

洗衣粉中磷的示波滴定*

王 伟

(盐城工学院 化学工程系 江苏 盐城 224003)

摘 要 报告了洗衣粉中磷测定的示波滴定新方法。洗衣粉样品经处理后,磷转化为磷酸根, Pb^{2+} 能与 PO_4^{3-} 定量形成沉淀,过量的 Pb^{2+} 在 NaClO_3 - 六次甲基四胺底液示波图上有敏锐切口。

关键词 示波滴定;磷;洗衣粉

中图分类号 O657.15

文献标识码:A

文章编号:1671-5322(2002)02-0061-

02

大多数洗涤剂中含有大量磷元素,由于磷是一种肥料,是植物的营养成份,大量的磷排入水道中会破坏生态平衡^[1]。磷的测定的方法通常有重量法、滴定法或分光光度法^[2,3],本文用示波滴定法^[4,5]测定。根据 Pb^{2+} 能与 PO_4^{3-} 定量形成沉淀($K_{\text{sp}} = 8.0 \times 10^{-43}$),过量的 Pb^{2+} 在 NaClO_3 - 六次甲基四胺为底液的示波图上有敏锐的切口的性质,试验了用 Pb^{2+} 标准溶液直接滴定分析溶液中的 PO_4^{3-} 在 pH5-6 范围内, $\text{Pb}_3(\text{PO}_4)_2$ 白色沉淀立即形成,当 PO_4^{3-} 被完全沉淀后,过量滴入 Pb^{2+} 标准溶液,在底液示波图上产生敏锐的示波切口,指示滴定终点。在测定条件下共存组分 K^+ 、 Na^+ 、 Ca^{2+} 、 Mg^{2+} 、 Fe^{3+} 、 Al^{3+} 、 SiO_3^{2-} 等均不干扰。用 Pb^{2+} 标准溶液进行示波滴定,终点直观、敏锐、操作简便、快速。本文测定了市售洗衣粉中磷含量,与标准方法测定结果相一致。

1 实验部分

1.1 主要仪器与试剂

LS-1A 型示波滴定仪(山东电讯七厂),汞膜电极,钨电极;pHS-3C 型酸度计(上海第二分析仪器厂)。

Pb^{2+} 标准溶液 $0.02000 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$;P 标准溶液 $1.00 \text{ mg} \cdot \text{L}^{-1}$,用 Na_3PO_4 溶解配制,六次甲基

四胺缓冲溶液 pH5.5,取 30% 的六次甲基四胺溶液,用 $\text{HNO}_3(1+1)$ 溶液调节,酸度计测量; NaClO_3 溶液 $2 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$ 。

1.2 实验方法

吸取 P 标准溶液 10 mL 置于 150 mL 小烧杯中,加水 50 mL、 NaClO_3 溶液 10 mL、六次甲基四胺溶液 10 mL,置于示波滴定装置上,插入电极,连接线路,调节示波滴定仪电位旋钮至滴定仪荧光屏上呈现底液正常示波图,在不断搅拌下用 Pb^{2+} 标准溶液滴定,滴至示波图下出现 Pb^{2+} 的切口为终点,读取 Pb^{2+} 标准溶液消耗体积毫升数, Pb^{2+} 与 PO_4^{3-} 的摩尔比为 3:2,测定液中含 P 量按下式计算:

$$R(\text{mg}) = \frac{2}{3} \times C_{\text{Pb}} \times V_{\text{Pb}} \times 30.97$$

用 P_2O_5 表示的磷含量的计算公式:

$$\text{P}_2\text{O}_5(\text{mg}) = \frac{1}{3} \times C_{\text{Pb}} \times V_{\text{Pb}} \times 141.94$$

2 结果与讨论

2.1 底液选择试验

取不同量的 P 标准溶液,分别在 NaClO_3 - 六次甲基四胺、 NaNO_3 - 六次甲基四胺、 HAc-NaAc 、 $\text{HAc-NH}_4\text{Ac}$ 底液中,用 Pb^{2+} 标准溶液进行示波滴定,选用 NaClO_3 - 六次甲基四胺底液为最好,在

