

可溶性氯化物中氯含量测定的 3 种实验教学方法比较 *

The Comparison of 3 Experimental Teaching Methods for Determination of the Chlorine Content in Soluble Chloride

刘顺珍, 张丽霞

LIU Shun-zhen, ZHANG Li-xia

(广西师范学院化学与生命科学院, 广西南宁 530001)

(Guangxi Teachers Education University, College of Chemistry and Life Science, Nanning, Guangxi, 530001, China)

摘要: 设计 3 种方法, 通过可溶性氯化物中氯含量测定实验将传统的莫尔法和电导滴定法进行比较, 以探寻比传统莫尔法更准确, 又能降低硝酸银用量的新的实验教学方法。

关键词: 教学方法 化学实验 氯化物 氯含量 测定 电导滴定法

中图分类号: G642.423, O655.24 **文献标识码:** A **文章编号:** 1002-7378(2012)02-0152-04

Abstract: 3 experimental teaching methods for determination of the chlorine content in soluble chloride are designed. By comparing with traditional Mohr method and conductometric titration, the new experimental teaching method with high accuracy and low consumption of silver nitrated is studied.

Key words: teaching method, chemistry experiment, chloride, chlorine content, determination, conductometric titration

可溶性氯化物中氯含量的测定是高等院校分析化学实验中的主要内容之一, 常采用传统的莫尔法测定进行教学^[1]。莫尔法操作简单、适用性强, 所以多年来一直作为一个经典的分析方法被各高等院校采用。目前随着现代环境保护意识的加强和贵金属价格的攀高, 传统的莫尔法越来越显示出其不足。莫尔法测定中, 硝酸银的用量很大, 不仅造成环境污染, 而且实验成本很高^[2,3]。以广西师范学院为例, 目前其有 5 个班需要做分析化学实验, 按每班 40 人共有 200 人, 在该实验中每人要消耗 0.1 mol/L 硝酸银的体积约为 200 ml, 每年总计消耗硝酸银 680

g, 按目前每 100 g 硝酸银价格为 580 元计算, 仅硝酸银的实验成本就高达近 4000 元; 而且实验还产生大量的氯化银, 氯化银处理不好会造成环境污染; 另外, 实验还用铬酸钾作指示剂, 铬酸钾作指示剂存在几个方面对滴定结果的影响: (1) 指示剂铬酸钾的用量对指示终点有较大影响, $[\text{CrO}_4^{2-}]$ 过高或过低, 沉淀的析出就会过早或过迟, 因而产生一定的终点误差^[4]; (2) 在滴定时由于铬酸钾呈黄色, 当其浓度较高时颜色较深, 而将近终点时氯化银白色沉淀的增多混合液不易判断砖红色沉淀的出现, 不同的操作人员对终点的判断存在较大的误差^[5,6]。电导滴定法是一种用途广泛的分析方法^[7~9], 是将滴定与电导测定相结合, 利用滴定过程中系统电导率的变化转折指示滴定终点。由于滴定过程中溶液的电导率发生变化, 化学计量点会发生突跃, 通过作图, 很容易判断出滴定的终点。电导滴定法可以用于酸碱中

收稿日期: 2012-02-18

修回日期: 2012-03-26

作者简介: 刘顺珍(1966-), 女, 实验师, 主要从事分析化学实验教学研究。

* 广西教育厅基金项目(201010LX306)资助。

和、氧化还原等各类滴定反应。当溶液有颜色,不便利用指示剂时,电导滴定法就更加显得方便有效。本文设计3种方法,通过可溶性氯化物中氯含量测定实验将莫尔法和电导滴定法进行比较,以探寻比传统莫尔法更准确,又能降低硝酸银用量的新的实验教学方法。

1 实验部分

1.1 实验仪器与药品

实验的主要仪器有:电导率仪(DZDS-A),50 ml棕色滴定管,5 ml棕色微量滴定管,25 ml移液管,1 ml刻度吸量管,5 ml刻度吸量管,1000 μ l微量注射器。主要药品有:硝酸银(AR),氯化钠(基准试剂),浓硝酸(AR),铬酸钾(AR)。

1.2 实验方法

1.2.1 方法1:莫尔法

由实验室统一配置如下溶液:0.01 mol/L和0.1 mol/L的 AgNO_3 溶液,5% K_2CrO_4 指示剂。本方法在滴定时, AgNO_3 溶液、NaCl标准溶液和食盐溶液的浓度均降低为文献[1]的十分之一,即0.01 mol/L。

