

Study on the Optimal Dosage of KI in the Determination of Phenol

Min Zhang*, Qian Zhou, Qingmin Meng, Xiaoqin Wang

School of Science, China University of Petroleum (Beijing), Beijing
Email: *minzh2002@163.com

Received: Oct. 1st, 2018; accepted: Oct. 15th, 2018; published: Oct. 22nd, 2018

Abstract

The influence of several factors on the determination of phenol was studied by titration method. The optimum dosage of $6 \text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$ HCl is 10 mL, KI is 0.8 g, and the reaction time is 7.5 min. The concentration of phenol is close to the standard value, and the relative error is less than 0.94%. When the dosage of KI is 1.2 g and the dark reaction time is 10 min, the best dosage of $\text{KBrO}_3\text{-KBr}$ can be selected at 8 mL.

Keywords

Titration, Phenol, Potassium Iodide, Dark Reaction Time

苯酚含量测定中KI最佳用量的研究

张民*, 周倩, 孟庆民, 王晓琴

中国石油大学(北京)理学院, 北京
Email: *minzh2002@163.com

收稿日期: 2018年10月1日; 录用日期: 2018年10月15日; 发布日期: 2018年10月22日

摘要

采用滴定法, 研究了苯酚含量测定中几个因素的影响, 确定了 $6 \text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$ HCl加入10 mL, KI的最佳用量为0.8 g、暗置反应时间7.5 min, 此时测得的苯酚浓度与标准值结果接近, 相对误差 < 0.94%。当KI的加入量1.2 g、暗置反应时间为10 min时, $\text{KBrO}_3\text{-KBr}$ 的较佳用量可以选择8 mL。

*通讯作者。

关键词

滴定法, 苯酚, 碘化钾, 暗置反应时间

Copyright © 2018 by authors and Hans Publishers Inc.

This work is licensed under the Creative Commons Attribution International License (CC BY).

<http://creativecommons.org/licenses/by/4.0/>



Open Access

1. 引言

化学实验是理论与实践相结合、进行科学探究的主要形式, 以实验为基础是化学教学的基本特征。本校应化专业、环工、环科、能工以及化工专业每年都要开设“工业苯酚含量测定”实验。但目前所用方法[1]要用到大量的 KI, 而 KI 价格昂贵, 近 400 元/瓶(500 g)。实验中每位学生的理论用量是 12 g, 再加上学生重做、称量浪费等因素, 按 12 个班学生保守计算, 仅此项试剂支出就需要 12 瓶 × 400 元 = 4800 元, 还不包括其他仪器及试剂的支出。通过查阅文献[2]-[7]发现, 苯酚含量测定方法中 KI 的用量一般为 1.5~2 g, 而根据化学反应量计算的结果显示, KI 严重过量。也有的方法中 KI 用量很少, 只有 0.4 g, 暗置反应时间也不长, 只有 5 min [8]-[12], 但有可能造成反应不完全, 致使测定结果不准确。另外值得注意的是, 实验过程中会产生 Br⁻、I⁻等卤素废液, 如果直接排入下水道, 会造成污染, 因此需要回收处理。本研究旨在通过系统实验, 降低 KI 的用量, 达到节约试剂、降低实验成本、减少污染的目的。

2. 实验[1]

2.1. 原料与试剂

仪器: 分析天平(精度 0.01 g)、碘量瓶(250 mL)、移液管(10 mL)、滴定管(25 mL)、细口瓶(1000 mL)、量筒(10 mL\100 mL)。

药品: 苯酚试液(浓度 0.00850 mol·L⁻¹)、KBrO₃-KBr 溶液(0.0167 mol·L⁻¹)、HCl 溶液(6 mol·L⁻¹)、固体 KI(AR)、淀粉溶液(0.2%)、重铬酸钾(基准)、Na₂S₂O₃ 标准溶液(0.05078 mol·L⁻¹)。

材料: 滤纸。

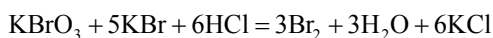
2.2. 实验方法——滴定法[1]

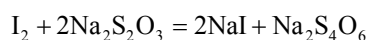
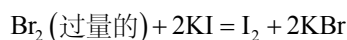
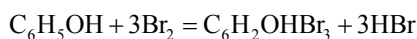
1) 样品中苯酚含量的测定

