

天然碱中氯根的测定

——氯离子选择性电极法——

刘 镇 琨 *

(化工系)

对于天然碱矿及其水溶法浸取液(碱卤)中氯离子的测定,目前生产中还普遍采用容量沉淀法,此法的缺点不但需要消耗价值较贵的硝酸银试剂,而且当氯离子含量较少时,化验人员也不易做得准确,尤其碱矿中氯离子含量,随着矿层部位的不同,有时变动很大,因而,如何确定一个在生产中既适于测定含氯较高的试样,又适于测定含氯较低的试样的方法,是一个很有实用价值的研究课题。

本文提出应用氯离子选择性电极及标准曲线法测定天然碱中的氯离子,研究和试验了离子强度调节剂及溶液酸度对测定结果的影响。确定了测定样品中氯离子的适宜条件。

对于测定天然碱矿和碱卤中的氯离子,均可以 0.5MNaNO_3 作为离子强度调节剂,并在 $\text{PH}3.5$ 左右进行测定。由于酸度对测定结果影响较大,我们加入酒石酸氢钾作为缓冲剂来控制溶液酸度,实验结果表明,采用以上办法可以显著提高分析结果的精密度。应用本法测定碱矿和碱卤中的氯离子,所得结果与银量法比较接近,能够符合一般工业分析的要求。

本法适于测定含氯在 10^{-4}M 以上的液样。

本法的优点是简便、快速,适于大批样品的分析,它比经典的银量法(摩尔法)经济、节约,在工业生产中可能实现连续分析和分析自动化。

实验部分

一、主要仪器和试剂:

- 1、仪器:(1)PXD—2型通用离子计301型氯电极(全固态)801型甘汞电极(双液接)
(2)25型酸度计 221型玻璃电极 222型甘汞电极

- 2、试剂:(1)氯化钠标准溶液: 0.1000M ,

准确称取氯化钠(优级纯)5.844克,于400毫升烧杯中,加少量蒸馏水溶解,然后转移溶液至一升容量瓶中稀至刻度。准确吸取 0.1000M 氯化钠溶液,冲稀并配制成 0.01M 和 0.001M 氯化钠标准溶液(用时临时配制)

- (2)硝酸钠(固体)

*程爱珠、五彦芝参加部分实验工作。

(3) 硫酸镁(固体)

(4) 酒石酸氢钾(固体)

(5) 碳酸钠(固体)

以上试剂均要求二级以上

(6) 去离子水:所用去离子水,是蒸馏水再经离子交换树脂处理过的。

二、条件试验:

离子强度调节剂对标准曲线的影响:

1. 标准曲线的制作手续:

分别吸取 10^{-3}M 、 10^{-2}M 和 10^{-1}M 标准 NaCl 溶液各1.000毫升于50毫升小烧杯中,各加9毫升水,另取10毫升 10^{-1}M 标准 NaCl 溶液于一50毫升烧杯中,在以上四个小烧杯中,各加入1.7克 NaNO_3 固体,及10毫升饱和酒石酸氢钾溶液,即得:

$5 \times 10^{-5}\text{M}$ 、 $5 \times 10^{-4}\text{M}$ 、 $5 \times 10^{-3}\text{M}$ 及 $5 \times 10^{-2}\text{M}$ 的 NaCl 标准溶液。

将以上配好的标准溶液,插入氯离子选择电极和双盐桥参比电极(解盐桥用 $0.1\text{M}-\text{KNO}_3$) 在通用离子计上测定不同浓度下电动势值(毫伏),由低浓度至高浓度顺次测定,最后在直角坐标纸上,以纵轴表示电动势值,横轴表示 PCl ,绘制标准曲线。

我们用不同浓度的 NaNO_3 和 $\text{MgSO}_4 \sim \text{NaNO}_3$ 混合溶液进行试验,结果表明,其浓度的变化不影响标准曲线的线性关系,随着浓度的增加,电动势值略有增加,曲线平移,所得数据如表1及图1所示:

表 1 标准曲线各点的电动势值 ($\text{PH} \approx 3.5$)

标准 NaCl 溶液 浓度(M)	5×10^{-2}	5×10^{-3}	5×10^{-4}	5×10^{-5}
离子强度调节剂浓度				
1M NaNO_3 溶液测得电动势值(mV)	60	119	176	241
0.5M $\text{NaNO}_3 \sim 0.125\text{M}$ MgSO_4 溶液测得电动势值(mV)	60	119	180	240
0.5M NaNO_3 溶液测得电动势值(mV)	59	118	174	242
0.1M NaNO_3 溶液测得电动势值(mV)	55	112	172	241
蒸馏水(未加离子强度调节剂测得电动势值(mV))	55	109	169	242

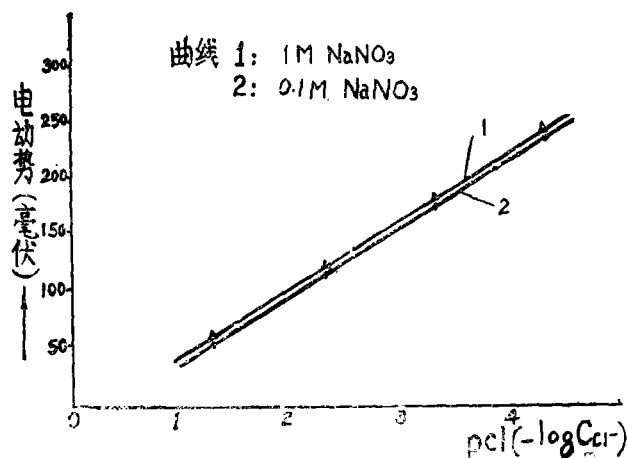


图1 不同浓度的 NaNO_3 所作标准曲线

2. 试样的分析:

