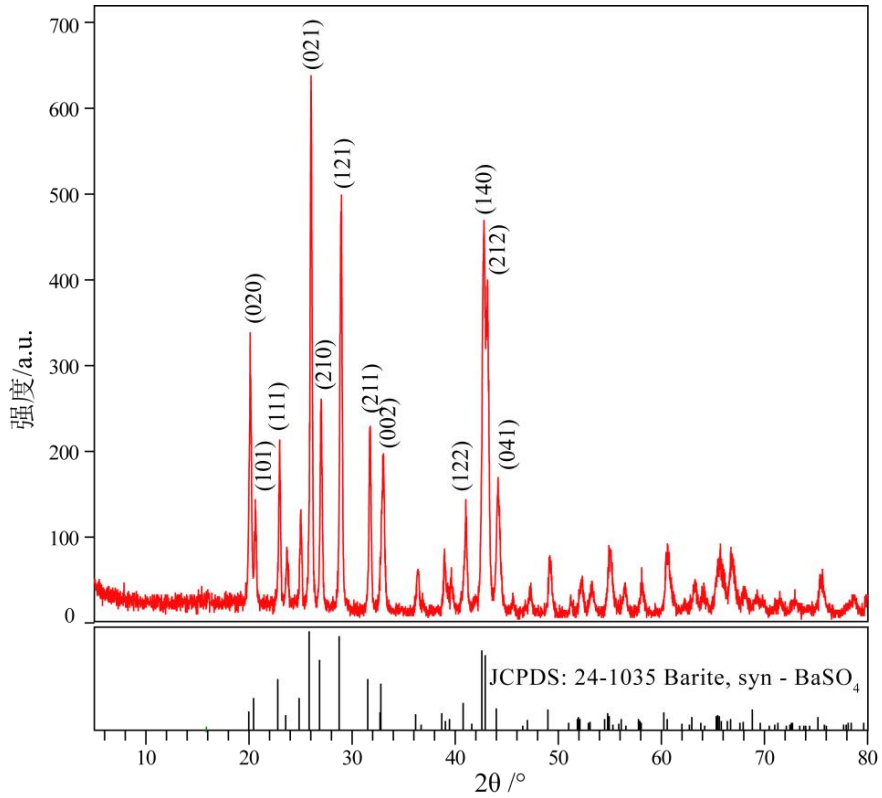

图 2 粗食盐溶液中逐滴滴加 $BaCl_2$ 溶液所得白色沉淀 $BaSO_4$ 的 XRD 图谱

4.3 除杂试剂加入顺序对除去 Ca^{2+}、Mg^{2+}、Ba^{2+}的影响

1）在抽滤除去 $BaSO_4$ 的滤液中，先加入 NaOH 溶液，后加入 1 mol·L^{-1} Na_2CO_3 溶液

基于单一离子沉淀平衡进行理论分析：先加入 NaOH 溶液，Ca^{2+}、Mg^{2+}应分别与 OH^-反应生成微溶的 $Ca(OH)_2$（K_{sp}^{Θ}=5.5×10^{-6}，$Ca^{2+} + 2OH^- = Ca(OH)_2\downarrow$）及难溶的 $Mg(OH)_2$（K_{sp}^{Θ}=5.61×10^{-12}，$Mg^{2+} + 2OH^- = Mg(OH)_2\downarrow$）。随后加入饱和 Na_2CO_3 溶液时，过量的 Ba^{2+}将直接生成 $BaCO_3$（K_{sp}^{Θ}=2.58×10^{-9}，$Ba^{2+} + CO_3^{2-} = BaCO_3\downarrow$），而 $Ca(OH)_2$ 会转化为更难溶的 $CaCO_3$（K_{sp}^{Θ}=2.8×10^{-9}，$Ca(OH)_2(s) + CO_3^{2-} \rightleftharpoons CaCO_3\downarrow + 2OH^-$）。该转化反应的平衡常数 $K = [OH^-]^2/[CO_3^{2-}] = K_{sp}^{\Theta}[Ca(OH)_2]/K_{sp}^{\Theta}(CaCO_3) = 5.5\times10^{-6}/2.8\times10^{-9} = 1.0\times10^3$，表明在室温下转化反应即可完全进行。因此，经典理论预测最终沉淀应为 $Mg(OH)_2$、$BaCO_3$ 和 $CaCO_3$ 的混合物。