0.01 mol/L AgNO_3 溶液浓度的标定:准确称取0.1461 g经烘干的基准氯化钠于小烧杯中,用去离子水溶解完全后,定量转移到250 ml容量瓶中,稀释至刻度,摇匀。用移液管移取25.00 ml此溶液置于250 ml锥形瓶中,加入20 ml水,1 ml 5% K_2CrO_4 溶液,在不断摇动下,用 AgNO_3 溶液滴定至溶液成橙红色即为终点。平行做5次,计算 AgNO_3 溶液的准确浓度。

食盐试样中氯含量的测定:准确称取含氯约60%的食盐试样0.1623 g于小烧杯中,加水溶解后,定量地转入250 ml容量瓶中,稀释至刻度,摇匀。准确移取25.00 ml此溶液5份,分别置于250 ml锥形瓶中,加入20 ml水,1 ml 5% K_2CrO_4 溶液,在不断摇动下,用0.01 mol/L AgNO_3 溶液滴定至溶液成橙红色即为终点。根据试样质量, AgNO_3 溶液的浓度和滴定中消耗的体积,计算试样中氯离子的含量。

1.2.2 方法2:莫尔法

在本方法中, AgNO_3 溶液的浓度同文献[1],即0.1 mol/L;NaCl标准溶液的浓度和食盐试样溶液的浓度降低为文献[1]的十分之一,即0.01 mol/L。实验过程同莫尔法1,只是用0.1 mol/L AgNO_3 溶液做滴定剂时使用5 ml微量滴定管。

1.2.3 方法3:电导滴定法

在本方法中, AgNO_3 溶液的浓度同文献[1],即0.1 mol/L;NaCl标准溶液的浓度和食盐试样溶液的浓度降低为文献[1]的十分之一,即0.01 mol/L。由实验室用去离子水统一配置0.1 mol/L的 AgNO_3 溶液和0.1 mol/L的 HNO_3 溶液。

0.1 mol/L AgNO_3 溶液浓度的标定:准确称取0.1461 g经烘干的基准氯化钠于小烧杯中,用去离子水溶解完全后,定量转移到250 ml容量瓶中,稀释至刻度,摇匀。用移液管移取5.00 ml此溶液置于100 ml的烧杯中,加45 ml去离子水和3滴0.1 mol/L HNO_3 ,插入电导电极,然后用1000 μ l微量注射器逐次加入不同体积的 AgNO_3 溶液,充分振荡,记录平衡后溶液的电导率值,所得数据对加入体积作图,即得电导率滴定曲线。从曲线上得出消耗 AgNO_3 溶液的体积 V 。平行做5次,计算 AgNO_3 溶液的准确浓度。

食盐样品中氯含量的测定:准确称取含氯食盐试样(含氯质量分数约为60%)0.1612 g于烧杯中,加去离子水溶解后,定量地转入250 ml容量瓶中,稀释至刻度,摇匀。用移液管移取5.00 ml此溶液置于100 ml的烧杯中,加45 ml去离子水和3滴0.1 mol/L HNO_3 (排除其它离子干扰),插入电导电极,然后用1000 μ l微量注射器逐次加入不同体积的 AgNO_3 溶液,充分振荡,记录平衡后溶液的电导率值,所得数据对加入体积作图,即得电导率滴定曲线。从曲线上得出消耗 AgNO_3 溶液的体积 V 。平行做5次。根据试样质量, AgNO_3 标准溶液的浓度和滴定中消耗的体积,计算试样中氯离子的含量。

1.2.4 不同操作者分别用3种方法测定基准氯化钠中的氯含量

随机抽取30名学生,分别采用方法1、方法2、方法3,用 AgNO_3 标准溶液测定基准氯化钠中氯含量。每种方法每人平行测定5次,计算每种方法测定结果平均值和变异系数,并与基准氯化钠中氯含量(%)做比较。

2 结果与分析

2.1 莫尔法测定结果

表1的结果显示,方法1用0.01000 mol/L氯化钠标准溶液标定0.01 mol/L的 AgNO_3 溶液浓度的相对标准偏差为0.53%,方法2用0.01000 mol/L氯化钠标准溶液标定0.1 mol/L AgNO_3 溶液浓度的相对标准偏差为0.66%,两种方法的相对

标准偏差均在 0.2% 以上。表 2 结果显示,方法 1 用 0.01002 mol/L AgNO_3 溶液测定 0.01 mol/L 食盐样品溶液的相对标准偏差为 0.64%,方法 2 用 0.0999 mol/L AgNO_3 溶液测定 0.01 mol/L 食盐样品溶液的相对标准偏差为 0.59%,两种方法的相对标准偏差均在 0.2% 以上。表 1 和表 2 的结果说明,方法 1 和方法 2 的精密度均不符合常量分析的要求。

