

⑰
86-89.96

关于用 $K_2Cr_2O_7 + K_2CrO_4$ 作双指示剂法示例的探讨 On Using $K_2Cr_2O_7 + K_2CrO_4$ as Means of Double Indication

谢秋元
Xie Qiuyuan

0655.22

(桂林医学院药理学系 桂林 541001)

(Dept. of Pharmacology, Guilin Medical College, Guilin 541001)

A 摘要 在酸碱滴定的双指示剂法示例中,用 $K_2Cr_2O_7 + K_2CrO_4$ 取代 $Na_2CO_3 + NaHCO_3$, 并改用溴甲酚绿和酚酞作指示剂。其结果表明,本法滴定的终点颜色变化较明显,终点较敏锐,准确度较好。

高铬酸钾

关键词 酸碱滴定 双指示剂法 $K_2Cr_2O_7 + K_2CrO_4$

酸碱滴定 铬酸钾

Abstract In the use of double indication in acid and alkali titration, using $K_2Cr_2O_7 + K_2CrO_4$ instead of $Na_2CO_3 + NaHCO_3$, and bromocresol green and phenolphthalein as indicators, the result shows that final colours change evidently in the titration with sharp destination and good accuracy.

Key words acid and alkali titration, means of double indicators, $K_2Cr_2O_7 + K_2CrO_4$

目前国内外分析化学教程^[1~3]中的酸碱滴定双指示剂法示例都采用 $Na_2CO_3 + NaHCO_3$, 由于其极易受 CO_2 影响,滴定效果欠佳。作者参考文献^[4],采用 $K_2Cr_2O_7 + K_2CrO_4$ 取代 $Na_2CO_3 + NaHCO_3$, 现将结果报告如下:

1 试剂和仪器

NaHCO ₃ AR.	减压干燥至恒重,测其含量 (%)	{ NaHCO ₃ 93.18	} 100.28	
	(计算含量时扣回)	{ Na ₂ CO ₃ 7.10		
Na ₂ CO ₃ AR.	} 均按基准物干燥法处理,测得各含量 (%)		{ 100.20	
K ₂ CrO ₄ AR.				} 100.41
K ₂ Cr ₂ O ₇ AR.				
指示剂: 溴甲酚绿	0.2%	乙醇溶液		
酚酞	0.1%	乙醇溶液		
甲基橙	0.1%	水溶液		

1995-03-19 收稿,1996-02-05 修回。

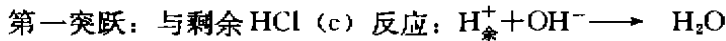
DZ-1型 } 自动电位滴定仪 (上海第二分析仪器厂)
 ZD-2型 }
 231型 玻璃电极
 232型 SCE

2 实验原理和方法

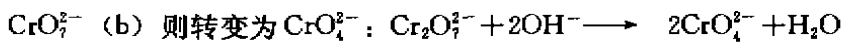
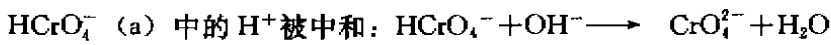
2.1 原理: $\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-} + \text{CrO}_4^{2-}$ 水溶液在过量 HCl 存在下:



酸化的溶液用标准 NaOH 溶液回滴。在滴定过程中得到两个突跃:



第一与第二突跃之间发生两个反应:



其滴定过程的化学计量关系为:

$$(\text{MV})_{\text{HCl}} - (\text{MV}_1)_{\text{NaOH}} = \text{CrO}_4^{2-} \text{ m mol 数}$$

$$[\text{M} (\text{V}_2 - \text{V}_1)]_{\text{NaOH}} - \text{CrO}_4^{2-} \text{ m mol 数} = 2\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-} \text{ m mol 数}$$

当 NaOH m mol < 加入 HCl m mol 第一突跃出现, 若二者相等, 在第一突跃则无 CrO_4^{2-} 存在。

当 NaOH m mol > 加入 HCl m mol 第二突跃出现, 若二者相等, 在第二突跃则无 $\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-}$ 存在。