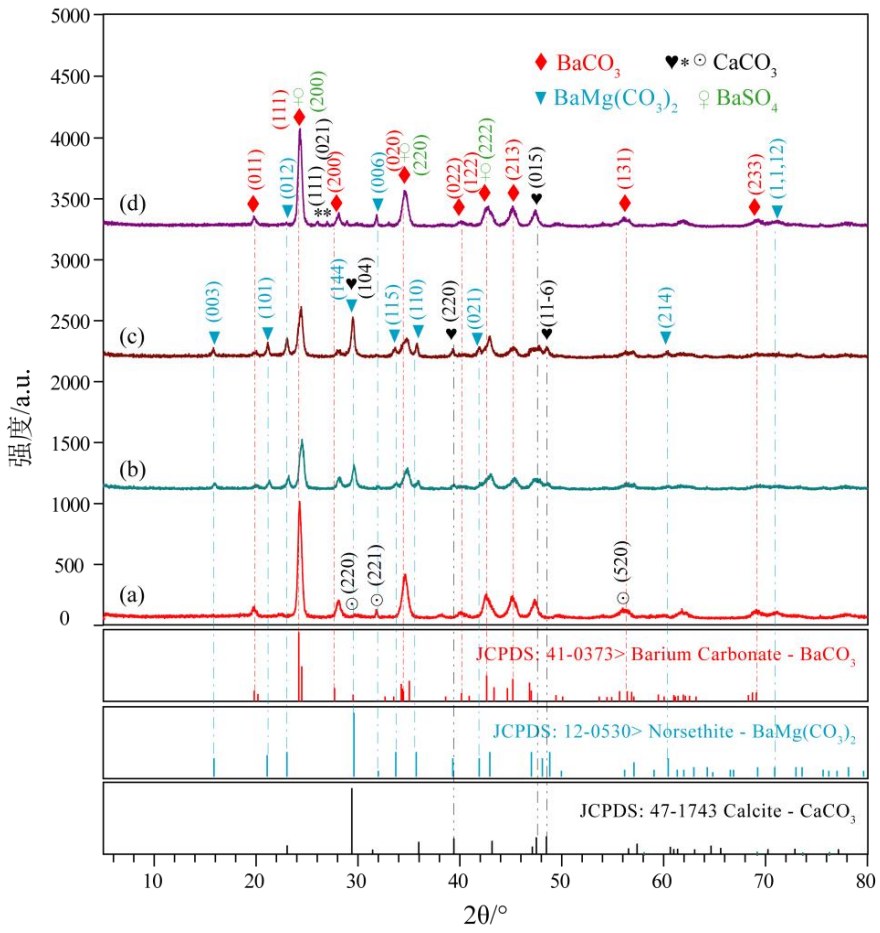

图 3 在预先除去 $BaSO_4$ 的滤液中，经不同流程（(a) 先加 NaOH 后加 Na_2CO_3；(b) 先加 Na_2CO_3 后加 NaOH；(c) 仅加 Na_2CO_3）处理，与在未除 $BaSO_4$ 的滤液中经相同添加试剂顺序（ (d) 先加 NaOH 后加 Na_2CO_3）处理后，所得沉淀的 XRD 图谱

