



实 验

铅铋混合液中 Pb^{2+} 、 Bi^{3+} 的连续测定



一、实验目的

- 1、掌握酸度对EDTA络合物稳定性的影响；
- 2、掌握控制酸度对混合离子进行选择性的方法；
- 3、掌握二甲酚橙指示剂使用的pH条件和终点颜色的判断。

二、实验原理

Pb^{2+} 、 Bi^{3+} 均能与EDTA形成稳定的络合物，其 $\lg K$ 值分别为27.94和18.04。由于两者的 $\lg K$ 相差很大，故可利用通过控制酸度的方法，进行分别滴定。在 $\text{pH} \approx 1$ 时滴定Bi，在 $\text{pH} \approx 5 \sim 6$ 时，继续滴定Pb，两者终点的确定都以二甲酚橙为指示剂。Bi和Pb与二甲酚橙均形成紫红色络合物，在 $\text{pH} < 6$ 时指示剂呈现紫红色。所以，滴定过程中溶液从紫红色变为黄色即到终点。



将溶液的酸度从 $\text{pH} \approx 1$ 调节至 $\text{pH} \approx 5 \sim 6$ ，可用六亚甲基四胺溶液，过量的六亚甲基四胺溶液能起到缓冲溶液的作用。

计算公式如下：

$$\text{Bi} (\text{mg} \cdot \text{mL}^{-1}) = \frac{C_{\text{EDTA}} \times V_{1(\text{EDTA})} \times Ar_{\text{Bi}}}{25} \quad Ar_{\text{Bi}} = 209.0$$

$$\text{Pb} (\text{mg} \cdot \text{L}^{-1}) = \frac{C_{\text{EDTA}} \times (V_2 - V_1)_{\text{EDTA}} \times Ar_{\text{Pb}}}{25} \quad Ar_{\text{Pb}} = 207.2$$



滴定反应1



滴定剂

条件稳定常数为:

$$\lg K'_{\text{BiY}} = \lg K_{\text{BiY}} - \lg \alpha_{\text{Y}}(\text{H})$$

$$\approx 27.94 - 18.01 = 9.93 > 8$$

符合要求

指示剂 二甲酚橙



紫红色 → 黄色



计算公式如下:

$$\text{Bi} (\text{mg} \cdot \text{mL}^{-1}) = \frac{C_{\text{EDTA}} \times V_{\text{I(EDTA)}} \times Ar_{\text{Bi}}}{25} \quad Ar_{\text{Bi}} = 209.0$$



滴定反应2



条件稳定常数为:

$$\lg K'_{\text{PbY}} = \lg K_{\text{PbY}} - \lg \alpha_{\text{Y}(\text{H})}$$

$$\approx 18.04 - 5.5 = 12.54 > 8$$

符合要求

指示剂 二甲酚橙



紫红色 → 黄色



计算公式

$$\text{Pb} (\text{mg} \cdot \text{L}^{-1}) = \frac{C_{\text{EDTA}} \times (V_2 - V_1)_{\text{EDTA}} \times Ar_{\text{Pb}}}{25} \quad Ar_{\text{Pb}} = 207.2$$



三、实验步骤

1、 Bi^{3+} 的测定

移取混合液 **25.00 mL**

pH \approx 1

二甲酚橙
3滴



EDTA 滴定

黄色

读数





2、 Pb^{2+} 的测定

测定Bi后的溶液



滴加六次甲基四胺溶液

调pH 5~6



稳定的紫红色

使络合完全



再过量六次甲基四胺

5 mL

缓冲作用



EDTA滴定



亮黄色



读数

平行三份



四、注意事项

1. 本实验为连续滴定法，要求每一份样品连续做两次测定，不能每份样品都先做 Bi^{3+} 的测定，再做 Pb^{2+} 的测定。
2. 由于二甲酚橙指示剂在滴定中过渡色不太明显，特别要注意近终点时滴定剂的加入速度要慢，甚至要半滴滴加，并随时注意剧烈摇动，使置换反应快速进行。
3. 第一终点时的黄色并非亮黄色，故判断终点时要注意区别。溶液中加入的六亚甲基四胺先是中和酸的碱溶液，过量的部分又与其盐组成缓冲溶液，能使溶液的酸度稳定在 $\text{pH } 5 \sim 6$ 范围内。



准备实验:

配制 $\sim 0.1 \text{ mol L}^{-1} \text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 标准溶液 500mL

在台秤称取12.5克的 $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ 固体和 0.1克的无水 Na_2CO_3 溶于新煮沸并冷却的500mL水中，溶液贮于棕色试剂瓶中，放置一星期后标定。





预习下周实验：

$\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 标准溶液浓度的标定 p 59-61