

电位滴定法测定复合碘溶液中磷酸含量

1 前言

消毒剂是水产养殖中最常用的药物，用于消除或杀死外环境中的病原微生物及其他有害微生物。按化学性质分为醛类消毒剂、碱类消毒剂、碘类消毒剂、溴类消毒剂、氯类消毒剂等。碘类消毒剂中的复合碘采用碘、磷酸和表面活性剂等复配而成，是经农业部测试稳定性和消毒效果较好的一种消毒剂，《兽药质量标准》（2017版）规定，需含活性碘 1.8%~2%，磷酸 16%~18%。为了建立复合碘溶液的内控质量标准，需要对磷酸的实验含量进行测定。

本文分别选择了 T860 和 T960 两款电位滴定仪，并搭配不同的 pH 电极进行测试。

2 仪器与设备

2.1 仪器

T860、T960 电位滴定仪；10mL 和 15mL 滴定管；罗素 pH 复合电极；Hamilton pH 复合电极

2.2 试剂

NaOH 溶液 (0.1mol/L)，超纯水、复合碘溶液

3 实验方法

3.1 实验步骤

精密称定样品约 0.5g 于滴定杯中，加入 50mL 超纯水，用仪器的搅拌功能使其溶解完全，用 NaOH 溶液滴定至终点。同时做空白实验。

3.2 参数设置

(1) T860

| | | | |
|--------|------|---------|--------|
| 滴定模式： | 常量滴定 | 滴定显示单位： | pH |
| 终点数： | 1 | 最小添加体积： | 0.02mL |
| 结束体积： | 15mL | 初次添加体积： | 0.5mL |
| 终点突跃量： | 100 | | |

(2) T960

| | | | |
|----------|--------|----------|-----|
| 滴定模式： | 动态滴定 | 搅拌速度： | 6 |
| 电极平衡时间： | 20s | 预搅拌时间： | 8s |
| 电极平衡电位： | 0.5mv | 滴定速度： | 快 |
| 最小添加体积： | 0.02mL | 预滴定添加体积： | 5mL |
| 结束体积： | 30mL | 预滴定搅拌时间： | 6s |
| 滴定前平衡电位： | 50mV | 补液速度： | 6 |
| 电位突跃量： | 100 | 预控 pH 值： | 2.5 |

4 结果与讨论

4.1 结果

NaOH 溶液浓度：0.1053mol/L ， 空白体积：0.05mL。

| 仪器型号 | 电极 | 取样量 (g) | 滴定体积 (mL) | 含量 (%) | 平均值 (%) |
|------|------------------|---------|-----------|--------|---------|
| T860 | 罗素 pH 复合电极 | 0.50899 | 8.565 | 17.3 | 17.25 |
| | | 0.49558 | 8.314 | 17.2 | |
| | Hamilton pH 复合电极 | 0.50194 | 8.502 | 17.4 | 17.35 |
| | | 0.54339 | 9.157 | 17.3 | |
| T960 | Hamilton pH 复合电极 | 0.51364 | 8.707 | 17.4 | 17.42 |
| | | 0.51873 | 8.818 | 17.4 | |
| | | 0.51112 | 8.667 | 17.4 | |
| | | 0.51639 | 8.757 | 17.4 | |
| | | 0.52036 | 8.826 | 17.4 | |
| | | 0.51776 | 8.815 | 17.5 | |

计算公式：

$$X = \frac{(V_1 - V_0) \times c \times 9.8}{m}$$

式中：

X --磷酸的含量，%；

V_1 --滴定试样时 NaOH 溶液的消耗量，mL；

V_0 --滴定空白时 NaOH 溶液的消耗量，mL；

9.8 --每 1mL NaOH 溶液 (0.1mol/L) 相当于 9.800mg 的磷酸；

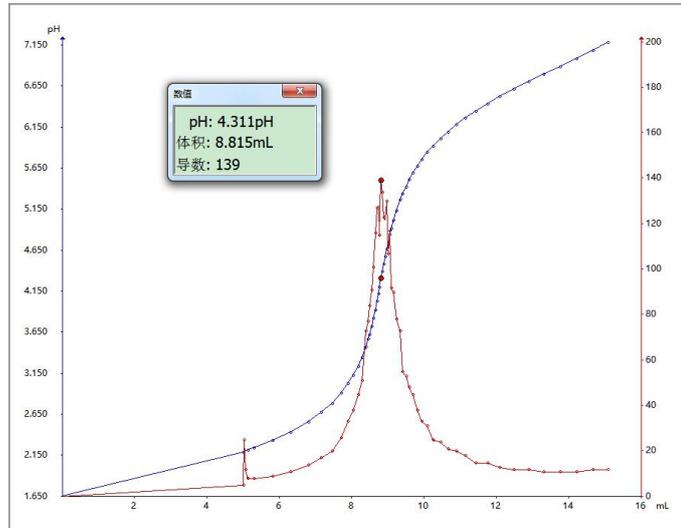
m --样品的质量，g。

4.2 图谱

(1) T860 电位滴定仪



(2) T960 电位滴定仪



4.3 结论

本实验分别用 T860 和 T960 电位滴定仪进行样品测试，搭配国产或进口 pH 复合电极后结果显示均在 17.3-17.4% 左右，符合复合碘溶液标识的磷酸含量范围（16%-18%）。但由于 T860 界面无缩放功能，导致图中的电位走势和突跃量变化不明显，建议选择 T960 型号进行实验。

注意事项

- 1、精密称定：将滴定杯直接放在万分之一的天平上，调零后直接滴加样品称量。由于称量 1.0g 会导致溶液消耗量偏大，本实验一律称量 0.5g 左右。
- 2、搅拌：T860 仪器搭配的是磁力搅拌，T960 仪器搭配的是搅拌桨。
- 3、NaOH 溶液用前需标定，初始电位 mV 值一般在 170 左右。