

电位滴定法测定磷酸氢二钠含量

1 前言

磷酸氢二钠是一种实验室常见试剂，常用作一些缓冲溶液的配制，也可以用来制作柠檬酸、软水剂、织物增重剂、防火剂等化工消防用品。含量的多少通常是体现磷酸氢二钠品质好坏的主要参考依据。

该方法根据中国药典 2005 年版二部附录 VII A 中磷酸氢二钠含量测定中的电位滴定法规定，用氢氧化钠去滴定盐酸和磷酸氢二钠的混合液，根据设定两次不同反应滴定终点的 PH 值来分别得到滴定消耗的体积，通过体积之间的差值，通过计算来得出磷酸氢二钠的含量。

2 仪器和试剂

2.1 仪器

T960 全自动电位滴定仪 PH 复合电极



10mL 滴定管

2.2 试剂

盐酸 (1mol/L)，氢氧化钠滴定液 (1mol/L)。

3 实验方法

3.1 实验步骤

试取本品 0.25g,精密称定，置 250mL 烧杯中，加(1.0mol/L)的盐酸溶液 4mL 与水 50mL，搅拌使溶解。用氢氧化钠滴定液(1.0mol/L)滴定至 PH 值为 4.0，记录所消耗的氢氧化钠滴定液的体积，其与空白之差记为 A。继续滴定至 PH 值为 8.8，将 PH 值 4.0~8.8 之间所消耗的氢

氧化钠滴定液的体积记为 B。同时取 4mL 盐酸(1mol/L)用氢氧化钠滴定液滴定至 PH 值为 4.0 , 作为空白。当 $A \leq B$ 时, 则 1mLA 相当于 142.0 mg 的磷酸氢二钠 ; 当 $A > B$ 时, 每 1mL 的 $2B-A$ 相当于 142.0 mg 的磷酸氢二钠。

3.2 仪器参数

保存方法 运行方法 提交方法

滴定类型 终点滴定 方法名 磷酸氢二钠

滴定管体积 10mL 工作电极 pH复合电极 参比电极 无

样品计量单位 g 滴定显示单位 pH 补液速度 6

搅拌速度 6 快速平衡时间 4 s 快速平衡电位 1 mv

预搅拌时间 10 s 最小添加体积 ml 结束体积 20 ml

滴定速度 慢滴体积 0.01 ml 快速体积 0.1 ml

滴定前平衡电位 10 mv 慢滴平衡时间 4 s 慢滴平衡电位 1 mv

预滴定

预滴定添加体积 0 mL

预滴定后搅拌时间 1 s

主滴定剂

试剂名称 氢氧化钠

理论浓度 1 mol/L

滴定终点

终点值(...)	终点预控范...	延时(s)	相关...	结果单...	计算公式
4.0	3.0	10	1	g/mL	$C \cdot V_1 / m \cdot a$
8.8	7.5	10	1	mol/L	$C \cdot V_2 / m \cdot a$

添加 修改 删除

辅助试剂

滴...	试剂名称	试剂...	单位	添加...	添加...	添加时间	参考...