吸取苯酚试液 10 mL 于 250 mL 碘量瓶中, 再吸取 10 mL KBrO₃-KBr 标准溶液加入碘量瓶中, 并加入 6 mol·L⁻¹ HCl 溶液 10 mL, 迅速塞紧瓶口(KBrO₃-KBr 溶液遇酸迅速生成游离的 Br₂, Br₂ 容易挥发, 因此加 HCl 溶液时应将瓶塞盖上, 留缝, 使 HCl 溶液沿瓶塞缝流入, 随即塞紧, 并加水封住瓶口), 振摇 1~2 min, 再静置 6 min (放置时仍应不时摇动), 此时生成白色三溴苯酚沉淀和 Br₂。稍松瓶塞留缝, 从瓶塞缝加入 2 g KI, 水封, 摇匀, 暗置 5~10 min。

用少量水冲洗瓶塞及瓶颈上附着物, 再加水 25 mL, 最后用 Na₂S₂O₃ 标准溶液滴定至呈现淡黄色。加 1 mL 淀粉溶液(0.2%), 继续滴定至蓝色消失, 即为终点(三溴苯酚沉淀容易包裹 I₂, 故在终点附近应剧烈摇动), 记录消耗的 Na₂S₂O₃ 标准溶液体积 V₁。

反应方程式如下:





2) 空白实验

吸取去离子水 10 mL 于 250 mL 碘量瓶中, 再吸取 10 mL 的 $\text{KBrO}_3\text{-KBr}$ 标准溶液于碘量瓶中, 并加入 $6 \text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$ HCl 溶液 10 mL, 迅速加塞, 振摇 1~2 min, 再静置 6 min (放置时仍应不时摇动)。稍松瓶塞留缝, 从瓶塞缝加入 2 g KI , 水封, 摇匀, 暗置 5~10 min。

用少量水冲洗瓶塞及瓶颈上附着物, 再加水 25 mL, 最后用 $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 标准溶液滴定至呈现淡黄色。加 1 mL 淀粉溶液(0.2%), 继续滴定至蓝色消失, 即为终点, 记下消耗的 $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 标准溶液体积 V_2 。

$$\text{苯酚浓度的计算公式: } C_{\text{苯酚}} = \frac{(V_2 - V_1) \times C_{\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3}}{6 \times 10}$$

3. 结果与讨论

根据上面的实验方法所述, 可以计算各试剂之间的当量关系以及用量, 见表 1。

Table 1. Equivalence relation and dosage of reagents in the existing methods

表 1. 现有方法中各试剂的当量关系以及用量

试剂名称	$\text{C}_6\text{H}_5\text{OH}$	KBrO_3	HCl	KI
苯酚与各试剂间当量关系	1	1	6	6
各试剂实际用量	浓度, $\text{mol}\cdot\text{L}^{-1}$	0.00850	0.0167	6
	体积或质量	10 mL	10 mL	10 mL
	物质的量, mol	8.5×10^{-5}	1.67×10^{-4}	6×10^{-2}
各试剂理论用量, mol	8.50×10^{-5}	8.50×10^{-5}	5.1×10^{-4}	5.1×10^{-4}
实际用量/理论用量, 倍	1	1.96	117.6	23.5

由表 1 可以看出, 在苯酚含量测定的传统方法中, 当 $\text{KBrO}_3\text{-KBr}$ 溶液、 $6 \text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$ HCl 溶液加入量为 10 mL, KI 的加入量为 2 g 时, 这三种试剂都是过量的, 尤其 $6 \text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$ HCl 和 KI 严重过量。另外, 加入 KI 后的暗置反应时间 5~10 min, 是一个时间范围。虽然加入过量 KI 是为了防止 I_2 的挥发以及生成 I_3^- , 增大反应速率, 但过量太多容易造成污染, 也浪费试剂。此外, 反应时间的长短可能会影响反应是否完全, 并最终影响测量结果。因此, 在下面的讨论中, 苯酚溶液的加入量为 10 mL, 将 $\text{KBrO}_3\text{-KBr}$ 溶液、 KI 加入量、暗置反应时间作为变量, 其中空白实验中 KI 的加入量与对应样品测定时 KI 加入量相同, 按 2.2 中传统的实验方法进行操作, 测定苯酚溶液浓度(已知其浓度为 $0.00850 \text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$)。以传统方法各试剂用量时测得的苯酚含量与已知浓度标准值进行比较, 观察不同用量 KI 、不同暗置时间对最终测定苯酚浓度结果产生的影响, 确定较佳的 KI 实验用量以及暗置反应时间。

