

## 电位滴定法测定磷酸二异辛酯

### 一、前言

磷酸二异辛酯（Diisooctyl Phosphate，简称 DIOP）作为一种重要的有机磷酸酯类化合物，在工业领域具有广泛的应用价值。其分子结构中含有磷酸酯基团和长链烷基，兼具表面活性和配位络合能力，使其在金属萃取分离、润滑油添加剂、纺织助剂、塑料增塑剂及涂料工业中发挥着不可替代的作用。特别是在稀有金属和有色金属的湿法冶金领域，磷酸二异辛酯作为高效萃取剂，能够实现对铀、钍、稀土元素及镍、钴、铜等金属离子的选择性分离与富集，对保障战略金属资源的清洁高效利用具有重要意义。

随着现代工业对产品质量和生产工艺要求的不断提高，磷酸二异辛酯的纯度、酸度、水分等关键质量指标直接影响其应用性能和下游产品质量。建立科学、准确、可复现的检测方法，对于规范工业生产、控制产品质量、满足不同应用领域的技术要求至关重要。HG/T 5155-2017《工业用磷酸二异辛酯》标准的发布实施，为该类产品的生产、检验和贸易提供了统一的技术依据。本应用方案依据该标准规定，系统阐述工业用磷酸二异辛酯关键质量指标的检测原理、仪器配置、操作步骤及结果计算方法，旨在为相关生产企业和质量检测机构提供一套标准化、实用性强的检测方案，助力提升工业用磷酸二异辛酯产品质量控制水平，促进该行业的规范化发展。

### 二、仪器与试剂

#### 2.1、仪器

T960 全自动电位滴定仪，9112 复合 PH 非水电极，10mL 滴定管，万分之一分析天平，量筒

#### 2.2、试剂

0.1mol/L 氢氧化钠，无水乙醇，烘干至恒重的邻苯二甲酸氢钾，PH=4.01、6.86 和 9.18 的缓冲溶液

### 三、实验方法

#### 3.1、实验过程

##### 3.1.1、试剂的配制(按照 GB/T 601)

1) 0.1mol/L NaOH 滴定液：称取 110g 氢氧化钠，溶于 100mL 无二氧化碳的水，摇匀，注入聚乙烯容器中，密闭放置至溶液清亮。吸取 5.4mL 上清液放置于 1L 棕色容量瓶中，加少量水摇匀，再使用纯水定容至刻度线，并按照标准进行标定。

2) 中性乙醇的制备：量取 375mL 无水乙醇，用纯水定容至 500mL。加两滴酚酞，用氢氧化钠调至微红

色。

### 3.1.2、磷酸二异辛酯含量和碳酸一异辛酯含量测定

准确称取 0.25g 样品于滴定杯中，加入 50mL 上述配制好的中性乙醇溶液，溶解试样。用标定的 0.1mol/L 的氢氧化钠滴定液滴定，滴定至出现两个电位突跃点，停止滴定。

