

实验五

混合碱的测定（双指示剂法）



一 实验目的

- 了解酸碱滴定法的应用
- 掌握双指示剂法测定混合碱的原理和组成成份的判别及计算方法
- 了解混合指示剂使用及其优点



二 实验原理

- 工业混合碱通常是 Na_2CO_3 与 NaOH 或 Na_2CO_3 与 NaHCO_3 混合物。
- 欲测定同一试样中各组分的含量，可用标准酸溶液进行滴定分析。根据滴定过程中pH值变化的情况，选用两种不同的指示剂分别指示第一、第二化学计量点的到达指示终点，这种方法称为双指示剂法。
- 根据到达两个化学计量点时消耗的HCl标准溶液的体积，便可判别试样的组成及计算各组份含量。
- 此法简便、快速，在实际生产中普遍应用，但准确度不高。



- 用盐酸标准溶液滴定混合碱溶液时，先发生如下反应：



第一个化学计量点溶液的pH为8.3，故选酚酞作指示剂消耗的HCl体积为V₁。

- 继续用盐酸标准溶液滴定，发生如下反应：



第二个化学计量点溶液的pH为3.89，故选甲基橙作指示剂，消耗的HCl体积为V₂。



当 $V_1 > V_2$ 时，试样为 Na_2CO_3 与 NaOH 的混合物。

$$\omega(\text{Na}_2\text{CO}_3) = \frac{c(\text{HCl}) \text{mol} \cdot \text{L}^{-1} \cdot V_2 \times 10^{-3} \text{L} \cdot M(\text{Na}_2\text{CO}_3) \text{g} \cdot \text{mol}^{-1}}{m(\text{样品质量}) \text{g}} \times 100$$

$$\omega(\text{NaOH}) = \frac{c(\text{HCl}) \text{mol} \cdot \text{L}^{-1} \cdot (V_1 - V_2) \times 10^{-3} \text{L} \cdot M(\text{NaOH}) \text{g} \cdot \text{mol}^{-1}}{m(\text{样品质量}) \text{g}} \times 100$$

当 $V_1 < V_2$ 时，试样为 Na_2CO_3 与 NaHCO_3 的混合物

$$\omega(\text{Na}_2\text{CO}_3) = \frac{c(\text{HCl}) \text{mol} \cdot \text{L}^{-1} \cdot V_1 \times 10^{-3} \text{L} \cdot M(\text{Na}_2\text{CO}_3) \text{g} \cdot \text{mol}^{-1}}{m(\text{样品质量}) \text{g}} \times 100$$

$$\omega(\text{NaHCO}_3) = \frac{c(\text{HCl}) \text{mol} \cdot \text{L}^{-1} \cdot (V_2 - V_1) \times 10^{-3} \text{L} \cdot M(\text{NaHCO}_3) \text{g} \cdot \text{mol}^{-1}}{m(\text{样品质量}) \text{g}} \times 100$$



- 双指示剂法中，传统的方法是先用酚酞指示剂，后用甲基橙指示剂，用HCl标准溶液滴定。由于酚酞变色不敏锐，人眼观察这种颜色变化的灵敏度较差，因此常选用甲酚红-百里酚蓝混合指示剂。
- 甲酚红变色范围的pH值为6.7（黄）～ 8.4（红），百里酚蓝色范围的pH值为8.0（黄）～ 9.6（蓝），混合后变色点的pH值8.3，酸色呈黄色，碱色呈紫色。用HCl滴定剂滴定溶液由紫色变为粉红色，即为终点。
- 本实验用甲酚红-百里酚蓝混合指示剂代替酚酞指示剂。



三 仪器与试剂

- 仪器

- 分析天平；
- **50 mL**酸式滴定管；
- **25 mL**移液管；
- **200 mL**容量瓶；
- 常用玻璃仪器若干。

- 试剂

- 工业混合碱试样；
- **HCl**标准溶液（约为 **$0.2 \text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$** ）；
- 甲基橙水溶液（**0.1%**）；
- 甲酚红-百里酚蓝混合指示剂



四 实验内容

1. 称量及溶液配制

称取2.5~3 g试样



100 mL烧杯



加蒸馏水

搅拌、溶解



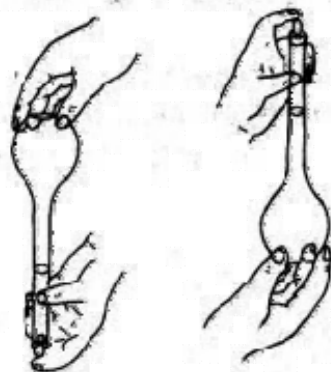
冷却

转至200 mL容量瓶

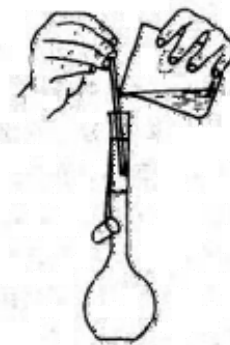


定容、摇匀

容量瓶的使用：检查→洗涤→配置



容量瓶的拿法



定量转移操作

- 热溶液必须冷至室温后，才能稀释至标线，否则会造成体积误差。
- 不要用容量瓶长期存放溶液，溶液配好后如果长期存放，应转移到磨口试剂瓶中保存。
- 容量瓶不得在烘箱中烘干，也不能用任何方法加热（包括用热水温热）。



2. 滴定至第一个等量点

用25 mL移液管平行移取稀释的工业混合碱三份，分别放入250 mL锥形瓶中，各加1~2滴甲酚红-百里酚蓝混合指示剂，摇匀。用HCl标准溶液分别滴定到溶液由紫色变为粉红色，即为反应第一终点，记录所消耗HCl标准溶液的体积 V_1 。

3. 滴定至第二个等量点

在上述滴定溶液中加入1~2滴甲基橙指示剂，继续用HCl作标准溶液滴定到溶液由橙色-黄色变为橙色，记录所消耗的HCl的体积为 V_2 。



注意事项

- 称量时动作要快，防止吸潮
- 要求平行测定三次，注意锥形瓶编号，注意结果要进行**相对平均偏差**的计算及分析
- 量取试样的体积一定要准确
- 在第一滴定终点前，**HCl标准溶液**要逐滴加入，并要不断摇动锥形瓶，以防溶液局部浓度过大；否则，**Na₂CO₃**会直接被滴定成**CO₂**。

