



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 101712480 A

(43) 申请公布日 2010.05.26

(21) 申请号 200810151994.1

(22) 申请日 2008.10.06

(71) 申请人 天津市化学试剂研究所  
地址 300240 天津市东丽区徐庄子

(72) 发明人 张为玲

(74) 专利代理机构 天津盛理知识产权代理有限公司 12209

代理人 王来佳

(51) Int. Cl.

C01D 7/35 (2006.01)

权利要求书 1 页 说明书 3 页

(54) 发明名称

无水碳酸钠的制备方法

(57) 摘要

本发明涉及一种基准试剂无水碳酸钠的制备方法,其制备方法的步骤包括:(1)将工业碳酸钠溶于水制成工业碳酸钠水溶液,加入氢氧化钠除去 $M_g^{2+}$ 、 $C_a^{2+}$ ;(2)在去 $M_g^{2+}$ 、 $C_a^{2+}$ 碳酸钠水溶液中加入双氧水,除去 $F_e^{2+}$ ;(3)向去 $F_e^{2+}$ 碳酸钠水溶液中通入 $CO_2$ ;(4)吸滤碳酸氢钠水溶液,得到碳酸氢钠结晶;(5)将碳酸氢钠结晶水洗、脱水、干燥后,即得基准试剂无水碳酸钠成品。本发明可有效去除工业无水碳酸钠中所含有的 $M_g^{2+}$ 、 $C_a^{2+}$ 和 $F_e^{2+}$ ,显著提高产品的纯度,同时也有效解决因长时间浓缩碳酸钠溶液,使得无水碳酸钠成品澄清度不高,致使产品合格率较低的问题。

1. 一种无水碳酸钠的制备方法,其特征在于:制备方法的步骤包括:

(1). 将工业碳酸钠溶于水制成工业碳酸钠水溶液,用氢氧化钠调该工业碳酸钠水溶液 Ph 值至 13 ~ 14,搅拌加热至 55 ~ 65°C,反应 0.5 ~ 1.5 小时,保温 1.5 ~ 2.5 小时后,过滤得去  $M_g^{2+}$ 、 $C_a^{2+}$  碳酸钠水溶液;

(2). 在去  $M_g^{2+}$ 、 $C_a^{2+}$  碳酸钠水溶液中加入双氧水,保温 22 ~ 24 小时后,过滤得去  $F_e^{2+}$  碳酸钠水溶液;

(3). 向去  $F_e^{2+}$  碳酸钠水溶液中通入  $CO_2$  达饱和,得到有碳酸氢钠沉淀析出的碳酸氢钠水溶液;

(4). 吸滤碳酸氢钠水溶液,得到碳酸氢钠结晶;

(5). 将碳酸氢钠结晶水洗后,脱水,将脱水后的碳酸氢钠结晶干燥,即得基准试剂无水碳酸钠成品。

2. 根据权利要求 1 所述的无水碳酸钠的制备方法,其特征在于:所述步骤 (2) 中双氧水与工业碳酸钠的重量比为 1 : 400。

3. 根据权利要求 1 所述的无水碳酸钠的制备方法,其特征在于:所述步骤 (5) 中脱水后的碳酸氢钠结晶干燥温度为 290°C ~ 300°C,干燥时间为 4 ~ 5 小时。

## 无水碳酸钠的制备方法

### 技术领域

[0001] 本发明属于化学试剂领域,尤其是一种基准试剂无水碳酸钠的制备方法。

### 背景技术

[0002] 无水碳酸钠作为基准试剂,在各行各业的化学分析中被广泛应用。目前制备无水碳酸钠的方法是:将工业无水碳酸钠溶解于热蒸馏水中,然后将其水溶液过滤后浓缩,便得到所用的基准试剂无水碳酸钠。这种方法只能将工业无水碳酸钠中不溶于水的杂质除去,而不能除去工业无水碳酸钠中所含的 $M_g^{2+}$ 、 $C_a^{2+}$ 和 $F_e^{2+}$ ,致使在进行化学分析时所得到的检测精度受到影响,进而可能导致检验结果的错误;同时,应为长时间浓缩碳酸钠溶液,使得无水碳酸钠成品澄清度不高,致使产品合格率较低。