图 3a 展示了按此顺序所得沉淀的 XRD 图谱。分析结果显示，实际沉淀物与理论预测存在较大差异。由图 3a 谱线可知，沉淀的主要衍射峰与 $BaCO_3$（JCPDS 卡：41-0373，正交晶系，*Pnma* 空间群）的衍射峰相匹配。在 2θ为 19.84º、24.28º、28.10º、34.68º、40.04º、42.64º、45.16º、56.08º 和 69.08º处，对应的晶面分别是(011)、(111)、(200)、(020)、(022)、(122)、(213)、(131)和(233)晶面，说明所得白色沉淀为 $BaCO_3$，其反应的化学离子方程式为 $Ba^{2+} + CO_3^{2-} = BaCO_3\downarrow$。除此之外，在 2θ为 31.80º和 77.86º处观察到两个较弱的衍射峰，对应于钡镁白云石（$BaMg(CO_3)_2$）的衍射峰（JCPDS：12-0530，六方晶系，*R*32 空间群）的(006)和(1,1,12)晶面，表明 Ba^{2+}、Mg^{2+} 与 CO_3^{2-} 形成了复合碳酸盐共沉淀，其反应的化学离子方程式为 $Ba^{2+} + Mg^{2+} + 2CO_3^{2-} = BaMg(CO_3)_2\downarrow$。另外，在 2θ为 29.73º、31.80º以及 56.08º处观察到的三个衍射峰，对应于 $CaCO_3$ 的衍射峰（JCPDS：17-0763，正交晶系）的(220)、(221)和(520)晶面，说明沉淀中含有 $CaCO_3$，其反应的化学离子方程式为 $Ca^{2+} + CO_3^{2-} = CaCO_3\downarrow$。根据 XRD 结果分析，沉淀中未检测到 $Mg(OH)_2$ 物相，这可能是由于在煮沸条件下，初始生成的的 $Mg(OH)_2$ 沉淀与体系中高浓度的 CO_3^{2-}、Ba^{2+}及 Mg^{2+}发生进一步反应，转化为热力学更稳定的钡镁复合碳酸盐（$BaMg(CO_3)_2$）[7]。此外，微量 $Mg(OH)_2$ 亦可能因为含量低于 XRD 检测限而未检出。上述分析结果表明，在抽滤除去 $BaSO_4$ 的滤液中，先加入 NaOH 溶液，后加入 1 $mol \cdot L^{-1}$ Na_2CO_3 溶液，所得沉淀中 $BaCO_3$ 为主要产物，$CaCO_3$ 和 $BaMg(CO_3)_2$ 为次要产物。

2）在抽滤除去 $BaSO_4$ 的滤液中，先加入 1 $mol \cdot L^{-1}$ Na_2CO_3 溶液，后加入 NaOH 溶液

基于单一离子沉淀理论预测，首先，Ca^{2+}和 Ba^{2+}将直接生成 $CaCO_3$ 和 $BaCO_3$ 沉淀。而 Mg^{2+} 会先与 CO_3^{2-}生成溶解度相对较大的 $MgCO_3$（$K_{sp}^{\ominus}=6.82\times10^{-6}$）：$Mg^{2+} + CO_3^{2-} = MgCO_3\downarrow$，随后在加入 OH^-的碱性环境中，已沉淀的 $MgCO_3$ 会转变为更溶解度更低的 $Mg(OH)_2$：$MgCO_3(s) + 2OH^- \rightleftharpoons Mg(OH)_2\downarrow + 2CO_3^{2-}$，该转化反应的平衡常数 $K=CO_3^{2-}/[OH^-]^2= K_{sp}^{\ominus}(MgCO_3)/K_{sp}^{\ominus}[Mg(OH)_2]$ =

$6.82\times10^{-6}/5.61\times10^{-12}=1.2\times10^{6}$。表明在室温下上述反应进行的非常完全。因此，理论预测最终除杂产物应为 $BaCO_3$、$CaCO_3$ 和 $Mg(OH)_2$。

图 3b 展示了按此顺序所得沉淀的 XRD 图谱。分析结果显示，实际沉淀物与理论预测存在较大差异。从谱线 3b 可以看出，除了 $BaCO_3$ 相外，在 2θ为 15.82º、21.16º、23.06º、29.50º、33.68º、35.80º、41.90º和 60.44º处的衍射峰，分别对应于 $BaMg(CO_3)_2$（JCPDS：12-0530）的 (003)、(101)、(012)、(144)、(015)、(110)、(021)和(214)晶面。而在 2θ为 29.50º、39.30º、47.82º和 48.58º处的衍射峰，分别对应于 $CaCO_3$（JCPDS：47-1473）的 (104)、(220)、(015)和(11-6)晶面。上述分析说明，在抽滤除去 $BaSO_4$ 的滤液中，所得的沉淀主要是 $BaMg(CO_3)_2$，其次是 $BaCO_3$、$CaCO_3$，而 $Mg(OH)_2$ 或 $MgCO_3$ 的特征衍射峰未检测到。