3.1. KI 的加入量对苯酚浓度测定的影响

当 $\text{KBrO}_3\text{-KBr}$ 溶液、 $6 \text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$ HCl 的加入量均为 10 mL、暗置反应时间为 7.5 min 时, 将 KI 的加入量由 0.2 g 逐渐增加到 2.0 g, 测定的苯酚浓度及相对偏差结果见图 1 和图 2。由图 1、图 2 可见, 加入 KI 的量为 0.2 g 时, 所测得的苯酚浓度为 $0.0836 \text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$, 此时相对偏差为 1.64%; 当 KI 的用量由 0.8 g 增加至 2.0 g 以后, 所测的苯酚浓度在 $0.00843\sim 0.00844 \text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$ 之间, 与苯酚浓度标准值非常接近, 相对

偏差均 $<1\%$ 。表明 KI 的用量会影响苯酚含量的测定结果, 如果 KI 用量太少, 将导致测得苯酚含量偏低。但 KI 的用量并不是越多越好, 当增加到一定量后, 对苯酚含量的测定结果影响甚微。

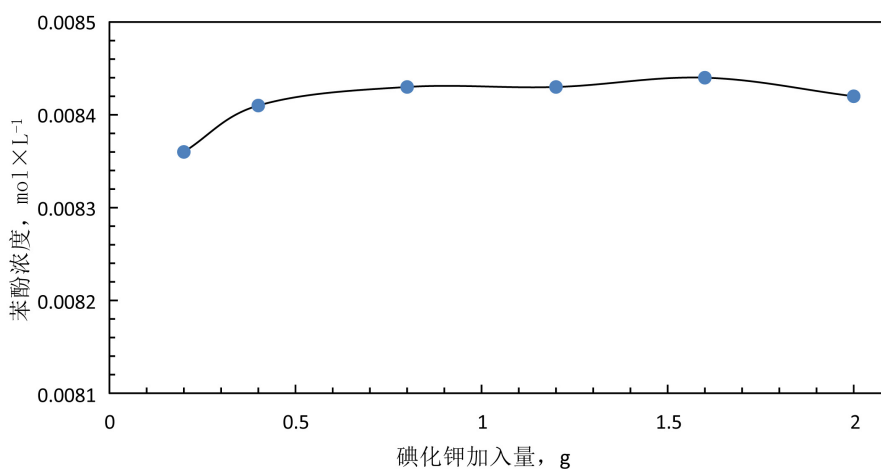


Figure 1. Influence of different potassium iodide amounts on phenol concentration
图 1. 不同碘化钾加入量对苯酚浓度的影响

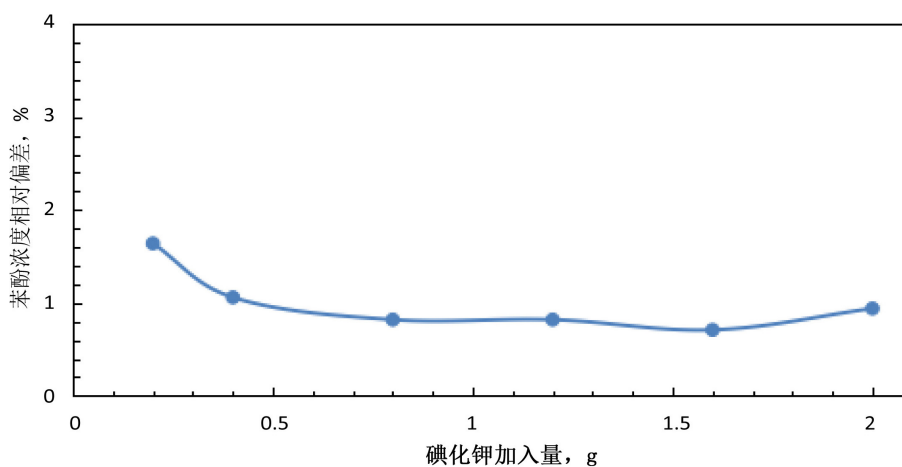


Figure 2. The effect of different potassium iodide amounts on the relative deviation of phenol concentration
图 2. 不同碘化钾加入量对苯酚浓度相对偏差的影响

