

混合碱的分析(双指示剂法)

一、实验目的

- ✓ 学习双指示剂法测定混合碱中碱组分含量的原理和方法
- ✓ 掌握HCl标准溶液的配制和标定方法

二、实验原理

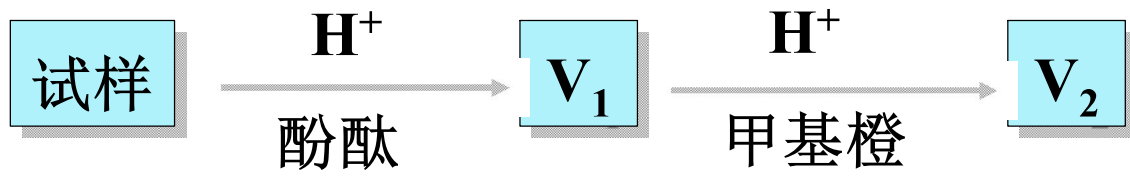
混合碱体系： $\text{Na}_2\text{CO}_3 + \text{NaOH}$;

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

- 混合碱的组成
- 混合碱中组分的含量



测定方法(双指示剂法)



✓ 根据 V_1 和 V_2 的相对大小确定混合碱的组成和含量

测定原理

$$V_1 > V_2$$

红色
 V_1
无色



V_1

$$w_{\text{NaOH}} = \frac{[c(V_1 - V_2)]_{\text{HCl}} M_{\text{NaOH}}}{m_s \times 1000}$$



pH_{sp} = 8.34

黄色
 V_2

V_2

$$w_{\text{Na}_2\text{CO}_3} = \frac{\frac{1}{2}(2cV_2)_{\text{HCl}} M_{\text{Na}_2\text{CO}_3}}{m_s \times 1000}$$