3）在抽滤除去 $BaSO_4$ 的滤液中，仅加入 1 mol·L^{-1} Na_2CO_3 溶液

基于单一离子沉淀预测，若仅加入 1 mol·L^{-1} Na_2CO_3 溶液，则 Ca^{2+}、Ba^{2+}直接生成 $CaCO_3$、$BaCO_3$，而 Mg^{2+}则生成 $Mg_2(OH)_2CO_3$。图 3c 展示了按此顺序所得沉淀的 XRD 图谱，其与 3b 几乎完全一致，所得的沉淀亦主要是 $BaMg(CO_3)_2$，$BaCO_3$、和 $CaCO_3$，而 $Mg(OH)_2$ 或 $MgCO_3$ 的特征衍射峰未检测到。

4）在除去泥沙等不溶性杂质的粗食盐滤液中依次加入 $BaCl_2$、NaOH 和 1 mol·L^{-1} Na_2CO_3 溶液

基于单一离子沉淀预测，首先，SO_4^{2-}与 Ba^{2+}将直接生成 $BaSO_4$，接着，Ca^{2+}、Mg^{2+}应分别与 OH^-反应生成微溶的 $Ca(OH)_2$ 及难溶的 $Mg(OH)_2$，最后，过量的 Ba^{2+}与 CO_3^{2-}生成 $BaCO_3$。图 3d 展示了按此顺序所得沉淀的 XRD 图谱，从谱线 3d 可以看出，除了 $CaCO_3$、$BaCO_3$ 及 $BaMg(CO_3)_2$ 的特征衍射峰外，在 2θ为 24.34º、34.66º和 42.82º处的衍射峰，对应于 $BaSO_4$（JCPDS 卡：26-0191，立方晶系）的(200)、(220)和(222)晶面。

4.4 除杂试剂加入顺序对所得产物 NaCl 的影响

在除去 $BaSO_4$、$CaCO_3$、$BaCO_3$ 及 $BaMg(CO_3)_2$ 的滤液中，逐滴加入 6 mol·L^{-1} HCl，加热搅拌，使溶液呈酸性(pH=1～2)，除去过量的 CO_3^{2-}和 OH^-，反应的离子方程式为 $CO_3^{2-}+H^+=H_2O+CO_2\uparrow$ 和 $OH^-+H^+=H_2O$。继续加热，当蒸发皿中溶液浓缩至产生大量晶体析出时，停止加热，冷却、结晶得到的 NaCl 晶体如图 4a 所示。用砂芯过滤装置抽滤后的 NaCl 晶体经酒精灯小火烘干后所得洁白、松散的 NaCl 晶体如图 4b 所示。需要注意的是，在蒸发皿中小火烘干 NaCl 晶体时，要用玻璃棒（不能使用金属药匙）不断搅拌，防止晶体飞溅，造成产率降低。

图 4 (a)浓缩冷却析出的 NaCl 晶体和(b)抽滤后小火烘干后的 NaCl 晶体

图 5 为商业化 NaCl 及经不同纯化流程所得 NaCl 晶体的 XRD 图谱。如图所示，所制备的样品（图 5b~5e）与商业化 NaCl（图 5a）的特征衍射峰位置一致，仅在强度上存在差异。其主要衍射峰位于 2θ = 27.68º、32.04º、45.70º、56.74º、66.48º和 77.54º处，与立方晶系 NaCl 的标准卡片（JCPDS：05-0628，*Fm*-3*m* 空间群）对应，分别归属为 (111)、(200)、(220)、(222)、(400)和(420)晶面。此结果表明，不同流程最终均成功得到了纯相的 NaCl 晶体。衍射峰强度越大，表明晶体尺寸越大，

