

硫脲的示波滴定*

王 伟

(盐城工学院 化学工程系 江苏 盐城 224003)

摘 要 研究了硫脲的示波滴定方法,利用硫脲与已知过量的 AgNO_3 定量生成沉淀的反应原理,再加入已知过量的 Na-TPB 沉淀 Ag^+ ,然后以氯化四乙基铵返滴定。方法简便、快速,终点直观,不受溶液的颜色及沉淀存在的影响。方法标准加入回收率在 99.0% ~ 100.5%。相对标准偏差 < 0.5%。

关键词 示波滴定;硫脲;四苯硼钠

中图分类号 O657.14 **文献标识码** C

文章编号 1671-532X(2002)01-0056-02

硫脲为医药行业及环氧树脂、染料、压塑粉等的原料,也可作橡胶的硫化促进剂,金属矿物的浮选剂及用于自行车电镀、丝绸印染整理、照像、晒图纸、打字蜡纸、涤棉印花及冷烫精等方面。硫脲的测定通常采用碘量法、沉淀滴定法和重量法^[1~3]。本文研究应用示波滴定法^[4,5]进行测定。示波滴定法是根据示波图发生明显突变指示滴定终点的电位滴定分析方法,不用外加指示剂,溶液有色及沉淀存在不干扰测定。硫脲与过量 AgNO_3 反应定量生成黑褐色硫化银沉淀,沉淀的溶解度很小。在沉淀平衡体系中,过量的 Ag^+ 用四苯硼钠沉淀,再用氯化四乙基铵标准溶液示波滴定过量的 Na-TPB ,测出过量的 Ag^+ ,间接计算出硫脲的含量。沉淀在 $\text{pH} = 5.5$ 的 HAc-NaAc 缓冲介质中进行。滴定在 $\text{pH} = 10$ 的 NaOH-NaAc 介质中进行的。本方法能准确测定结果,方法标准加入回收率在 99.0% ~ 100.5%,相对标准偏差 < 0.5%。

1 实验部分

1.1 主要仪器与试剂

LS-1A 型示波滴定仪(山东电讯七厂),汞膜电极(自制),钨电极(自制),SRD-1 微型磁力搅拌器(盐城工学院),PHS-3C 型酸度计(上海第二分析仪器厂)。

硫脲标准溶液 $0.02000 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$; AgNO_3 标准溶液 $0.05000 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$; Na-TPB 标准溶液 $0.05000 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$; 氯化四乙基铵标准溶液 $0.02000 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$; HAc-NaAc 缓冲溶液:取 $2 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$ NaAc 溶液,滴加 HAc 调节 $\text{pH} = 5.5$,酸度计测量; NaOH 溶液 30%。

1.2 实验方法

移取硫脲标准溶液 10 mL 置于 100 mL 小烧杯中,加 HAc-NaAc 缓冲溶液 20 mL, AgNO_3 标准溶液 10 mL。将烧杯置于滴定装置上,用磁力搅拌器搅拌,待其沉淀完全后,用滴定管向烧杯中加入 Na-TPB 溶液 12 mL,沉淀过量的 Ag^+ ,继续搅拌 2 ~ 3 min,滴加 NaOH 溶液 10 滴,用试纸检验,此时试液 pH 约为 10,插入电极连接线路,调节示波滴定仪交直流电位旋钮至荧光屏上呈现 TPB 正常示波图。在不断搅拌下,用氯化四乙基铵标准溶液滴定过量的 Na-TPB ,直滴至示波图下切口突然消失为终点。记录标准溶液消耗体积。同时作空白试验(即不加样品)。按下式计算试液中被测物的量。

$$m = C(V_1 - V_0)Mr/2$$

式中 C 为氯化四乙基铵标准溶液浓度($\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}$), V_0 为空白时消耗氯化四乙基铵标准溶液体积(mL), V_1 为样品消耗氯化四乙基铵标准溶液的体积(mL), Mr 为硫脲相对摩尔质量 76.12。

* 收稿日期 2001-11-17

作者简介:王伟(1970-)男,江苏建湖县人,盐城工学院讲师。

2 结果与讨论

2.1 滴定示波图形

用氯化四乙基铵标准溶液滴定过量的 Na-TPB, 滴定过程中示波图形变化见图 1。a 为过量 Na-TPB 在 pH = 10 的 NaOH-NaAc 底液中的正常示波图, 随着滴定剂的加入示波图形由双切口变为单切口如图 b。临近终点时示波图形如图 c, 再滴入 1 滴滴定剂, 示波图形切口消失, 如图 d, 即为终点。尽管滴定体系中存在黑褐色硫化银沉淀和 Ag-TPB 沉淀。但对用氯化四乙基铵标准溶液滴定没有影响。滴定终点时, 切口消失很敏锐。

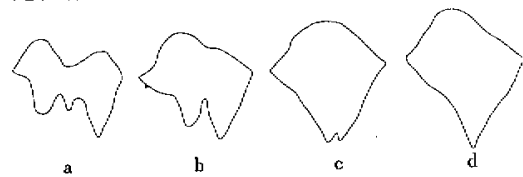


图 1 示波滴定图形

Fig.1 Oscillographic Titration Figures

2.2 在沉淀存在下过量 TPB 的直接滴定试验

本文试验了在过滤去除沉淀的溶液中, 用四苯硼钠示波滴定法测定过量的 Ag^+ , 与在沉淀存

在下, 用示波滴定法进行的测定相比较, 经试验表明: 两种滴定方式滴至终点时, 切口均突然消失, 变化敏锐。所不同的是过滤去除黑褐色沉淀后再滴定电极易清洗, 电极不易失灵。在用 Na-TPB 沉淀过量 Ag^+ 时, 过量的 Na-TPB 的滴定, 本文也试验了分离 Ag-TPB 沉淀和在沉淀存在的条件下的滴定, 试验表明: 在沉淀存在下滴定, 滴至终点时, 切口消失敏锐, 与过滤去沉淀物后滴定变化相同, 故不需要过滤。