### 发明内容

[0003] 本发明目的在于提供一种纯度较高、能够满足各行各业化学分析精度要求的无水碳酸钠的制备方法。

[0004] 本发明解决其技术问题是通过以下技术方案实现的:

[0005] 1. 一种无水碳酸钠的制备方法,其特征在于:制备方法的步骤包括:

[0006] (1). 将工业碳酸钠溶于水制成工业碳酸钠水溶液,用氢氧化钠调该工业碳酸钠水溶液 Ph 值至 13 ~ 14,搅拌加热至 55 ~ 65℃,反应 0.5 ~ 1.5 小时,保温 1.5 ~ 2.5 小时后,过滤得去 $M_g^{2+}$ 、 $C_a^{2+}$ 碳酸钠水溶液;

[0007] (2). 在去 $M_g^{2+}$ 、 $C_a^{2+}$ 碳酸钠水溶液中加入双氧水,保温 22 ~ 24 小时后,过滤得去 $F_e^{2+}$ 碳酸钠水溶液;

[0008] (3). 向去 $F_e^{2+}$ 碳酸钠水溶液中通入 $CO_2$ 达饱和,得到有碳酸氢钠沉淀析出的碳酸氢钠水溶液;

[0009] (4). 吸滤碳酸氢钠水溶液,得到碳酸氢钠结晶;

[0010] (5). 将碳酸氢钠结晶水洗后,脱水,将脱水后的碳酸氢钠结晶干燥,即得基准试剂无水碳酸钠成品。

[0011] 而且,所述步骤(2)中双氧水与工业碳酸钠的重量比为 1 : 400。

[0012] 而且,所述步骤(5)中脱水后的碳酸氢钠结晶干燥温度为 290℃ ~ 300℃,干燥时间为 4 ~ 5 小时。

[0013] 本发明的优点和有益效果为:

[0014] 1. 本无水碳酸钠的制备方法利用 $M_g(OH)_2$ 和 $C_a(OH)_2$ 的溶解度比 $M_gCO_3$ 和 $C_aCO_3$ 小的特点,向工业无水碳酸钠溶液中加入 $NaOH$ ,使溶液中的 $M_g^{2+}$ 和 $C_a^{2+}$ 以 $M_g(OH)_2$ 和 $C_a(OH)_2$ 的形式析出,可以较为彻底地除去 $M_g^{2+}$ 和 $C_a^{2+}$ ,有效提高产品的纯度。

[0015] 2. 本无水碳酸钠的制备方法利用 $F_e(OH)_3$ 难溶于水的特点,向工业无水碳酸钠溶液中加入 $H_2O_2$ ,使溶液中的 $F_e^{2+}$ 氧化为 $F_e^{3+}$ ,并使其与 $OH^-$ 结合形成 $F_e(OH)_3$ 沉淀析出,可以较为彻底地除去 $F_e^{2+}$ ,有效提高产品的纯度。

[0016] 3. 本无水碳酸钠的制备方法利用碳酸氢钠比碳酸钠溶解度小的特点,向工业无水碳酸钠溶液中通入提纯过的二氧化碳,从而析出碳酸氢钠,经脱水、烘干后既得无水碳酸钠成品。因此,可以有效解决因长时间浓缩碳酸钠溶液,使得无水碳酸钠成品澄清度不高,致使产品合格率较低的问题。

[0017] 4. 本发明可有效去除工业无水碳酸钠中所含有的 $M_g^{2+}$ 、 $C_a^{2+}$ 和 $F_e^{2+}$ ,显著提高产品的纯度,同时也有效解决因长时间浓缩碳酸钠溶液,使得无水碳酸钠成品澄清度不高,致使产品合格率较低的问题。