结晶性越好。此外，与标准谱图相比，所有样品的衍射峰均向右略有偏移，这通常可归因于晶面内部的晶格收缩（晶面间距减小）或微观应变。

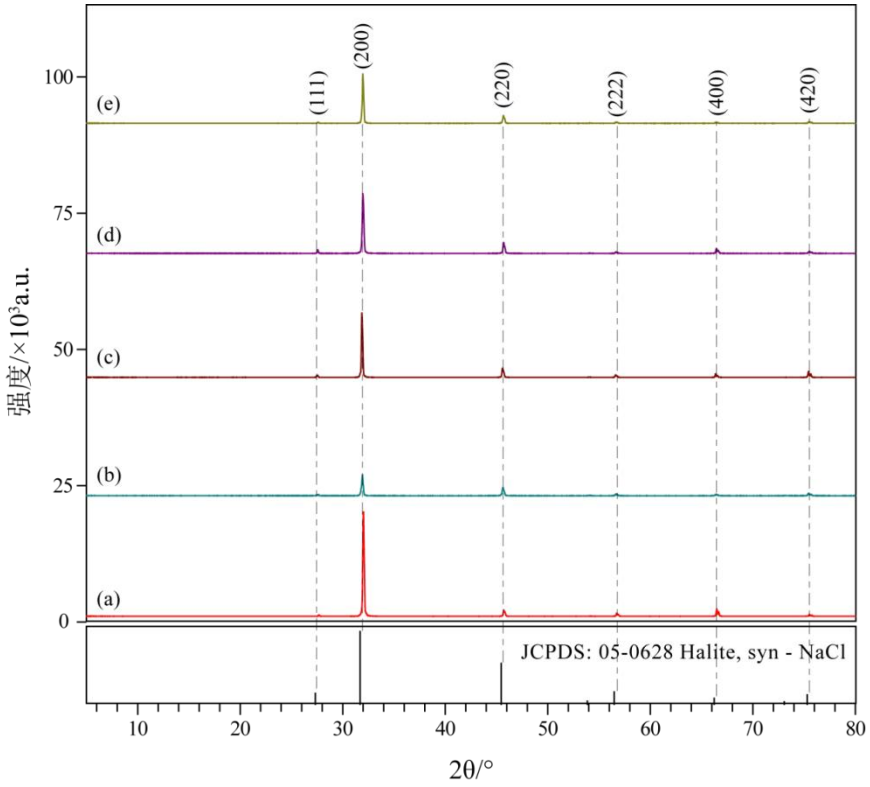

图 5 (a) 商业化 NaCl，与经以下流程纯化的 NaCl 样品的 XRD 图谱：(b-d)在预先除去 $BaSO_4$ 的滤液中，经不同纯化流程（(b)先加 NaOH 后加 Na_2CO_3；(c)先加 Na_2CO_3 后加 NaOH；(d)仅加 Na_2CO_3）处理，以及(e)在未除 $BaSO_4$ 的滤液中，经先加 NaOH 后加 Na_2CO_3 处理（所有流程最终均经抽滤、加 HCl、蒸发结晶）

表 1 给出了不同流程所制备的 NaCl 晶体的质量及产率，从表中可以看出，不同处理流程所得到的 NaCl 晶体的产量和产率明显不同。在预先除去 $BaSO_4$ 的滤液中，仅加 Na_2CO_3 溶液，除去沉淀后，经抽滤、加 HCl 溶液、蒸发结晶、小火灼烧后，所得 NaCl 质量最大（8.03 g）、产率最高（80.3%）。与预先除去 $BaSO_4$ 的滤液相比，不经过抽滤除去 $BaSO_4$，先加 NaOH 溶液后加 Na_2CO_3 溶液，经一步抽滤后，在加 HCl 溶液、蒸发结晶、小火灼烧后，所得 NaCl 质量最大（8.76 g）、产率最高（87.6%）。出现这种较大差别的原因是，在第二步除去沉淀后，抽滤瓶中部分滤液未能完全转移到蒸发皿中，造成 NaCl 溶液损失，产率降低。因此，缩减第二步除杂抽滤，可以提高产率。此外，需要注意的是，若在除 SO_4^{2-}的过程中加入的 $BaCl_2$ 溶液过多，将会使在后续过程中加入的 Na_2CO_3 溶液较多，或加入的 NaOH 溶液过多，都会引入 Na^+，在后续加入 HCl 除去 CO_3^{2-}和 OH^-后，引入 Cl^-，由于额外引入 Na^+和 Cl^-将会彼此结合或与粗食盐中原有的 Cl^-和 Na^+结合形成 NaCl，会造成制备的 NaCl 的产率偏大，鉴于此，在添加除杂试剂时要控制好试剂用量和规范操作。因此，为了排除除杂试剂可能造成产率偏大的影响，更为合理的解析粗盐中 NaCl 的真实含量，产率的计算公式可改进为：

$$\text{产率}=\frac{\text{纯化后NaCl质量}-M(\text{NaCl})[c(\text{NaOH})V(\text{NaOH})+2c(\text{Na}_2\text{CO}_3)V(\text{Na}_2\text{CO}_3)]}{\text{粗食盐质量}}\times 100\%$$