表 1 用 0.01000 mol/L 氯化钠标准溶液标定 0.01 mol/L (方法 1)和 0.1mol/L(方法 2)硝酸银溶液浓度的结果

| 方法 | 编号 | V_{AgNO_3} (ml) | C_{AgNO_3} (mol/L) | \bar{C}_{AgNO_3} (mol/L) | 相对标准偏差 (%) |
|------|----|-----------------------------|--------------------------------|--------------------------------------|---------------|
| 方法 1 | 1 | 24.95 | 0.01002 | 0.01002 | 0.53 |
| | 2 | 24.81 | 0.01008 | | |
| | 3 | 24.88 | 0.01005 | | |
| | 4 | 24.93 | 0.01004 | | |
| | 5 | 25.19 | 0.00992 | | |
| 方法 2 | 1 | 2.51 | 0.0996 | 0.0999 | 0.66 |
| | 2 | 2.49 | 0.1004 | | |
| | 3 | 2.48 | 0.1008 | | |
| | 4 | 2.51 | 0.0996 | | |
| | 5 | 2.52 | 0.0992 | | |

表 2 用 0.01002 mol/L(方法 1)和 0.0999 mol/L(方法 2)硝酸银溶液测定 0.01mol/L 食盐样品溶液氯含量的结果

| 方法 | 编号 | V_{AgNO_3} (ml) | Cl^- (%) | $\bar{\text{Cl}}^-$ (%) | 相对标准偏差 (%) |
|------|----|-----------------------------|-------------------|-------------------------|---------------|
| 方法 1 | 1 | 27.20 | 59.53 | 59.70 | 0.64 |
| | 2 | 27.33 | 59.81 | | |
| | 3 | 27.46 | 60.10 | | |
| | 4 | 27.38 | 59.92 | | |
| | 5 | 27.02 | 59.12 | | |
| 方法 2 | 1 | 2.73 | 59.56 | 59.67 | 0.59 |
| | 2 | 2.75 | 59.99 | | |
| | 3 | 2.74 | 59.71 | | |
| | 4 | 2.71 | 59.12 | | |
| | 5 | 2.75 | 59.99 | | |

2.2 电导滴定法测定结果

表 3 和表 4 的实验结果表明,采用沉淀电导滴定法,用 0.01000 mol/L 氯化钠标准溶液标定 0.1 mol/L 的硝酸银溶液,相对标准偏差为 0.14%,用 0.1004 mol/L 硝酸银溶液测定 0.01 mol/L 食盐样品溶液,相对标准偏差为 0.11%,两者的相对标准偏差都小于 0.2%,符合常量分析的精密度要求。

2.3 不同操作者的测定结果

表 5 结果表明,采用方法 1 和方法 2 两种方法,每个学生测得标准氯化钠溶液中氯含量的测定值与基准值的偏差变化比较大,而采用方法 3 测得标准氯化钠溶液中氯含量的测定值与基准值的偏差比较

小,说明不同的学生,采用电导滴定法比采用莫尔法产生的人为误差要小。原因可能是采用莫尔法时,终点是根据颜色的变化来判断,不同的人对颜色的敏感程度不同,而产生比较大的误差。电导滴定法不存在对颜色的判断,因而误差较小。采用莫尔法,指示剂铬酸钾的用量也会影响终点判断,用量过高,则终点过早到达,使分析结果偏低,反之铬酸钾浓度过低,则终点推迟,使分析结果偏高。而采用电导滴定法,通过记录体积和电导率的数值,用作图软件作图,从图中可读出终点值,即使在实验过程中偶然一次读数偏差,通过作图可以矫正,因而产生误差的概率较低。

表 3 用 5.00 ml 0.01000 mol/L 氯化钠标准溶液标定 0.1 mol/L 硝酸银溶液浓度的结果

| 编号 | V_{AgNO_3} (μl) | C_{AgNO_3} (mol/L) | \bar{C}_{AgNO_3} (mol/L) | 相对标准偏差 (%) |
|----|------------------------------------------|--------------------------------|--------------------------------------|---------------|
| 1 | 498.5 | 0.1003 | 0.1004 | 0.14 |
| 2 | 497.0 | 0.1006 | | |
| 3 | 497.5 | 0.1005 | | |
| 4 | 499.1 | 0.1002 | | |
| 5 | 498.3 | 0.1003 | | |