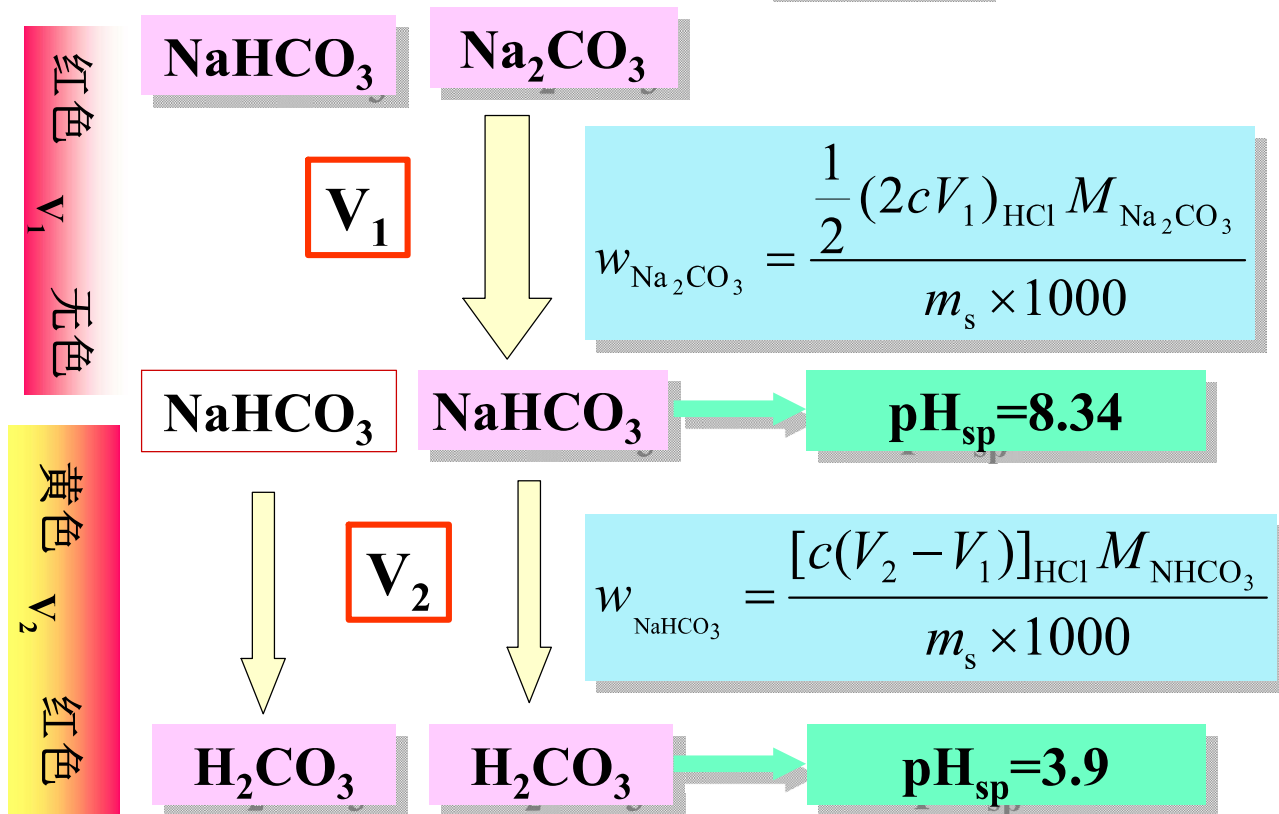


pH_{sp} = 3.9

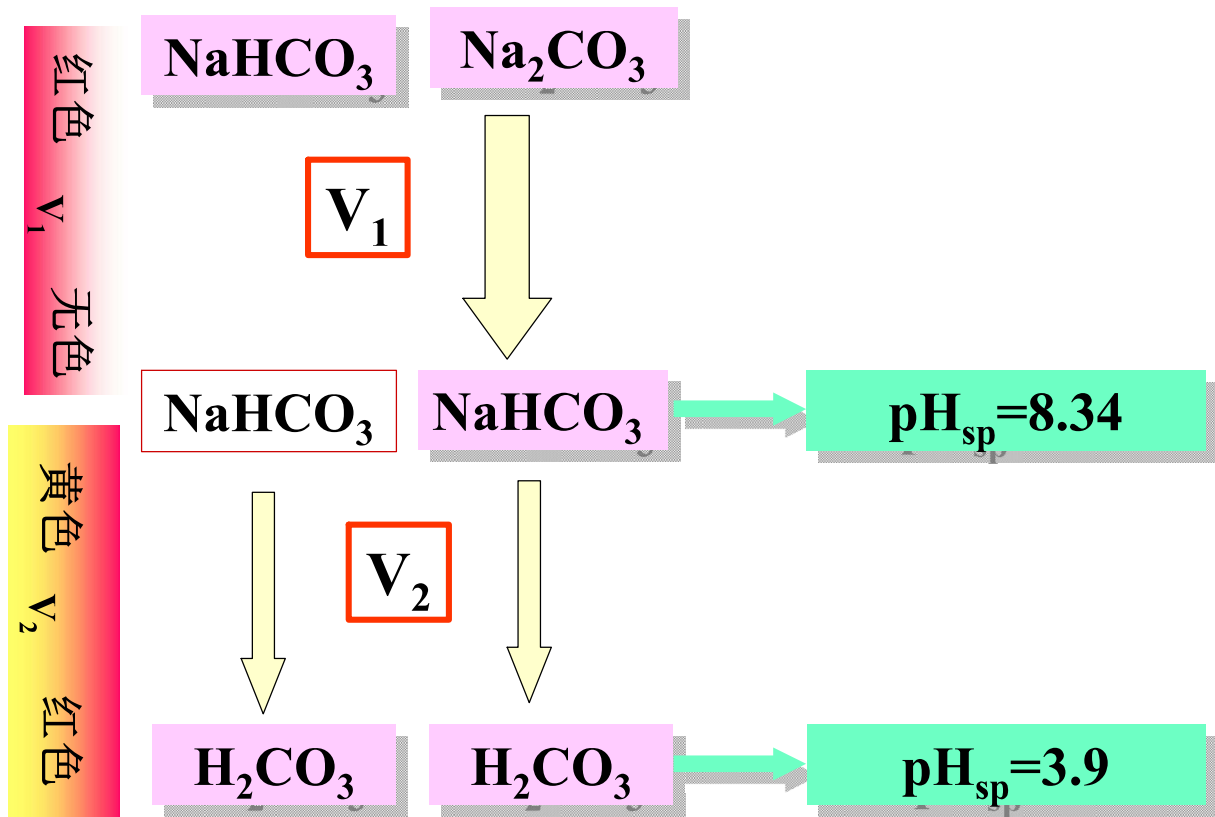
红色

测定原理

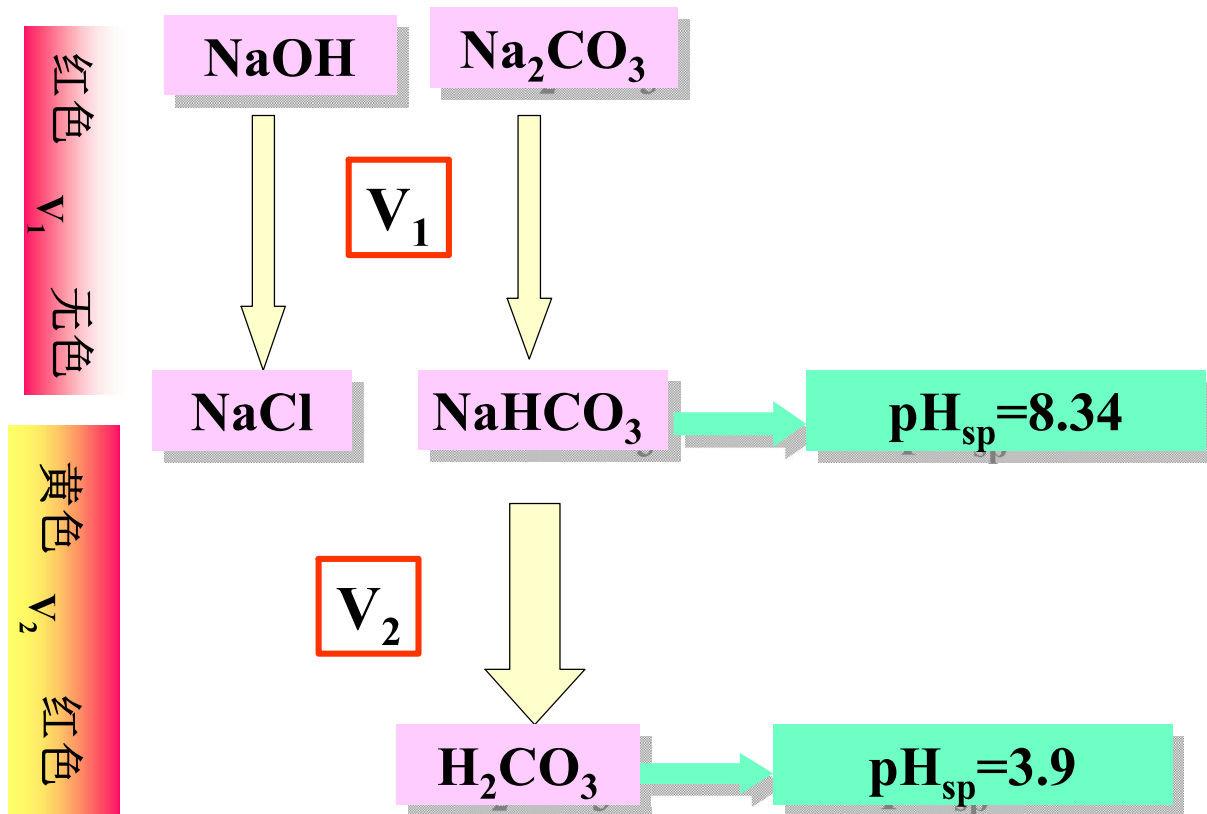
$$V_2 > V_1$$



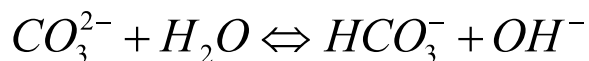
问题：总碱度测定的指示剂选择？



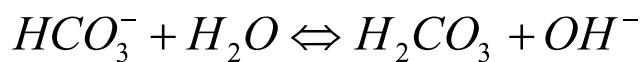
问题：总碱度测定的指示剂选择？



重点和难点：混合碱的分步滴定



$$K_{b_1} = \frac{K_W}{K_{a_2}} = \frac{10^{-14.00}}{10^{-10.25}} = 10^{-3.75}$$



$$K_{b_2} = \frac{K_W}{K_{a_1}} = \frac{10^{-14.00}}{10^{-6.38}} = 10^{-7.62}$$

$$K_{b_1} = 10^{-3.75} > 10^{-8}$$

$$K_{b_2} = 10^{-7.62} > 10^{-8}$$