改进产率计算公式后，所得 NaCl 的最高质量为 8.29 g，产率为 82.9%，排除了因除杂试剂引入造成的产率偏高的误差。

表 1 不同流程所制备的 NaCl 晶体的质量及产率

处理流程	预先除去 $BaSO_4$ 的滤液			未除 $BaSO_4$ 的滤液
样品标号	b	c	d	e
粗食盐质量/g	10.00	10.00	10.00	10.00
加入去离子水/mL	40	40	40	40
添加试剂顺序	先加 NaOH 后加 Na_2CO_3	先加 Na_2CO_3 后加 NaOH	仅加 Na_2CO_3	先加 NaOH 后加 Na_2CO_3
常规 NaCl 质量/g	7.64	7.52	8.03	8.76
常规 NaCl 产率/%	76.4	75.2	80.3	87.6
改进后 NaCl 质量/g	7.17	7.05	7.62	8.29
改进后 NaCl 产率/%	71.7	70.5	76.2	82.9

4.5 实验过程中需注意事项

1）预处理与抽滤：将粗食盐研磨后充分加热溶解，随即进行抽滤除去不溶性泥沙；同时用少量去离子水洗涤烧杯和抽滤瓶，合并滤液以确保澄清，便于后续观察杂质沉淀现象。

2）沉淀用量控制：各沉淀剂（如 $BaCl_2$、NaOH 和 Na_2CO_3）的加入量应保证足量，以使 SO_4^{2-}、Ba^{2+}、Mg^{2+}、Ca^{2+}等杂质离子沉淀完全。但沉淀剂量不宜过度增加，以防止引入过量的 Na^+及 Cl^-，导致最终 NaCl 的表观产率偏高。

3）中间沉淀的合并处理：加入 $BaCl_2$ 溶液除去 SO_4^{2-}后，生成的 $BaSO_4$ 沉淀无需立即抽滤。将其留存在体系中与后续沉淀一并处理，以减少因多次抽滤造成的滤液损失，并有效缩短操作时间。

4）酸化前必须抽滤：在加入 HCl 溶液中和过量的 NaOH 和 Na_2CO_3 之前，必须先进行抽滤，以除去溶液中的 $BaCO_3$、$CaCO_3$ 及 $BaMg(CO_3)_2$ 等沉淀。若未抽滤即酸化，上述沉淀会与酸反应而溶解，导致被除去的杂质离子重新释放到溶液中。

5）酸化除杂：为除去溶液中过量的 OH^-和 CO_3^{2-}，向抽滤后的滤液中加入 HCl 溶液，调节 pH 至 1～2，过量的 HCl 溶液在后续加热蒸发过程中会因挥发而完全逸出，不会对 NaCl 产品的纯度造成影响。

6）蒸发结晶操作：蒸发浓缩时应采用小火加热，使溶液保持微沸状态，防止局部过热导致液体飞溅。当蒸发至有大量固体析出时，应停止加热。

7）冷却规范：经加热或高温灼烧后的蒸发皿，应置于铁圈上自然冷却至室温，避免直接放置在实验台面。

8）产率校正计算：为提高粗食盐中 NaCl 含量测定的准确性，在计算产率时，应扣除由除杂过程中引入的 Na^+（源自 NaOH 及 Na_2CO_3）所转化生成的 NaCl 质量，从而获得更接近真实值的实验结果。