表 4 用 0.1004 mol/L 硝酸银溶液测定 0.01 mol/L 食盐样品溶液氯含量的结果

| 编号 | V_{AgNO_3} (μl) | Cl^- (%) | $\bar{\text{Cl}}^-$ (%) | 相对标准偏差 (%) |
|----|------------------------------------------|-------------------|-------------------------|---------------|
| 1 | 542.1 | 59.85 | 59.84 | 0.11 |
| 2 | 542.7 | 59.91 | | |
| 3 | 541.8 | 59.81 | | |
| 4 | 542.3 | 59.87 | | |
| 5 | 541.3 | 59.76 | | |

表 5 3 种方法测定基准 NaCl 中氯含量的变异性比较

| 方法 | 氯化钠中氯含量 (%) | | 变异系数 (%) |
|------|-------------|-------|-------------|
| | 基准值 | 测定平均值 | |
| 方法 1 | 60.66 | 60.92 | 1.63 |
| 方法 2 | 60.66 | 60.89 | 1.52 |
| 方法 3 | 60.66 | 60.71 | 0.67 |

3 结束语

本着降低实验成本,减少环境污染的原则,方法 1 降低了硝酸银和氯化钠标准溶液和食盐样品溶液的浓度,方法 2 和方法 3 降低了氯化钠标准溶液和食盐样品溶液的浓度,保持硝酸银溶液浓度不变。采用方法 1 和方法 2,每人每次实验需 0.1mol/L 的 AgNO_3 溶液约 20ml;方法 3 每人每次实验需 0.1mol/L AgNO_3 溶液不到 10ml,方法 3 明显成本

低,准确度比方法1和方法2都高,而且符合常量分析的要求。采用电导滴定法测定可溶性氯化物中氯含量,能降低高等学校的实验成本,减少环境污染,培养学生环保意识的同时,还能让学生学会一种新的沉淀滴定终点判断方法。高等院校的分析化学实验课可以改进原来的实验教学方法,推广使用电导滴定法来测定可溶性氯化物中氯含量。

参考文献:

- [1] 华中师范大学,东北师范大学,陕西师范大学,等.分析化学实验[M].第3版.北京:高等教育出版社,2009:87-88.
- [2] 李金辉.“可溶性氯化物中氯含量的测定”实验的改进[J].六盘水师专学报,2001,13(4):58-59,72.
- [3] 胡红梅.改进可溶性氯化物中氯含量测定方法的探讨[J].天中学刊,2000,15(2):96-97.

- [4] 华东理工大学化学系,四川大学化工学院.分析化学[M].第5版.北京:高等教育出版社,2006:193.
- [5] 王升文.EDTA滴定法精确测定可溶性氯化物中氯含量[J].化学试剂,2007,29(8):483-484,502.
- [6] 王瑞斌.Ag(I)沉淀-Ni(II)置换-EDTA滴定法测定可溶性氯化物中氯含量研究[J].非金属矿,2006,29(2):50-52.
- [7] 周雷,杜红英,陈港泉,等.沉淀电导滴定法用于敦煌莫高窟壁画地仗中阴离子的现场快速分析[J].敦煌研究,2009(6):50-54.
- [8] 黄宝成,王遵尧.电导滴定测定镍的含量[J].理化检验-化学分册,2002,38(1):19-20.
- [9] 赵藻藩,周性尧,张悟铭,等.仪器分析[M].北京:高等教育出版社,1998:354-357.

(责任编辑:邓大玉)

(上接第151页)

的得到结论。

3 及时反馈学习效果

科学地评价学生的学习效果是有效教学的一个重要条件,也是证明教学是否真正有效的唯一标准。无论使用何种评价方法,都应该注意课程评价的着力点是学生分析和解决问题的能力,而不是对公式、定理的生搬硬套。为此,习题课的合理安排是至关重要的,习题课是教学环节中非常重要的一环。许多老师往往重视理论教学,而忽视习题课。习题课是真正的练兵场之一,是最接近实战的演习,是理论教学必不可少的部分。通过精心准备的习题,了解学生学习的盲点与难点;训练学生对公式及定理的

应用和加强学生对公式及定理的理解。通过习题,对相关章节进行总结,进一步升华、凝练所讲内容;结合学生的相关专业,给学生补充一些与实际问题紧密结合的问题,用课堂所学内容灵活解决。

参考文献:

- [1] 谢娟,邱剑锋.复变函数与积分变换教学改革研究与实践[J].合肥师范学院学报,2009,27(3):26-28.
- [2] 华中科技大学数学系.复变函数与积分变换[M].第3版.北京:高等教育出版社,2008.

(责任编辑:陈小玲)