### 3.2、仪器参数

含量测定参数设置如下表所示

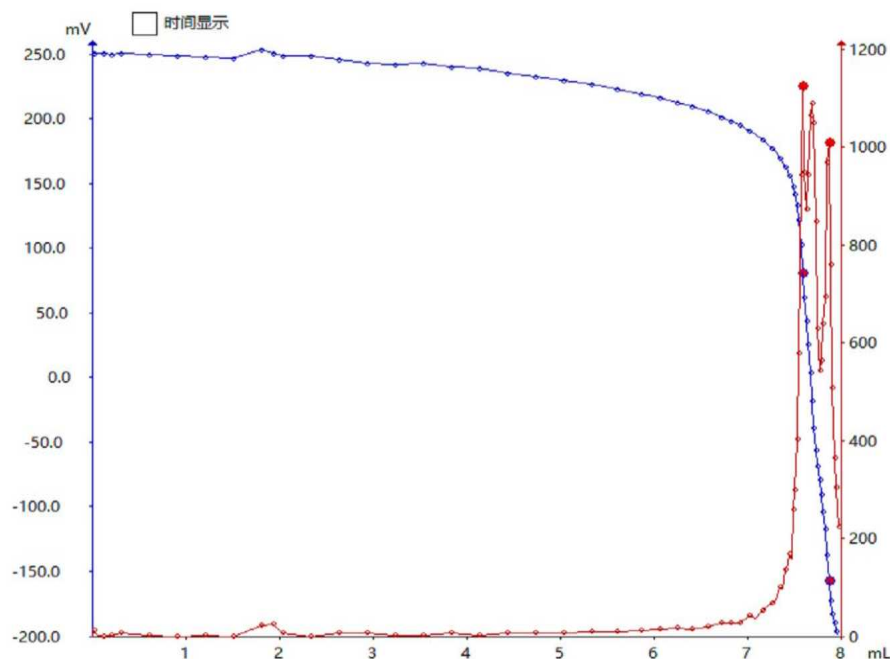
|         |                                      |          |           |
|---------|--------------------------------------|----------|-----------|
| 滴定类型：   | 动态滴定                                 | 方法名：     | P204 含量测定 |
| 滴定管体积：  | 10mL                                 | 样品计量单位：  | g         |
| 工作电极：   | 非水 PH 电极                             | 参比电极：    | 无         |
| 搅拌速度：   | 6                                    | 预搅拌时间：   | 5s        |
| 电极平衡时间： | 15s                                  | 电极平衡电位：  | 1mv       |
| 滴定速度：   | 慢                                    | 滴定前平衡电位： | 6mv       |
| 最小添加体积： | 0.01mL                               | 结束体积：    | 30mL      |
| 电位突跃量：  | 200                                  | 预控 mv 值： | 无         |
| 计算公式：   | $\frac{(2V_1 - V_2) * c * 32.24}{m}$ | 结果单位：    | %         |
| 滴定剂名称：  | 氢氧化钠                                 | 理论浓度：    | 0.1       |

## 四、结果与讨论

经过分析检测，磷酸二异辛酯结果测定如下表

| 样品名称          | 样品质量(g) | c(NaOH) / (mol/L) | 滴定体积 V <sub>1</sub> (mL) | 滴定体积 V <sub>2</sub> (mL) | P204 含量 (%) | 平均值 (%) | 碳酸一异辛酯 (%) | 平均值 (%) |
|---------------|---------|-------------------|--------------------------|--------------------------|-------------|---------|------------|---------|
| 26022500<br>7 | 0.2560  | 0.1020            | 7.627                    | 7.867                    | 94.890      | 94.912  | 2.012      | 2.007   |
|               | 0.2761  |                   | 8.232                    | 8.492                    | 94.950      |         | 2.021      |         |
|               | 0.2468  |                   | 7.362                    | 7.602                    | 94.897      |         | 2.087      |         |
| 26022505<br>1 | 0.2579  |                   | 7.593                    | 7.873                    | 93.248      | 93.383  | 2.330      | 2.207   |
|               | 0.2598  |                   | 7.638                    | 7.910                    | 93.251      |         | 2.247      |         |
|               | 0.2520  |                   | 7.420                    | 7.660                    | 93.649      |         | 2.044      |         |

### 4.2、电位滴定图谱



## 4.2、结论

本应用方案依据 HG/T 5155-2017《工业用磷酸二异辛酯》标准，建立了电位滴定法测定磷酸二异辛酯含量的检测方法。采用 9112 复合 pH 非水电极，以 0.1mol/L 氢氧化钠滴定液直接滴定，通过识别两个电位突跃点，分别计算磷酸二异辛酯（P204）和磷酸一异辛酯的含量。实验结果表明，该方法测定磷酸二异辛酯含量的平均值为 94.91%（RSD<0.1%），磷酸一异辛酯含量平均值为 2.01%，平行测定结果稳定，相对标准偏差小，显示出良好的重复性和准确性。电位滴定法能够清晰区分单酯和双酯的滴定终点，避免了传统指示剂法终点判断困难的问题，特别适用于工业用磷酸二异辛酯这类有机磷酸酯混合物的精确测定。

该方法操作简便、自动化程度高，测定结果准确可靠，能够满足工业用磷酸二异辛酯产品质量控制的技术要求，可为相关生产企业和质检机构提供标准化、可复现的检测方案。

## 注意事项

- 1、氢氧化钠滴定液需要先用现配，并及时标定。
- 2、电极使用前使用缓冲溶液校准，保证实验过程中电极性能良好。

## 电极参考文献

- [1] HG/T 5155-2017 工业用磷酸二异辛酯.