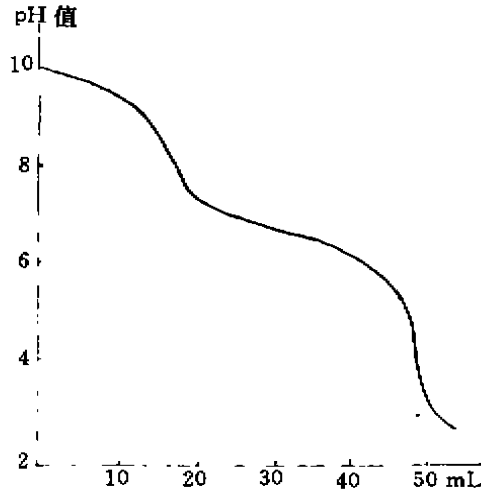


图1 $\text{Na}_2\text{CO}_3 + \text{NaHCO}_3$

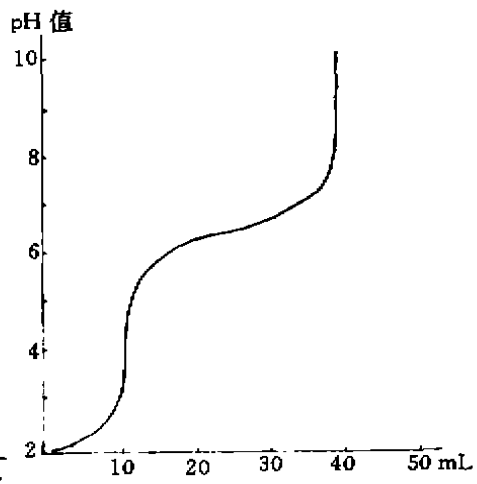


图2 $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7 + \text{K}_2\text{CrO}_4$

2.2 方法

精密称取 $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ 2.5 g + K_2CrO_4 2.5 g, 用水溶解稀释至 250.00 mL。准确量取该液 25 mL 于锥形瓶, 加入 0.1 M 标准 HCl 溶液 25.00 mL, 加溴甲酚绿 3 滴, 用 0.1 M 标准 NaOH

溶液滴定至刚好转为深黄色为第一终点, 记下 V_1 。加酚酞 3 滴, 继续滴定至溶液由绿色变为持续的淡棕红色为第二终点, 记下 V_2 。

3 结果对照

3.1 本法与 $Na_2CO_3 + NaHCO_3$ 法进行对照, 经两法电位滴定得 pH 值-V 曲线, 如图 1、2。

3.2 两法含量 (%) 测定结果比较:

表 1 两法含量测定结果对比表

	标 样 [*]			电位滴定测定值 [*]			双指示剂法测定值 ^{**}		
	1	2	3	1	2	3	1	2	3
Na_2CO_3	50.70	51.28	48.72	51.02	51.65	49.05	52.90	53.51	50.94
相对误差 (%)				0.63	0.72	0.68	4.33	4.34	4.55
$NaHCO_3$	49.30	48.72	51.28	48.31	47.80	50.32	45.50	45.07	47.53
相对误差 (%)				-2.04	-1.90	-1.87	-7.70	-7.50	-7.37
总 量	100.00	100.00	100.00	99.33	99.45	99.37	98.40	98.58	98.47
相对误差 (%)				-0.67	-0.55	-0.63	-1.60	-1.42	-1.53
CV (%)							0.06	0.06	0.06
$K_2Cr_2O_7$	50.14	50.28	48.39	50.17	50.32	48.44	50.24	50.34	48.48
相对误差 (%)				0.06	0.08	0.10	0.19	0.12	0.18
K_2CrO_4	49.86	49.72	51.61	50.03	49.88	51.78	50.06	49.95	51.84
相对误差 (%)				0.34	0.32	0.33	0.40	0.46	0.44
总 量	100.00	100.00	100.00	100.20	100.20	100.22	100.30	100.29	100.32
相对误差 (%)				0.20	0.20	0.22	0.30	0.29	0.32
CV (%)							0.06	0.06	0.05