3.2. 不同暗置反应时间对苯酚浓度测定的影响

当 $\text{KBrO}_3\text{-KBr}$ 溶液、 $6 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$ HCl 的加入量均为 10 mL 时, 加入 KI 后, 暗置反应时间分别为 5 min 、 7.5 min 、 10 min , KI 加入量由 0.4 g 增加到 2.0 g , 所测得的苯酚浓度见图 3, 相对偏差见图 4。由图 3、图 4 可见, 暗置反应时间由 5 min 增加到 7.5 min 时, 任何 KI 加入量时所测得的苯酚含量显著上升。但暗置反应时间由 7.5 min 增加到 10 min 时, 所测得的苯酚浓度变化趋缓, 当 KI 加入量 $\geq 0.8 \text{ g}$ 时苯酚浓度相对偏差均 $< 1\%$, 表明测定结果接近苯酚浓度标准值 $0.00850 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$ 。由此说明, 加入 KI 后的暗置反应时间, 对测定苯酚含量影响很大。只要加入 KI 后暗置反应时间足够, KI 的用量由 2.0 g 降低至 0.8 g 时对苯酚浓度测定结果没有显著影响。因此本科教学实验“工业苯酚含量测定”中的 KI 用量, 可由每名 学生现有教材总用量 $2 * 6 = 12 \text{ g}$ 降低至 $0.8 * 6 = 4.8 \text{ g}$, KI 用量减少 50% 以上。但需引起注意的是, 在减少反应试剂用量的同时, 一定要保证暗置反应时间充分满足 7.5 min 及以上, 否则反应不完全, 会影响

苯酚浓度测定结果的准确性。

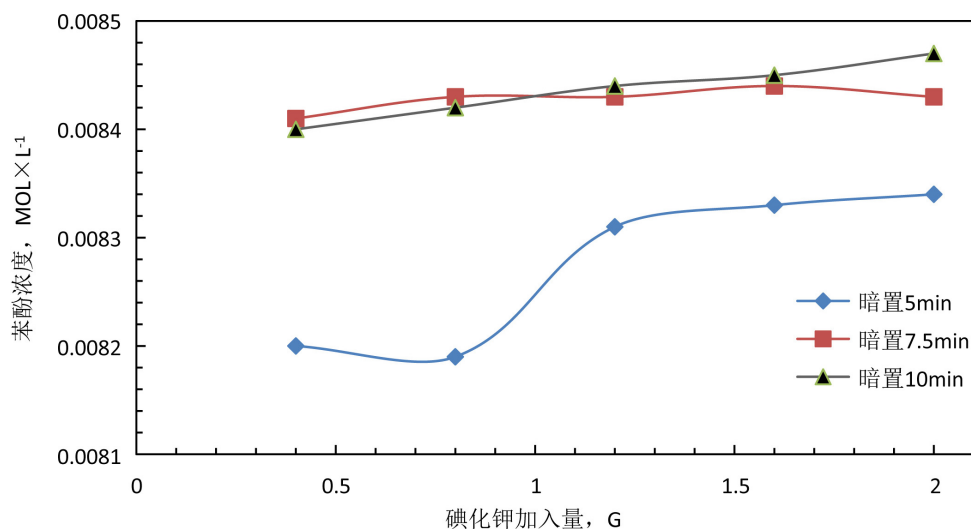


Figure 3. Influence of darkening reaction time on determination of phenol concentration