对于测定天然碱矿中的氯离子, 我们根据本省天然碱矿的化学组成 (含钙镁盐类很少), 确定用 0.5M NaNO_3 溶液作为离子强度调节剂, 用酒石酸氢钾控制溶液酸度在 $\text{PH}3.5$ 进行测定。

分析手续: 准确称取碱矿分析试样 2.000 克, 于 250 毫升烧杯中, 用 $1:1\text{HNO}_3$ 小心中和 (不可加热) 溶解, 最后调 PH 约 $5\sim6$, 转移试液至 100 毫升容量瓶中, 冲稀至刻度。

准确吸取以上试液 10 毫升于 50 毫升烧杯中, 加入饱和酒石酸氢钾溶液 10 毫升, 加入 1.7 克 NaNO_3 , 在离子计上按以上手续测得毫伏值, 然后在标准曲线上, 查得试液中氯离子浓度, 再换算为试样中氯的百分含量。

对于分析天然碱水溶法浸出液 (碱卤) 中的氯离子, 由于其中含钙镁盐类更少, 也可以用 NaNO_3 作为离子强度调节剂, 在 $\text{PH}3.5$ 左右进行测定, 有时浓碱卤中夹杂有沉淀物, 必要时需冲稀过滤。

碱卤的分析手续基本与上相同, 可以直接吸取卤液, 以 $1:1\text{HNO}_3$ 小心中和至 $\text{PH}5\sim6$, 加入固体 NaNO_3 调整离子强度在 0.5M 左右, 并加入饱和酒石酸氢钾调 PH 在 3.5 左右, 在离子计上测得电动势值, 并算出卤液中氯离子的浓度。

表2 方法的精密度

样品号	氯离子含量 (C1-%)	平均值 (%)	标准偏差 (%)	变动系数 (%)
1	0.167, 0.162, 0.159, 0.163, 0.163, 0.162, 0.152, 0.159, 0.159, 0.152,	0.160	0.0048	3.0
2	0.380, 0.380, 0.387, 0.380, 0.395, 0.409, 0.395, 0.409, 0.380, 0.387,	0.390	0.012	3.0
3	1.19, 1.19, 1.13, 1.21, 1.15, 1.19, 1.20, 1.15, 1.13, 1.18,	1.17	0.028	2.3
4	1.99, 2.00, 2.00, 1.99, 1.99, 1.87, 1.87, 1.87, 1.87, 2.00,	1.95	0.065	3.3

表3 方法误差 (与摩尔法比较)

方法 样品	摩尔法结果 (C1-%)	本法结果 (C1-%)	绝对误差 (%)	相对误差 (%)
5	0.057	0.058	+0.001	+1.8
6	0.098	0.096	-0.002	-2.0
7	0.126	0.135	+0.009	+7.1
8	0.595	0.634	+0.039	+6.5
9	1.28	1.26	-0.02	-1.6
10	2.28	2.25	-0.03	-1.3
11	7.87	7.62	-0.25	-3.1
12	16.00	16.29	+0.29	+1.8

结 论

1.应用氯离子选择性电极测定天然碱中的氯离子,具有简便、快速、结果精确可靠,适于大批样品分析等优点,在天然碱生产中可以代替化学法(银量法)以满足生产上需要。

液压回路静态特性图解法的应用

赵 渊

(机械系)

提 要

本文举例说明液压回路静态特性图解分析法的具体应用,尤其偏重液压调速回路的分析。

前 言

西德Schlösser与Kroonenberg于1966年提出的液压回路静态特性图解法^[1]在最近几年渐受到重视。它的基本原理最近几年已在日本、苏联等国的书刊中加以介绍。国内于1980年新编教材《金属切削机液压传动》也作了简要介绍。实践证明用它分析液压回路可得到良好效果,有助于对液压回路特性深入了解,可预先指出回路存在的问题并能够更明确地解释一些过去没有解释清楚的问题。

2. 本法测定天然碱中的氯离子,酸度影响较大,致使电位读数较长时间不能稳定,我们实验中加入酒石酸氢钾作为缓冲剂来控制溶液酸度,从而解决了这个问题,使测定结果的精密度大为提高。

3. 离子强度调节剂(NaNO_3)的浓度,对测定结果有一定影响,实验中确定用 0.5MNaNO_3 ,所测结果与容量法(银量法)基本上一致。

当试样中含钙镁盐类很少时,可以只用(NaNO_3)作为离子强度调节剂,实验中发现二价离子(如镁盐)对测定的电位值有影响,所以,当试样中含钙镁盐类较高,在做工作曲线时,应该采用 $\text{NaNO}_3 \sim \text{MgSO}_4$ (或 $\text{Mg}(\text{NO}_3)_2$)作为离子强度调节剂,以使标准溶液和试液保持大体相同的离子强度和化学成分。

参 考 文 献

〔1〕 于天仁、张效年等编写

“电化学方法及其在土壤研究中的应用” 科学出版社 1980

〔1〕 黄德培等编写

“离子选择电极的原理及应用” 新时代出版社1982