

浙江大学实验报告

专业: 计算机科学与技术

姓名: 潘致远

学号: 3190101093

日期: 2020.6.14

地点: 化学实验中心207

课程名称: 普通化学实验(乙) 指导老师: 谢玉群 成绩: _____

实验名称: 茶叶中氟含量的测定 实验类型: 定量分析 同组学生姓名: 詹奇

一、实验目的和要求(必填)

二、实验内容和原理(必填)

三、主要仪器设备(必填)

四、操作方法与实验步骤

五、实验数据记录和处理

六、实验结果与分析(必填)

七、讨论、心得

一、实验目的和要求

1. 掌握电位法测定物质浓度的原理,
2. 了解F⁻选择性电极的工作原理,
3. 学习标准曲线法、标准加入法测定物质浓度,
4. 掌握酸度计(电位计)、磁力搅拌器、F⁻选择电极的使用方法等。

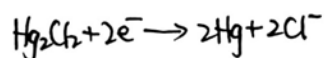
装

二、实验原理

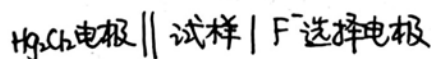
1. 电位法测定物质浓度的原理

订 根据电化学知识,如果原电池的标称电动势和其中一个电极的浓度已知,那么通过测量该原电池的电动势E,就可以求出另一电极的化学组分的浓度(基于Nernst方程)。在这个实验中,我们利用这样的原理测量F⁻的浓度。

选用甘汞电极作为参比电极,在这个电极上发生的半反应为



指示电极采用F⁻选择电极,它的电极电势比甘汞电极更高,因此在原电池中甘汞电极为阳极,F⁻选择电极为阴极,构成的原电池为



由能斯特方程,

$$E_x = E_0 - 0.059 \lg(\alpha(\text{F}^-)) \approx E_0 - S \lg(c(\text{F}^-)) \quad (298\text{K})$$
$$= S \cdot \text{pF} + E_0$$

其中, $\frac{RT}{F} \times (\ln 10 \approx 0.059)$ (298K), R为摩尔气体常量, F为法拉第常量。 α 为活度,表征电解质溶液中实际发挥作用的有效浓度,满足 $\alpha = \gamma \cdot c$, γ 为活度系数。在稀溶液中可用浓度近似表示活度。在实验范围内, F⁻选择电极满足Nernst方程, E_x 与pF成线性关系, S为工作曲线的斜率。

实验名称: _____ 姓名: _____ 学号: _____

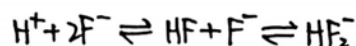
2. 总离子强度调节缓冲液 (TISAB)

实验时需要向溶液中加入TISAB, 包含NaCl, HAc-NaAc和柠檬酸钠。

(1) NaCl: 作为支持电解质, 保证活度系数基本不变, 消除离子强度变化带来的影响。

(2) HAc-NaAc: 控制溶液的pH, 防止以下情况对实验的影响:

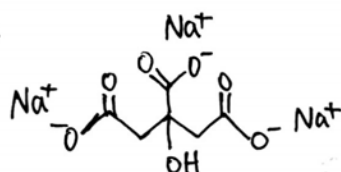
• 酸性条件下发生反应



而电极只对 F^- 响应, 从而导致分析结果偏低

• 碱性条件下, F^- 发生水解, 使得 F^- 浓度降低

(3) 柠檬酸钠:



作为络合剂, 掩蔽溶液中的干扰离子。

3. F^- 选择性电极

F^- 选择性电极是以 LaF_3 单晶片为敏感膜的指示电极, 对溶液中的 F^- 有良好的选择性。膜电位的产生, 是因为 F^- 进入膜晶格中的缺陷空穴, 膜中离子进入液相, 从而形成双电层结构。膜电位与 $c(\text{F}^-)$ 在一定范围内满足能斯特方程。

三. 主要仪器和药品

1. 主要仪器

pH计, 磁力搅拌器, 电炉, 复合氟离子选择性电极

2. 药品

0.1 mol/L NaF 标准溶液, TISAB 溶液, 市售茶叶

四. 实验内容

1. 茶叶处理

称取 2.00g 茶叶 + 40mL 去离子水煮沸, 用棉花或卫生纸过滤 (不用滤纸, 因为茶叶中的胶质会堵住滤纸); 定容至 50mL。

移取 25mL 茶水 + 5mL TISAB, 定容至 50mL。

2. 配置系列标准溶液

如表 4.1 所示, 按逐级稀释的方法配置系列标准溶液。

浙江大学实验报告

专业: _____
 姓名: _____
 学号: _____
 日期: _____
 地点: _____

课程名称: _____ 指导老师: _____ 成绩: _____
 实验名称: _____ 实验类型: _____ 同组学生姓名: _____

- 一、实验目的和要求 (必填)
- 二、实验内容和原理 (必填)
- 三、主要仪器设备 (必填)
- 四、操作方法与实验步骤
- 五、实验数据记录和处理
- 六、实验结果与分析 (必填)
- 七、讨论、心得

编号	NaF加入量	TISAB加入量	$c(F^-)$
1#	5mL 0.1mol/L NaF	5 mL	10^{-2} mol/L
2#	5mL 1#	4.5 mL	10^{-3} mol/L
3#	5mL 2#	4.5 mL	10^{-4} mol/L
4#	5mL 3#	4.5 mL	10^{-5} mol/L
5#	5mL 4#	4.5 mL	10^{-6} mol/L