图 3. 暗置反应时间对苯酚浓度测定的影响

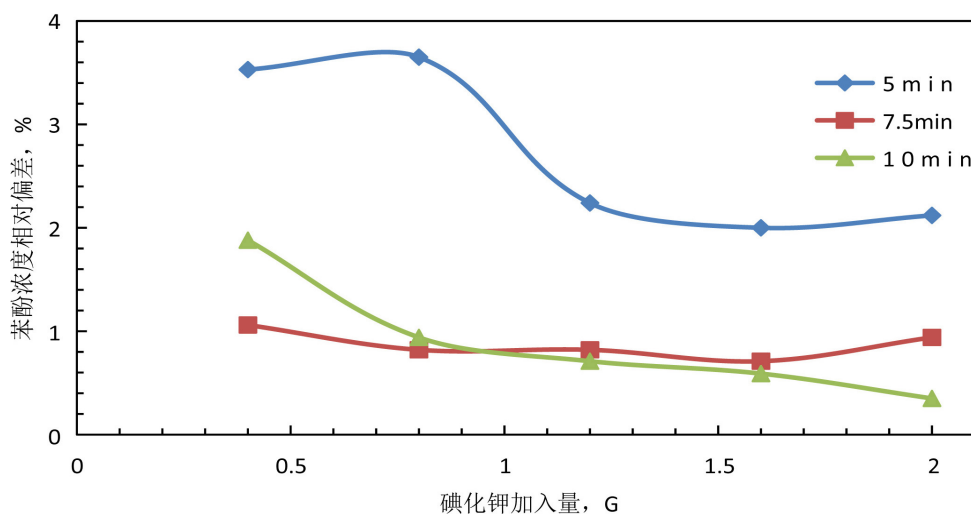


Figure 4. Influence of dark reaction time on relative variation of phenol concentration

图 4. 暗置反应时间对苯酚浓度相对偏差的影响

3.3. $\text{KBrO}_3\text{-KBr}$ 溶液的不同用量对苯酚含量测定的影响

由于 $\text{KBrO}_3\text{-KBr}$ 与 HCl 反应过程中生成的 Br_2 容易挥发, 因此通常 $\text{KBrO}_3\text{-KBr}$ 是过量的。根据前述方法中各试剂理论用量与实际用量相比较, 得到 $\text{KBrO}_3\text{-KBr}$ 的加入量过量 1~1.7 倍。目前我国对于环境保护制定的政策法规越来越严格, 作为最终反应产物的卤素及其溶液按规定需要收集进行废液处理, 而废液处理公司对此项废液处理的附加条件要求比较苛刻, 否则拒收。因此, 希望能够降低 $\text{KBrO}_3\text{-KBr}$ 的加入量, 减少此项废液产生。研究中考察了当 KI 加入量为 1.2 g, 暗置时间为 10 min 时, $\text{KBrO}_3\text{-KBr}$ 的加入量对苯酚溶液浓度测定及其相对偏差的影响, 结果见图 5 和图 6。由图可见, $\text{KBrO}_3\text{-KBr}$ 的加入量由 6 mL 增加到 10 mL 时, 测得的苯酚浓度为 $0.0842\sim 0.00847\text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$, 都比较接近苯酚浓度标准值, 相对偏差都 < 1%。考虑到反应过程中生成的 Br_2 易挥发, $\text{KBrO}_3\text{-KBr}$ 的较佳用量可以选择 8 mL。

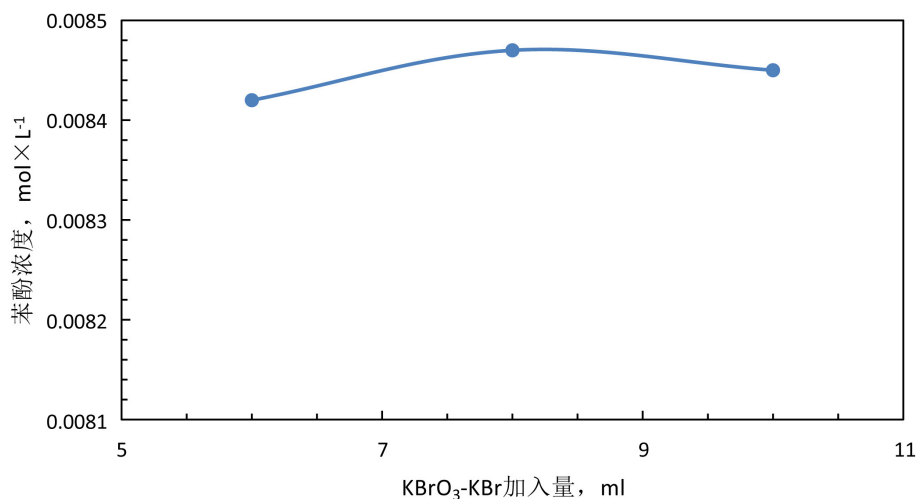


Figure 5. The effect of the amount of KBrO₃-KBr on the determination of phenol concentration
图 5. KBrO₃-KBr 的加入量对苯酚浓度测定的影响