* 收稿日期 2001-10-29

作者简介:王伟(1970-)男,江苏建湖县人,盐城工学院讲师。

HAc-NaAc 或 HAc-NH₄Ac 底液中,磷的测定结果明显偏低,这是由于在此类底液中,磷酸铅的溶解度较大,未滴到终点就出现铅的切口,在 NaNO₃⁻ 六次甲基四胺底液中,也可进行滴定,但 Pb²⁺ 切口的出现不如在 NaClO₃⁻ 底液中敏锐,易滴过量。故本法选择在 NaClO₃⁻ 六次甲基四胺底液中进行测定。

2.2 酸度的影响

取 P 标准溶液 10 mL 数份,加 NaClO₃⁻ 六次甲基四胺溶液,分别用 HNO₃ (1 + 1) 调至 pH 在 4.0 - 7.0 范围,用 Pb²⁺ 标准溶液按实验方法进行 P 的示波滴定,试验表明,底液的 pH 值在 5.0 - 6.0 范围内,滴定结果都很好,若 pH 值偏低或偏高,示波滴定终点都不够敏锐,测定结果偏低。

2.3 试剂加入量的影响

试验表明,测定液中 NaClO₃⁻ 的浓度控制在 0.1~0.4 mol·L⁻¹ 为宜,浓度过低或过高,Pb²⁺ 切口出现不敏锐,实验方法中加入 2 mol·L⁻¹ NaClO₃⁻ 溶液 10 mL,六次甲基四胺溶液 10 mL,加入过多,示波图变形。

2.4 标准加入回收率试验

表 1 标准加入回收率试验 (n = 5)

Table 1 Recovery Test (n = 5)

标准加入 P 量/mg	测出 P 量/mg	标准加入回收率/%
4.00	3.99	99.8
8.00	7.98	99.9
10.00	10.02	100.2
12.00	12.02	100.2

用标准方法测定的已知含磷量的样品制成溶液,分取数等份,分别加入不同量的 P 标准溶液,按实验方法用 Pb²⁺ 标准溶液进行示波滴定,测定结果列于表 1,从表中数据可知,标准加入回收率均在 99.8% - 100.2% 之间。RSD < 0.2%。

2.5 共存元素的影响

取 P 标准溶液 10 mL (即含 P 10 mg) 数份,分别加入分析试液中有可能存在的多种元素离子,按实验方法进行 P 的示波滴定,试验结果表明,对于 10 mgP 的测定,加入 50 mg 的 K⁺、Na⁺、Ca²⁺、Mg²⁺、SiO₃²⁻、10 mgFe³⁺、5 mgAl³⁺ 没有干扰。试样中的阳离子表面活性剂有干扰,需用有机溶剂洗涤除去。

3 样品分析

准确称取洗衣粉试样 0.2 g 于 150 mL 烧杯中,用热酒精洗涤数次,除去洗衣粉中的活性物质,烘干除去有机溶剂,加入 10 mLHNO₃ (1 + 1),加热溶解,煮沸 10 min,冷却。以下按实验方法操作。测定结果与标准方法测定的结果作对照分析,结果准确可靠。

表 2 样品测定结果与对照分析 (n = 5)

Table 2 Results of Sample Determination (n = 5)

样品序号	本方法 P ₂ O ₅ 含量/%	光度法 P ₂ O ₅ 含量/%
1	9.46	9.44
2	12.17	12.20
3	8.31	8.29
4	4.66	4.65

参考文献:

[1] 邓舜扬. 化学配方集[M]. 北京: 化学工业出版社, 1994.
[2] 张家驹. 工业分析[M]. 北京: 化学工业出版社, 1982.
[3] 潘教麦, 陈亚森, 严恒太. 显色剂及其在光度分析中的应用[M]. 上海: 上海科技出版社, 1988.
[4] 高鸿. 示波滴定[M]. 南京: 南京大学出版社, 1990.
[5] LIANG Yun - ai, WANG jie. Studies on quantitative determination of antibiotics by the derivative differential pulse polarography[J]. J Chin Pharm Sci, 1999 (2) 86.

Oscillographic Titration of Phosphorus
in laundry Powder

WANG Wei

(Department of Chemical Engineering of Yancheng Institute of Technology Jiangsu Yancheng 224003, China)

Abstract A new oscillographic titration method for the determination of phosphorus content in laundry powder is described. It is based precipitate formation of Pb²⁺ with PO₄³⁻ and the characteristic sharp incision by excess Pb²⁺ on the dE/dt - E curves in NaClO₃⁻ hexamine media.

Keywords oscillographic titration; phosphorus; laundry powder