

HEDP 活性组分含量的测定

张连弟 方建安

(南京传滴仪器设备有限公司, 中科院南京土壤研究所技术服务中心)

我们受河南省济源市清源实业有限公司的委托,对两种 HEDP 活性组分含量进行滴定测定。

一、分析步骤:

称取约 1.0g 试样(千分之一数字天平),置于 100mL 烧杯中,加水 50mL。将盛有试样的烧杯置于电磁搅拌器上,搅匀,将电极插入烧杯中,用氢氧化钠标准溶液滴定,当滴定进行到通过两个完整的突跃点时仪器自动停止滴定。

结果的表示活性组分含量以质量分数 W_1 计,数值以%表示,按下式计算:

$$W_1 = [Vc(M/3) / 1000m] \times 100 - 1.676 \times W_2 \\ = Vc \times 6.87 / m - 1.676 \times W_2$$

式中:

V—通过第二个突变点时所消耗的氢氧化钠标准滴定溶液的体积的数值,单位为毫升(mL)

c—氢氧化钠标准滴定溶液浓度的准确数值,单位为摩尔每升(mol/L);

m—试料的质量的数值,单位为克(g);

M—羟基亚乙基二膦酸摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol) (M=206);

W_2 —羟基亚乙基二膦酸中亚磷酸含量(以 H_3PO_3 计)的数值;

1.676—亚磷酸的换算系数;

允许差取平行测定结果的算术平均值为测定结果,两次平行测定结果的绝对差值不大于 0.3%

二、仪器与试剂

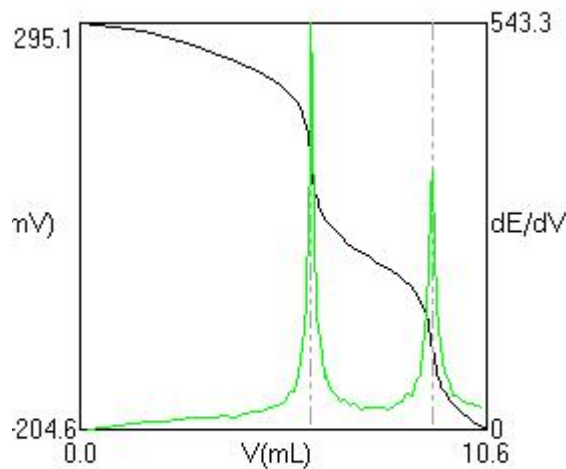
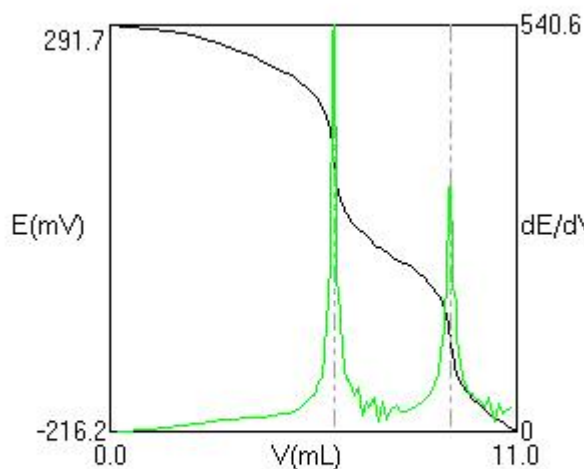
1、仪器为《FJA-2 微机控制自动滴定系统》(中科院南京土壤研究所技术服务中心研制与生产)。 2、电极为 201 型 PH 复合电极。 3、NaOH 的标定浓度为 1.0870 mol/L。

三、测定结果

1、滴定曲线的图谱(两个样各一个)如下图所示,结果如下:

样品 - 2090207 - - 滴定及其导数曲线

样品 - 4090119 - - 滴定及其导数曲线



终点1 体积: 6.053mL 电位: 124.2mV
浓度: 0.6053mol/L
终点2 体积: 9.193mL 电位: -98.5mV
浓度: 0.3139mol/L

1 体积: 6.055mL 电位: 128.1mV
浓度: 6.582mol/L
2 体积: 9.216mL 电位: -100.2mV
浓度: 3.436mol/L

2、测定数据

2090207 样品

HEDP 活性组分的含量的测定结果

滴定次数	样品重量 (克)	滴定剂的耗用量 (ml)		百分含量 (%)	
		V1	V2	第一终点	第二终点
1	1.081	6.053	9.193	41.81	63.51
2	1.028	5.753	8.747	41.79	63.54
3	0.802	4.510	6.816	41.99	63.47
4	0.841	4.727	7.143	41.97	63.43
5	0.795	4.453	6.746	41.82	63.37
最大绝对差值				0.20	0.17

4090119 样品

HEDP 活性组分的含量的测定结果

滴定次数	样品重量 (克)	滴定剂的耗用量 (ml)		百分含量 (%)	
		V1	V2	第一终点	第二终点
1	1.083	6.055	9.216	41.75	63.55
2	1.004	5.630	8.548	41.88	63.58
3	0.572	3.203	4.875	41.80	63.65
4	1.031	5.783	8.777	41.89	63.57
5	0.654	3.669	5.581	41.89	63.73
最大绝对差值				0.14	0.18

上述是连续 10 次测定结果，可以看出，几次测定结果的最大值减最小值的绝对差值都在于 0.3% 以内。

四. 为了保证测定的精度要注意下面几个重要环节：

1、我们用千分之一天平称样品时，发现天平读数有时有慢慢减小的现象，应以天平第一个读数为准。它是控制滴定的精度的一个重要因素。

2、正确配置 NaOH 溶液也是控制滴定的精度的一个重要因素。要点是要用饱和 NaOH 溶液来配制滴定剂，不要固体称重来配制；要用新的去离子水（电导值小于 5 μ S）来配制滴定剂；滴定剂瓶上要装吸收二氧化碳的过滤器等。

3、pH 复合电极要靠滴定池边，磁力搅拌要平稳，不要太剧烈，以防样液的损失。

参考文献

- 【1】 斯维拉。G 著，高立译。自动电位滴定。北京。原子能出版社。1985
- 【2】 方建安，夏 权编著。电化学分析仪器。南京，东南大学出版社，1992
- 【3】 方建安，影响电位滴定精度的几个问题，分析仪器，(4)，1993
- 【4】 方建安，方 晖等，一种微机控制的自动光度滴定系统，分析化学，(10) 24，1233，1996