

电位滴定法测定肥料中氯离子含量

一、前言

复合肥氯离子含量标准是化肥生产和使用的重要指导标准之一。遵循标准规定，保证复合肥的质量和安使用，是保障农业生产稳定和健康发展的关键。本次实验使用 T960 电位滴定仪选取某厂家中肥料，看其氯离子的含量。依据 GB/T 15063-2020 复合肥 附录 2 自动电位滴定法测定氯离子含量，原理是用水煮沸提取试样中的氯离子，以银电极为指示电极，用硝酸银滴定液滴定试样中的氯离子，以自动电位滴定仪的电位突越为指示终点，通过消耗的硝酸银滴定液的体积和浓度计算氯例子含量。

二、仪器与试剂

2.1、仪器

T960 全自动电位滴定仪，9212AG 复合银电极，电热板，250mL 烧杯，250mL 容量瓶，表面皿等

2.2、试剂

0.1mol/L 硝酸银滴定液，去离子水

三、实验方法

3.1、实验过程

3.3.1 试样制备过程

试样制备过程按照 GB/T 15063-2020 复合肥的测定方法，具体操作如下：

表 1 称样量范围

氯离子含量(w_1)/%	$w_1 < 5$	$5 \leq w_1 \leq 25$	$w_1 > 25$
称样量/g	10~5	5~1	1

按表 1 称取适当重量的样品（如 1#复合肥试样氯离子含量是 $2.5\% < 5\%$ ，取样量在 10-5g 之间），精确至 0.0001g，放置于 250mL 烧杯中，加 100mL 去离子水，缓慢加热至沸，继续微沸 10min，冷却至室温，溶液转移到 250mL 容量瓶中，稀释至刻度，混匀。干过滤，弃去最初部分的滤液，收集滤液，待测。

3.3.2 氯离子含量测定过程

用 10mL 移液管准确吸取 10mL 滤液于滴定杯中，加入 5mL (1+1) 的硝酸溶液，加入 40mL 去离子水，使溶液总体积为 50mL，用标定好的硝酸银滴定至电位突跃终点。同时做空白实验（加入 50mL 去离子水和 5mL 硝酸溶液，使用等量滴定滴定至终点）。

3.2、仪器参数

T960 全自动滴定仪参数设置如表 1 所示：

表 1 滴定仪参数设置

滴定类型：	动态滴定	方法名：	硝酸银法测定肥料氯离子
滴定管体积：	10mL	样品计量单位：	g
工作电极：	复合银电极	参比电极：	无
搅拌速度：	7	预搅拌时间：	5s
电极平衡时间：	4s	电极平衡电位：	1mv
滴定速度：	标准	滴定前平衡电位：	6mv
最小添加体积：	0.02mL	电位突跃量：	800
相关系数：	86.625	预控值：	-50
滴定剂名称：	硝酸银	理论浓度：	0.1028

四、 结

果与讨论

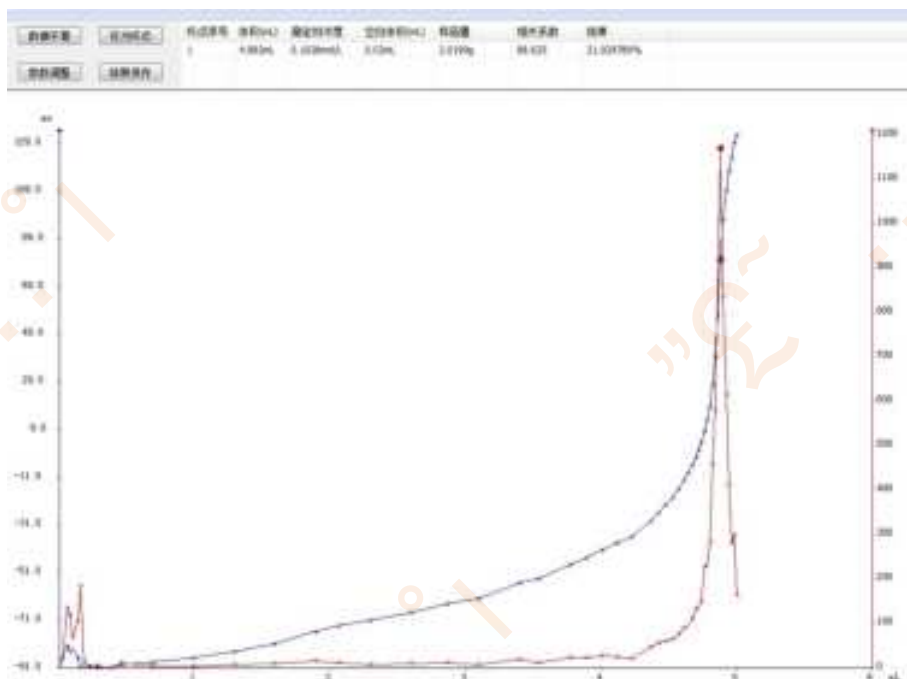
4.1、实验结果

样品经测试，得到实验结果如表 2 所示：

表 2 氯离子含量测试结果

样品名称	取样量 (g)	c(AgNO ₃)/ mol/L	滴定时吸取 体积 V ₁ /mL	滴定样品 体积 V ₂ /mL	滴定空白体 积 V/mL	氯含量(%)	平均值 (%)	RSD(%)
1#复合肥	5.0862	0.1028	10	1.464	0.02	2.587	2.594	0.248
				1.470		2.597		
				1.470		2.599		
2#复混肥	2.0199		10	4.889		21.961	21.930	0.144
				4.882		21.930		
				4.875		21.898		
3#针状肥	2.0109		10	5.167		23.319	23.342	0.186
				5.166		23.315		
				5.183		23.392		
4#氮钾肥	1.0937		10	6.089		50.630	50.603	0.177
				6.104		50.680		
				6.083		50.506		

4.2、滴定图谱



4.3、结论

氯离子含量测定的精密度应符合表 B.2 的要求。

表 B.2 氯离子含量测定的精密度

氯离子含量(w_1)/%	平行测定结果的绝对差值/% $\leq$	不同实验室测定结果的绝对差值/% $\leq$
$w_1 < 5$	0.20	0.30
$5 \leq w_1 \leq 25$	0.30	0.40
$w_1 > 25$	0.40	0.60

本次测试通过自动电位滴定仪测定肥料中氯化物含量，测试结果满足上述表格中的精密度要求。而且使用仪器判断减少了人工误差，大大提高了实验的精度。电位滴定法是检测该类样品含量的不错选择。

五、注意事项

目前测试肥料中氯化物含量的参考标准有 GB/T 24890-2010 复混肥料中氯离子含量的测定和 GB/T 15063-2020 复合肥，且 2020 版具有普适性。