2.3 试剂加入量选择

试验表明: AgNO_3 加入量应为试样物质的量的 1 ~ 2 倍。过量的 AgNO_3 用 Na-TPB 沉淀。Na-TPB 的加入, 过量 20% 即可, 过量 1 ~ 2 倍, 对滴定终点的观察不妨碍, 过量太多, 滴定剂消耗体积多, 形成的沉淀物多, 使滴定操作不方便; 过量太少, 滴定剂消耗体积小, 滴定误差较大。

2.4 标准加入回收率试验

在已知含量的试液中加入不同量的硫脲标准溶液, 按实验方法进行操作, 计算硫脲的测得量, 测定结果列于表 1, 从表中数据可知, 本方法标准加入回收率在 99.0% ~ 100.5%, 相对标准偏差 < 0.5%。

表 1 标准加入回收率试验 (n = 5)

Table1 Recovery Test

| 试样量/mg | 加入量/mg | 测量值/mg | | | | | | 平均值/mg | RSD/% | 回收率/% |
|--------|--------|--------|-------|-------|-------|-------|--|--------|-------|-------|
| 5.00 | 10.00 | 14.91 | 15.02 | 14.87 | 14.86 | 14.84 | | 14.90 | 0.48 | 99.0 |
| 5.00 | 20.00 | 25.00 | 24.98 | 25.15 | 25.20 | 25.22 | | 25.11 | 0.45 | 100.5 |
| 5.00 | 30.00 | 34.99 | 35.02 | 34.84 | 34.72 | 34.63 | | 34.84 | 0.48 | 99.5 |

3 样品分析

准确称取样品 0.2 g, 置于 100 mL 两用量瓶中, 加入适量的溶剂(例如乙醇)于量瓶中, 摇匀或加热使其溶解, 再用水定容。移取试液 10 mL 置于 100 mL 小烧杯中, 以下按实验方法操作。样品

分析测定结果与对照分析列于表 2。从表中数据可知, 本方法与标准分析方法碘量法一致。

表 2 样品测定结果与对照分析 (n = 5)

Table 2 Results of Sample Determination

| 样品序号 | 本方法测定结果/% | 碘量法测定结果/% |
|------|-----------|-----------|
| 1 | 99.21 | 99.28 |
| 2 | 98.50 | 98.41 |

参考文献:

- [1] 陈耀祖. 有机分析[M]. 北京: 高等教育出版社, 1981.
- [2] 张志贤, 张瑞锦. 有机官能团定量分析[M]. 北京: 化学工业出版社, 1990.
- [3] 杭州大学化学系分析化学教研室. 分析化学手册(第二分册)[M]. 北京: 化学工业出版社, 1997.
- [4] LIANG Yun-ai, WANG jie. Studies on quantitative determination of antibiotics by the derivative differential pulse polarography[J]. J Chin Pharm Sci, 1999, 8(2): 86.
- [5] 高鸿. 示波滴定[M]. 南京: 南京大学出版社, 1990.

(下转第 71 页)

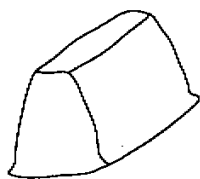


图 7 齿向修整

Fig.7 Trimming in tooth direction

4 结语

齿轮制造技术是控制齿轮噪声的关键。周节误差、齿形误差的数值在齿轮制造过程中,要稳定在一个区域内。齿顶修缘及轮齿的修整是齿轮噪声控制的好方法。

参考文献:

- [1] 黄锡恺. 机械原理 [M]. 北京: 人民教育出版社, 1981.
- [2] 王学飞. 噪声与降噪技术 [M]. 北京: 机械工业出版社, 1986.
- [3] 雷光. 齿轮制造手册 [M]. 北京: 机械工业出版社, 1998.
- [4] 袁哲俊, 刘华月. 刀具设计手册 [M]. 北京: 机械工业出版社, 1999.

Talking about gear noise and control

WU Chun-xiang

(Jiangsu Jiang Huai Engine Co.LTD Jiangsu Yancheng 224001 ,China)

Abstract :This paper analyses the factors which affect gear noise , describes that we should determine gear structure parameters and accuracy of manufacture on designing and manufacturing stages and utilize in practice in order to control gear noise .

Keywords :gear noise ; analysis ; comparison ; control

(上接第 57 页)

Determination of Thiourea by Oscillographic Titration

WANG Wei

(Department of Chemical Engineering of Yancheng Institute of Technology Jiangsu Yancheng 224003 ,China)

Abstract :The method for indirect determination of thiourea by oscillographic titration. In the pH 10.0 , the thiourea was completely precipitated by excessive silver nitrate , and the excessive silver nitrate was completely precipitated by sodium tetraphenylborate , the sodium tetraphenylborate was detected by oscillographic titration for calculating the content of thiourea. The method was applied to determination of thiourea with precision of RSD 0.5% .

Keywords :oscillographic titration ; thiourea ; sodium tetraphenylborate