表4.1 配置系列标准溶液

3. 测量

测量前, 用去离子水将复合电极清洗至370 mV以上, 然后按F由稀至浓的顺序分别进行测量。将配制好的标准溶液倒入烧杯中, 放入磁性搅拌子, 插入两个电极 (浸没), 连接酸度计, 开启磁力搅拌器, 然后进行电位值的读取。

具体的测量顺序如下:

5# → 4# → 茶水 → 3# → 2# → 茶水(+0.5 mL 0.1 mol/L F^-) → 1#

4. 计算

(1) 标准系列法: 根据 E_x 和pF作图, 对工作曲线求线性回归方程, 并求出斜率S。然后利用直线方程求出茶水的 $c(F^-)$ 。

(2) 标准加入法:

解方程组

$$\begin{cases} E_x = E_0 - S \lg C_x & (1) \quad \text{加入NaF之前} \\ E'_x = E_0 - S \lg \frac{50C_x + 0.5 \text{ mL} \times 0.1 \text{ mol/L}}{50 + 0.5} & (2) \quad \text{加入NaF之后} \end{cases}$$

得

$$C_x = \frac{C_s \cdot V_s}{(50 + V_s) \cdot 10^{\frac{E_x - E'_x}{S} - 50}}$$

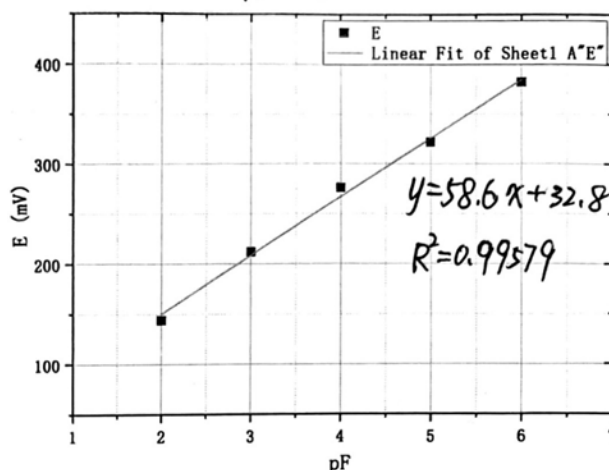
其中 V_s , C_s 分别为加入的 F^- 标准液体积(mL)和浓度(mol/L), S为实验测得的工作曲线斜率。

实验名称: _____ 姓名: _____ 学号: _____

五. 实验数据和结果

测量顺序	$c(F^-)$ mol/L	pF	E/mV
5#	10^{-6}	6	382
4#	10^{-5}	5	322
茶叶	C_x	$-lg C_x$	$286 = E_x$
3#	10^{-4}	4	276
2#	10^{-3}	3	212
茶叶+0.5mL NaF	C'_x	$-lg C'_x$	$189 = E'_x$
1#	10^{-2}	2	144

E-pF 工作曲线图



利用标准系列法:

线性回归方程为 $y = 58.6x + 32.8$. 代入 $y = 286$ (mV), 得 ~~$C_x = 4.79 \times 10^{-5} \text{ mol/L}$~~

$$pF = 4.32 \Rightarrow C_x = 10^{-pF} = 4.79 \times 10^{-5} \text{ mol/L}.$$

$$\text{因此茶叶中的氟含量 } x_F = \frac{C_x \cdot V \times 19}{\frac{25}{50} \times m} \times 1000 \text{ (mg/kg)} = \frac{2.28 \times 10^{-4}}{0.5} \times 1000 = 45.6 \text{ mg/kg}$$

利用标准加入法:

$$C_s = 0.1 \text{ mol/L}, V_s = 0.5 \text{ mL}.$$

代入公式, 得:

$$C_x = \frac{C_s V_s}{(50 + V_s) \cdot 10^{\frac{E_x - E_s}{58.6}} - 50} = 2.24 \times 10^{-5} \text{ mol/L} \Rightarrow x_F = \frac{C_x \cdot V \times 19}{\frac{25}{50} \times m} \times 1000 \text{ (mg/kg)} = 21.2 \text{ mg/kg}$$

~~21.6 mg/kg~~

六. 讨论与分析

与课本上提供的绿茶氟含量相比, 实验测得的氟含量有点小了, 有可能是煮沸步骤中加热时间还不够导致浸出率降低, 也有可能是在过滤步骤中没有完全将残留溶液通过洗涤的方式转入容量瓶。以后对于此类细节要更注意一些。

七. 思考题

1. 离子选择电极测定 F^- 含量的基本原理: 写在实验原理的第 3 节。
2. 标准曲线法: 优点——可以利用计算机作图, 操作简单
缺点——对环境要求高, 要求基本不变的离子强度和合适的 pH 范围, 要求排除其他离子的干扰
标准加入法: 优点——适合组分不明或较复杂的溶液
缺点——计算时稍麻烦一些
3. 4. TISAB 的作用: 写在实验原理第 2 节。

1. 实验心得: 这次实验帮助我复习了普通化学中的不少知识, 同时让我感受到了理论和实验之间的差距。第一次实验也让我对各种仪器的使用有了初步的认识, 希望以后做实验的时候可以不断总结经验, 提升操作技术水平。