$$K_{b_1} / K_{b_2} \approx 10^4 < 10^5$$

说明当准确度要求不高时， Na_2CO_3 和 NaHCO_3 可分别（步）滴。但滴定到 NaHCO_3 准确度不是很高，约1%误差。

$$w_{\text{NaOH}} = \frac{[c(V_1 - V_2)]_{\text{HCl}} M_{\text{NaOH}}}{m_s \times 1000}$$

$$w_{\text{Na}_2\text{CO}_3} = \frac{\frac{1}{2} (2cV_2)_{\text{HCl}} M_{\text{Na}_2\text{CO}_3}}{m_s \times 1000}$$

三、实验步骤

1. 0.01mol/L HCl试剂的配制

HCl溶液：用量筒量取浓HCl 4.5mL，加水至500mL，置于试剂瓶中。

2. 0.1mol/L HCl 溶液的标定：

- ✓ 基准物质：无水 Na_2CO_3 。
- ✓ 称量：准确称取0.15-0.20g无水 Na_2CO_3 三份(差减法)，分别倒入锥形瓶中
- ✓ 指示剂：甲基橙
- ✓ 终点：待标定的HCl溶液滴定至黄色→ 橙色。

3. 混合碱的分析

用移液管取**25.00mL**样品溶液于**100.00mL**容量瓶中，配成**100.00mL**稀释液。

每次取**25.00mL**稀释液滴定，使用碱性范围变色的酚酞指示剂(如酚酞，混合指示剂)，用**HCl**标准溶液滴定至终点，记录 **V_1** ；

再加入酸性范围变色的甲基橙指示剂(如甲基橙、甲基红)**继续**用**HCl**溶液滴定至终点，记录 **V_2** 。

平行测定三份。

4. 条件实验

- 1.指示剂种类对终点判断和测定结果的影响
2. 指示剂用量对测定结果的影响和终点的判断

分组情况

1. 酚酞(2滴)和甲基橙(2滴)
2. 甲酚红—百里酚蓝(5-8滴)和甲基橙(2滴)
3. 酚酞(2滴)和甲基红(2滴)
4. 酚酞(20滴)和甲基橙(2滴)

四、实验讨论

- 1.选择甲基橙和甲基红对终点判断和测定结果的影响
2. 两组指示剂用量对测定结果的影响和终点的判断

附录：指示剂的变色范围

	pK_a	变色范围	颜色变化
甲基橙	3.4	3.1~4.4	红~黄
甲基红	5.0	4.4~6.2	红~黄
酚酞	9.1	8.0~9.6	无~红
甲酚红—百里酚酞	8.3	8.2~8.4	粉红~紫色 酸色为黄色