5 结束语

本研究系统探究了由粗食盐制备试剂级氯化钠的提纯工艺，重点考察了除杂试剂加入顺序对杂质去除效果及产物产率的影响。XRD 分析证实，粗食盐中的 SO_4^{2-}可通过加入 $BaCl_2$ 生成 $BaSO_4$ 沉淀有效除去；而除杂试剂加入顺序对沉淀产物组成具有显著影响，研究发现无论采用何种顺序，沉淀中均未检测到 $Mg(OH)_2$ 或 $MgCO_3$，而是生成了热力学更稳定的 $BaMg(CO_3)_2$，揭示了实际煮沸条件下存在沉淀转化与共沉淀机制。不同纯化流程最终均可获得纯相 NaCl 晶体，XRD 图谱与标准卡片一致，但产率存在明显差异：省略中间 $BaSO_4$ 抽滤步骤、将沉淀合并处理可使产率由 80.3%提升至 87.6%，表明简化抽滤操作可有效减少滤液损失。针对除杂试剂引入额外 Na^+对产率计算造成的干扰，提出了改进的产率计算公式，校正后最高产率由 87.6%修正为 82.9%，能更真实地反映粗食盐中 NaCl 的实际含量。本研究通过优化除杂流程，在保证产品纯度的同时提高了产率，并深化了对多元离子体系中沉淀行为机制的理解，改进后的实验方案操作简便、试剂用量节约，可为无机化学实验教学提供参考。

参考文献：
[1] 中华人民共和国教育部. 义务教育化学课程标准（2022 年版）. 北京：人民教育出版社, 2022, 14-15.
[2] 中华人民共和国教育部. 普通高中化学课程标准（2017 年版 2020 年修订）.北京：人民教育出版社, 2020, 15-17.
[3] 北京师范大学等校编. 无机化学实验[M]. 北京：高等教育出版社, 2025, 208-210.
[4] 林晨婷, 潘清, 陈诗鋆, 等. 粗盐提纯产率计算的科学性探究[J]. 化学教育（中英文）, 2024, 45(22): 48-50.
[5] 李晓慧, 刘国成, 任坤艳, 等. 师范院校化学实验教学与中学的衔接——以“粗盐提纯实验”为例[J]. 科学咨询, 2025,20: 139-142.
[6] 曹葵, 李燕, 杨晓玲. 去除粗盐可溶性杂质必须第一步去除硫酸根离子——从盐效应角度分析实验步骤[J]. 化学教育（中英文）, 2021, 42(7): 104-107.
[7] 杨晓俊, 何山, 谢浩源, 等. 粗盐提纯方法改进探究[J]. 化学教育（中英文）, 2019, 40(2): 40-43.

Optimization of Experimental Conditions and Yield in Preparing Reagent-Grade Sodium Chloride from Crude Salt

DU Yien[1], CUI Xiaoyuan[1]*, HE Jing[1], ZHANG Zhiguo[2], YE Mingfu[3]

(1. Department of Chemistry and Chemical Engineering, Jinzhong University, Jinzhong 030619, Shanxi, China; 2. College of Materials Science and Engineering, Beijing University of Chemical Technology, Beijing 100029, China; 3. School of Chemistry and Chemical Engineering, Anhui University of Technology, Maanshan 243032, Anhui, China)

Abstract: This paper systematically investigates the effect of the addition order of purification reagents on the removal efficiency of Ca^{2+}, Mg^{2+}, and Ba^{2+} to address the encountered issue of abnormal yield in the “Preparation of reagent-grade sodium chloride from crude salt”. The precipitates and the resulting NaCl crystals were characterized by X-ray powder diffraction (XRD). The results indicate that, regardless of the addition order, neither $Mg(OH)_2$ nor $MgCO_3$ was detected in the precipitates. Instead, a more thermodynamically stable composite carbonate, $BaMg(CO_3)_2$, was formed, revealing the mechanisms of precipitate transformation and coprecipitation under boiling conditions. Although pure-phase NaCl crystals were obtained from all purification procedures, the yields varied significantly. Notably, omitting the intermediate $BaSO_4$ filtration step and combining the precipitates for collective processing increased the yield from 80.3% to 87.6%. An improved yield calculation formula is therefore proposed to correct for the overestimation caused by additional Na^+ and Cl^- introduced from the reagents during the purification. After correction, the highest yield was revised to 82.9%, which more accurately reflects the actual NaCl content in the crude salt. This study optimizes the purification process, enhancing the yield while ensuring product purity, and the optimized protocol offers a practical reference for inorganic chemistry laboratory teaching.

Keywords: purification of crude salt; reagent-grade sodium chloride; order of reagent addition; X-ray powder diffraction; yield calculation