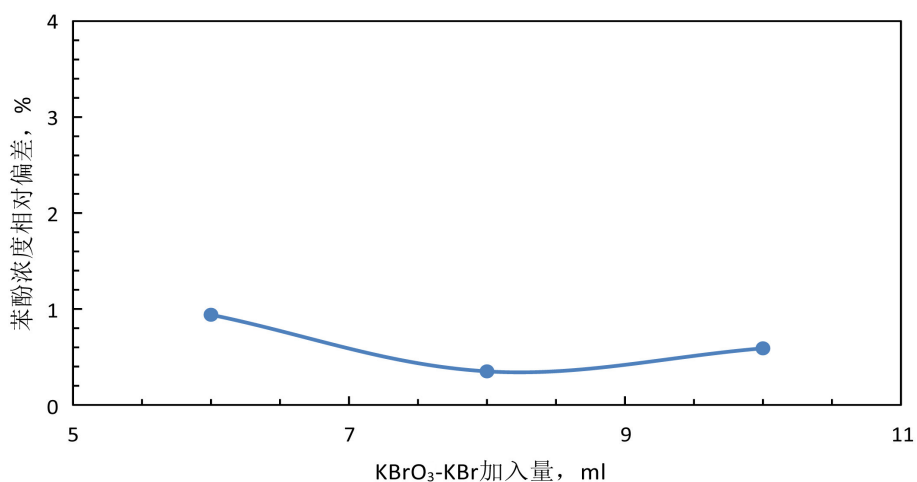


Figure 6. The effect of the amount of KBrO₃-KBr on the relative deviation of phenol concentration
图 6. KBrO₃-KBr 的加入量对苯酚浓度相对偏差的影响

4. 结论

用滴定法测定苯酚溶液含量的过程中, KI 的加入量以及暗置反应时间会影响苯酚浓度的测定结果。当 $6 \text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$ HCl 的加入量为 10 mL、KI 的加入量 $\geq 0.8 \text{ g}$ 以及暗置反应时间 $\geq 7.5 \text{ min}$ 时, 测得的苯酚溶液含量接近标准浓度值, 相对偏差 $< 1\%$ 。当 KI 的加入量 1.2 g、暗置反应时间为 10 min 时, KBrO₃-KBr 的较佳用量可以选择 8 mL。

参考文献

- [1] 吴肇亮, 俞英, 等, 编. 基础化学实验(上册) [M]. 北京: 石油工业出版社, 2003: 225-228.
- [2] 俞斌. 无机与分析化学实验[M]. 北京: 化学工业出版社, 2009: 142-144.
- [3] 俞斌, 吴文源. 无机与分析化学实验[M]. 北京: 化学工业出版社, 2013: 166-169.
- [4] 国家技术监督局. GB/T14074.13-1993 木材胶粘剂及其树脂检验方法游离苯酚含量测定方法[S]. 1993-03-18.
- [5] 国家药典委员会, 编. 中华人民共和国药典[M]. 北京: 化学工业出版社, 2005: 二部, 325.

- [6] 陈明秀. 酚醛树脂游离酚含量的测定方法[J]. 燃料与化工, 2007, 38(5): 30-32.
- [7] 张苏静, 黄仁和. 热塑性酚醛树脂合成中废水游离酚含量的测定方法[J]. 铸造, 2013, 62(1): 41-44.
- [8] 展海军, 李建伟. 无机与分析化学实验[M]. 北京: 化学工业出版社, 2012: 138-140.
- [9] 务宗伟, 陈合刚. 应用光度法和溴化滴定法测定废水中挥发性酚的比较[J]. 黑龙江环境通报, 2000, 24(3): 68-69, 39.
- [10] 宋艳茹, 黄玮. 液体稳定剂中游离苯酚的测定[J]. 塑料助剂, 2013(4): 49-50.
- [11] 郁兰. 工业废水中苯酚的含量测定及色谱分析[J]. 黑龙江科技信息, 2009(33): 63.
- [12] 国家环境保护总局《水和废水监测分析方法》编委会. 水和废水监测分析方法[M]. 第四版. 北京: 中国环境科学出版社, 2012: 464.

知网检索的两种方式:

1. 打开知网页面 <http://kns.cnki.net/kns/brief/result.aspx?dbPrefix=WWJD>
下拉列表框选择: [ISSN], 输入期刊 ISSN: 2161-8844, 即可查询
2. 打开知网首页 <http://cnki.net/>
左侧“国际文献总库”进入, 输入文章标题, 即可查询

投稿请点击: <http://www.hanspub.org/Submission.aspx>

期刊邮箱: hjcet@hanspub.org