* 1、2、3 分别为三批被测组分一次测定值。

** 1、2、3 分别为各三批三次测定的平均值。

4 线性范围

取 $K_2Cr_2O_7$ 2.6462 g + K_2CrO_4 2.5412 g, 用水溶解并稀释至 250.00 mL。取该混合液 10.00, 15.00, 20.00, 25.00, 30.00, 35.00 mL 分别加入 0.09891 M HCl 溶液 10.00, 15.00, 20.00, 25.00, 30.00, 35.00 mL, 分别用 0.1090 M NaOH 滴定至第一终点和第二终点。(指示剂亦用溴甲酚绿, 酚酞), 以混合液体积对应于第一、第二终点体积, 求相关系数 r_1, r_2 , 测定结果如下:

混合液 (mL)	10.00	15.00	20.00	25.00	30.00	35.00	相关系数
耗 (mL) 第一终点	4.28	6.40	8.55	10.70	12.80	14.90	$r_1 = 0.9999$
第二终点	15.20	23.55	31.40	39.20	47.00	54.85	$r_2 = 0.9999$

(下转第 96 页)

科技成果未能应用于生产, 重要原因有二: 一是成果本身不成熟, 不能形成规模生产; 二是成果转化运行机制不健全, 研究与生产脱节。因此, 要建立从研究、开发、生产、服务过程相衔接的转化机制, 特别是从技术研究到成果开发之间的转化机制。

由于海洋开发风险系数大、投入也高, 单靠科研单位孤军作战是难以承受的。我们不妨借鉴国外的经验, 如日本的“官、产、学”三位一体机制; 美国“海洋企业观念”, 几乎都是由政府、产业界、科技界联合投资开发, 共同承担风险, 以推进科技成果产业化。中国的国情有别于外国, 但可探索一条适合于自己的路, 改变科研单位“一头热”现状。采取各种手段和各种形成推动和鼓励研究开发机构改制转型为科技企业, 以开发科技产业为目标, 发展科工贸、技农贸等一体化企业; 支持企业与科研机构互相兼并, 或通过参股、控股等形式, 组建成以科技为先导、产权联结为纽带的跨地区、跨行业的科技产业开发集团, 但不管采用何种形式, 国家金融机构必须设立海洋开发风险专项资金, 保证海洋科技研究经费和产业开发经费。目前, 中国体制仍存在条块分割, 行业分家, 互不渗透, 甚至出现重复性和封锁性, 很不利于成果交换和利用, 在很大程度上影响了科技兴海计划实施, 必须加以纠正, 使科技成果更快转化为生产力, 推动广西沿海经济发展。

参考文献

- 1 蒋巧媛等. 试谈当前科研课题管理中的问题与对策. 广西科学院学报, 1995, (3, 4): 85~88.
- 2 浅谈海洋行政管理与海洋执法监察. 海洋信息, 1996, (4): 2~3.

(上接第89页)

5 讨论

本法第一终点指点示剂改用溴甲酚绿代替甲基橙, 终点颜色变化较明显, 易于观察。

由图1、2表明本法比 $\text{Na}_2\text{CO}_3 + \text{NaHCO}_3$ 滴定有较好的pH值突跃, 终点较敏锐。

由两法测定结果比较表明: $\text{Na}_2\text{CO}_3 + \text{NaHCO}_3$ 法相对误差较大, 准确度也不好电位滴定, 而本法相对误差较小, 和电位滴定相近, 具有较好准确度。

本法说明酸碱平衡原理, 涉及到利用回滴法, 其滴定比 $\text{Na}_2\text{CO}_3 + \text{NaHCO}_3$ 滴定更富有变化, 对学生的化学计量训练更有意义。

致谢

本文曾得到张其河教授指导, 特此深表谢意。

参考文献

- 1 孙毓庆主编. 分析化学, 第3版. 北京: 人民卫生出版社, 1992, 10: 104, 109.
- 2 武汉大学主编. 分析化学, 北京: 人民教育出版社, 1979. 179.
- 3 Gary D. Analytical chemistry. second edition. Christian University of Washington. 234, 244.
- 4 Kalbus L H et al. Titration of Chromate - Dichromate mixtures; A new experiment for quantitative analysis. Chem J. Educ, 1991, 68: 677.