### 具体实施方式

[0018] 下面通过具体实施例对本发明作进一步详述,以下实施例只是描述性的,不是限定性的,不能以此限定本发明的保护范围。

[0019] 实施例 1:

[0020] (1). 将 40kg 工业碳酸钠溶于水制成工业碳酸钠水溶液,用氢氧化钠调该工业碳酸钠水溶液 Ph 值至 14,搅拌加热至 60℃,反应 1 小时,保温 2 小时后,过滤得去 $M_g^{2+}$ 、 $C_a^{2+}$ 碳酸钠水溶液。

[0021] (2). 在去 $M_g^{2+}$ 、 $C_a^{2+}$ 碳酸钠水溶液中加入 100ml 双氧水,保温 23 小时后,过滤得去 $F_e^{2+}$ 碳酸钠水溶液。

[0022] (3). 向去 $F_e^{2+}$ 碳酸钠水溶液中通入 $CO_2$ 达饱和,得到有碳酸氢钠沉淀析出的碳酸氢钠水溶液。

[0023] (4). 吸滤碳酸氢钠水溶液,得到碳酸氢钠结晶。

[0024] (5). 将碳酸氢钠结晶水洗后,用脱水机脱水,把脱水后的碳酸氢钠结晶放入干燥箱内恒温干燥,烘干温度 290℃,烘干时间为 5 小时,即得基准试剂无水碳酸钠成品。

[0025] 实施例 2:

[0026] (1). 将 50kg 工业碳酸钠溶于水制成工业碳酸钠水溶液,用氢氧化钠调该工业碳酸钠水溶液 Ph 值至 13.5,搅拌加热至 55℃,反应 0.5 小时,保温 2.5 小时后,过滤得去 $M_g^{2+}$ 、 $C_a^{2+}$ 碳酸钠水溶液。

[0027] (2). 在去 $M_g^{2+}$ 、 $C_a^{2+}$ 碳酸钠水溶液中加入 125ml 双氧水,保温 22 小时后,过滤得去 $F_e^{2+}$ 碳酸钠水溶液。

[0028] (3). 向去 $F_e^{2+}$ 碳酸钠水溶液中通入 $CO_2$ 达饱和,得到有碳酸氢钠沉淀析出的碳酸氢钠水溶液。

[0029] (4). 吸滤碳酸氢钠水溶液,得到碳酸氢钠结晶。

[0030] (5). 将碳酸氢钠结晶水洗后,用脱水机脱水,把脱水后的碳酸氢钠结晶放入干燥箱内恒温干燥,烘干温度 295℃,烘干时间为 4.5 小时,即得基准试剂无水碳酸钠成品。

[0031] 实施例 3:

[0032] (1). 将 100kg 工业碳酸钠溶于水制成工业碳酸钠水溶液,用氢氧化钠调该工业碳酸钠水溶液 Ph 值至 13,搅拌加热至 65℃,反应 1.5 小时,保温 1.5 小时后,过滤得去 $M_g^{2+}$ 、 $C_a^{2+}$ 碳酸钠水溶液。

[0033] (2). 在去 $M_g^{2+}$ 、 $C_a^{2+}$ 碳酸钠水溶液中加入 250ml 双氧水,保温 22 小时后,过滤得去 $F_e^{2+}$ 碳酸钠水溶液。

[0034] (3). 向去  $F_e^{2+}$  碳酸钠水溶液中通入  $CO_2$  达饱和, 得到有碳酸氢钠沉淀析出的碳酸氢钠水溶液。

[0035] (4). 吸滤碳酸氢钠水溶液, 得到碳酸氢钠结晶。

[0036] (5). 将碳酸氢钠结晶水洗后, 用脱水机脱水, 把脱水后的碳酸氢钠结晶放入干燥箱内恒温干燥, 烘干温度  $300^\circ C$ , 烘干时间为 4 小时, 即得基准试剂无水碳酸钠成品。