

混合碱中氢氧化钠和碳酸钠含量测定的影响因素与方法改进

仵春祺¹ 徐天昊² 王艳红¹ 张湘英¹ 张锡娅¹

(1. 中国石油独山子石化公司, 独山子 833600; 2. 新疆独山子天利高新技术股份有限公司, 独山子 833600)

摘 要: 混合碱是碳酸钠与碳酸氢钠或碳酸钠与氢氧化钠的混合物, 测定混合碱的方法主要采用双指示剂法。指示剂的变色范围为 $\text{pH} = \text{pKHIn} \pm 1$, 但由于人眼对各种颜色的敏感程度不同, 加之两种颜色有互相掩盖的作用, 影响观察, 实测到的酸碱指示剂的变色范围会有所差异, 从而引起滴定误差。文中对混合碱测定的称样量进行了改进, 对测定混合碱的实验条件进行了探索, 找出了最佳条件, 收到了满意的效果。

关键词: 混合碱; 影响因素; 方法改进

DOI:10.3969/j.issn.1001-232X.2014.03.018

Influence factors and the method improvement for concentration determination of sodium hydroxide and sodium carbonate in mixed alkali. Wu Chunqi¹, Xu Tianhao², Wang Yanhong¹, Zhang Xiangying¹, Zhang Xiya¹. (1. Dushanzi Petrochemical Co. of PetroChina, Dushanzi 833600, China; 2. Xinjiang Dushanzi TianLi High & New Tech Co. Ltd., Dushanzi 833600, China)

Abstract: Mixed alkali is mixture of sodium carbonate and sodium bicarbonate or sodium carbonate and sodium hydroxide. Double indicator method is applied to mixed alkali determination. Indicator discoloration is in the range of $\text{pH} = \text{pKHIn} \pm 1$. Because of the different sensing of human eye to all sorts of color, two colors have the effect of the cover up each other which affects the observation. The measurement of pH indicator color range is different, the titration error is expanded thereby. We improved the sample weigh, experiment on different conditions and found the best one.

Key words: mixed alkali; influencing factors; method improvement

工业用氢氧化钠中氢氧化钠和碳酸钠含量的测定, 采用的是双指示剂法, 即酚酞和溴甲酚绿—甲基红。该法简便、快速, 在生产实际中应用广泛。但该法存在以下缺点: 分析时间长, 熟练的操作工完成一个分析需 40 分钟; 耗试剂, 一个分析需要 1000mL 蒸馏水, 100mL HCl 标准溶液; 有时还会出现分析结果的重现性差。为了将分析偏差减小到允许的范围内, 文中对分析的步骤进行了优化, 从而能够保证检测质量的真实有效。

1 实验部分

1.1 原理

试样溶液中先加入氯化钡, 将碳酸钠转化为碳酸钡沉淀, 然后以酚酞为指示剂, 用盐酸标准滴定

溶液滴定至终点。试样溶液以溴甲酚绿—甲基红混合指示剂为指示剂, 用盐酸标准滴定溶液滴定至终点, 测得氢氧化钠和碳酸钠总和, 再减去氢氧化钠含量, 则可测得碳酸钠含量。

1.2 试剂

盐酸标准滴定溶液、氯化钡溶液、酚酞指示剂和溴甲酚绿—甲基红混合指示剂。

2 分析步骤

2.1 试样溶液的制备

用已知质量干燥、洁净的称量瓶, 迅速从样品瓶中移取固体氢氧化钠 $36 \pm 1\text{g}$ 或液体氢氧化钠 $50 \pm 1\text{g}$ (精确至 0.01g)。将称取的样品置于已盛有约 300mL 水的 1000mL 容量瓶中, 冲洗称量瓶, 将洗

作者简介: 仵春祺, 男, 高级工程师, 目前在测试中心从事分析检测工作, E-mail: ancom@126.com。

液加入容量瓶中。冷却至室温后稀释到刻度,摇匀。

2.2 氢氧化钠含量的测定

量取 50.00mL 试样溶液,注入 250mL 具塞三角瓶中,加入 10mL 氯化钡溶液,加入 2~3 滴酚酞指示剂,在磁力搅拌器搅拌下,用盐酸标准滴定溶液密闭滴定至微红色为终点。记下滴定所消耗标准滴定溶液的体积为 V_1 。