添加 修改 删除

4 结果与讨论

4.1 实验数据

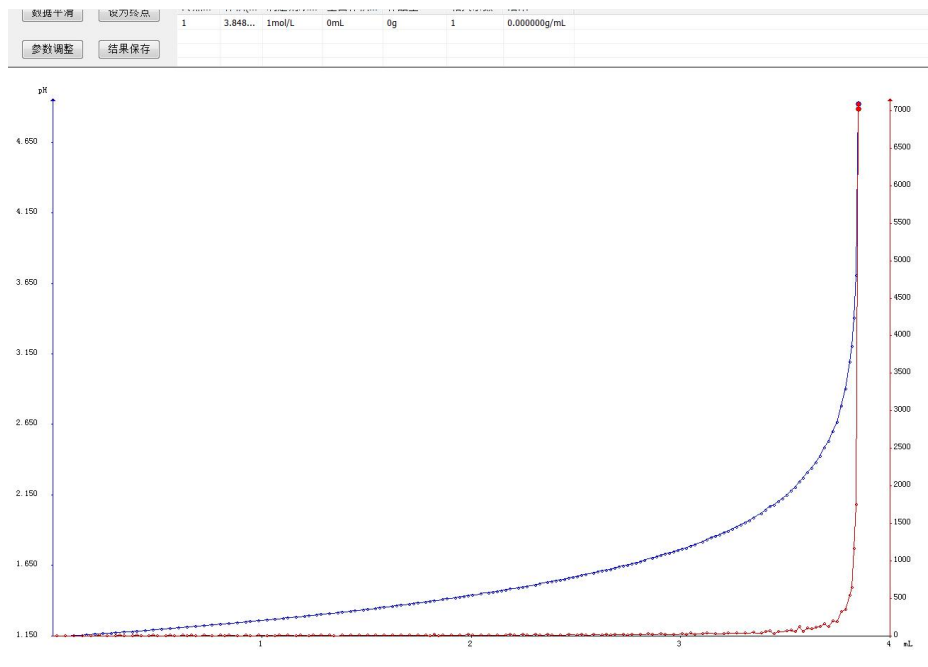
4.1.1 磷酸氢二钠含量

空白体积：3.834mL

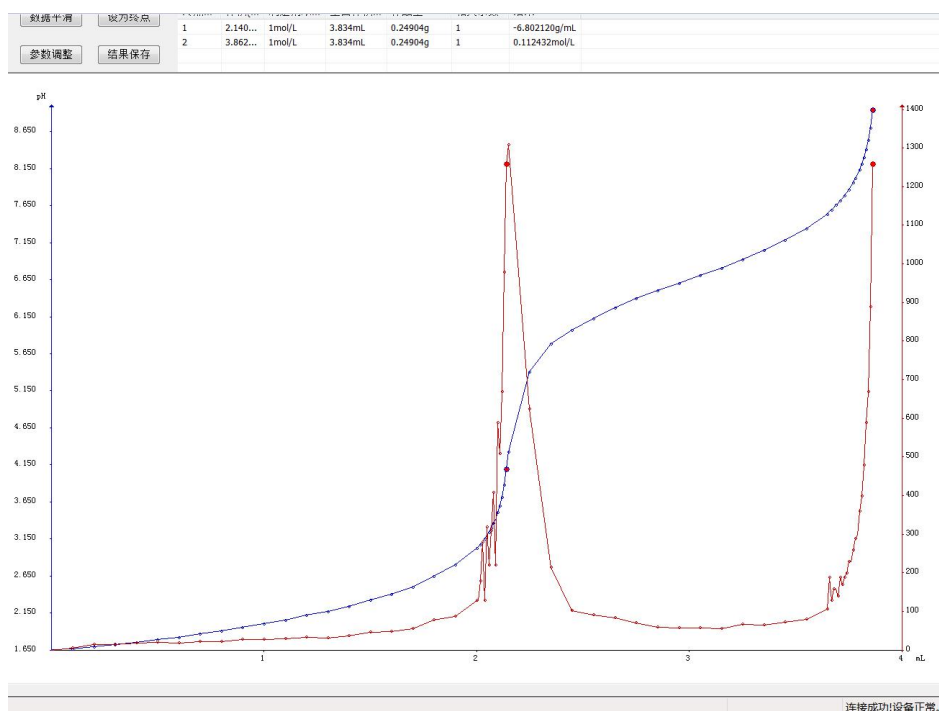
样品名称	取样量 (g)	滴定液浓度 (mol/L)	盐酸浓度 (mol/L)	A (mL)	B (mL)	含量 (%)	RSD(%)
1#	0.24429	0.9989	0.9574	1.664	1.680	96.72	0.1294
2#	0.24728			1.724	1.702	96.47	
3#	0.24904			1.694	1.722	96.59	

4.2 滴定图谱

4.2.1 空白



4.2.2 磷酸氢二钠



4.3 结论

用 T960 全自动电位滴定仪测定磷酸氢二钠含量结果准确、数据重复性好、更加快速，不需要指示剂也能判断滴定终点，使测定磷酸氢二钠含量变得方便。

参考文献

[1] 中国药典 2005 年版二部附录 VII A. 磷酸氢二钠含量测定.