2.3 氢氧化钠碳酸钠含量的测定

量取 50.00mL 试样溶液,注入 250mL 具塞三角瓶中,加入 10 滴溴甲酚绿—甲基红混合指示剂,

在磁力搅拌器搅拌下,用盐酸标准滴定溶液密闭滴定至酒红色为终点。记下滴定所消耗标准滴定溶液的体积为 V_2 。

3 结果与讨论

3.1 改进前后的分析数据

表 1 是用两种称样量:改进前 $50g \pm 1g$,改进后 $12g \pm 0.5g$,对同一个样品进行的对比实验数据,两结果之差均小于允许误差 0.05%。

表 1 改进前后的分析数据

序号	改进前进 样量(g)	NaOH 结果 1	Na ₂ CO ₃ 结果 1	改进后进 样量(g)	NaOH 结果 2	Na ₂ CO ₃ 结果 2	两结果 之差
1	50.04	22.50	1.462	12.10	22.52	1.482	0.02
2	50.10	22.52	1.394	12.06	22.55	1.424	0.03
3	49.90	22.54	1.460	12.05	22.52	1.480	0.02
4	49.78	22.55	1.408	12.02	22.52	1.438	0.03
5	50.82	22.52	1.432	12.03	22.52	1.432	0.00
6	50.29	22.52	1.420	12.10	22.53	1.430	0.01
7	49.59	22.53	1.488	12.48	22.51	1.508	0.02
8	49.88	22.48	1.486	12.49	22.48	1.486	0.00
9	50.64	22.50	1.404	12.58	22.53	1.434	0.03
10	49.00	22.53	1.450	12.48	22.54	1.460	0.01

从以上数据可以看出,对同一样品用两种称样量分别进行测试,两结果之差完全在方法允许误差范围内,方法规定允许误差:NaOH 和 Na₂CO₃ 都是 0.05%。所以建议将混合碱称样量由 50g 改为 12.5g,可以获得满意的结果。

3.2 影响精密度和准确度的因素

在实际的分析中,分析难平行,结果的重现性差,不同的操作者之间结果有差异。为了解决这些问题,首先量取试样的体积一定要准。滴定前,使凝结在试剂瓶内壁上的水珠混入溶液,在天气比较热或室温变化大时,这一操作尤为重要,否则溶液浓度会发生变化。

测定 NaOH 含量时,酚酞指示剂可适当多加几滴,否则常因滴定不完全,使 NaOH 的测定结果偏

低,Na₂CO₃的测定结果偏高。在达到第一终点前,要避免因滴定速度太快,造成溶液中 HCL 标准溶液局部过浓,引起 CO₂的损失,带来较大的误差。

酚酞指示剂的碱色为红色,酸色为无色,由于从红色到无色的变化不很敏锐,终点的几乎无色(微红色)也难以判断,肉眼观察这种变化的灵敏性稍差。因此,近终点时每加 1 滴标准溶液均要搅拌至颜色稳定后再加第二滴,否则因颜色变化较慢容易过量。滴定到达第二等当点时,由于易形成 CO₂过饱和溶液,滴定过程中生成的 H₂CO₃慢慢地分解出 CO₂,使溶液的酸度稍有增大,终点出现过早,因此在终点附近应充分摇动溶液。整个滴定操作不能太慢,以免溶液吸收空气中的 CO₂,带来一定的误差。

4 结语

经过大量的试验,发现了造成混合碱分析难平行、结果重现性差的主要原因。通过采取上述措施,解决了这一难题,并且完成一个样品分析仅需 20 分钟,缩短了分析时间,降低了能耗,完全能够满足工艺生产需要。

参考文献

- [1] 刘珍. 化验员读本[M]. 北京:化学工业出版社 1994.
- [2] 刘世纯. 分析化验工[M]. 北京:化学工业出版社 1994.

收稿日期:2014-01-08