

文章编号:1671-6833(2010)04-0110-03

电位滴定法测定过硫酸氢钾复合粉中氯化钠含量

付维星, 张可煜, 张丽芳, 薛飞群

(中国农业科学院上海兽医研究所 中国农业科学院兽药安全评价与兽药残留研究重点开放实验室, 农业部动物寄生虫病学重点开放实验室, 上海 200241)

摘要:为建立一种测定过硫酸氢钾复合粉中氯化钠含量的方法,本试验以氯化钠基准试剂为对照,采用电位滴定-水溶液银量法在常温下进行测定.结果表明:该方法测定线性范围为10.0~55.0 mg, $r=0.999\ 7$;方法重复性好($RSD=1.11\%$, $n=5$);准确度高,回收率为99.6% ($RSD=0.88\%$, $n=6$),加样回收率为99.1% ($RSD=1.39\%$, $n=6$).可作为过硫酸氢钾复合粉中氯化钠含量的测定方法.

关键词:过硫酸氢钾;电位滴定法;氯化钠;含量测定

中图分类号: O657.15 **文献标识码:** A

0 引言

过硫酸氢钾复合盐(Potassium Monopersulfate Compound)是一种新型过氧化物消毒剂,其在水溶液中可以产生高能量、高活性的硫酸根自由基和活性氧衍生物等^[1],具有很强的氧化能力,可以起到杀菌和去污的双重作用.其反应产物仅使水中 K^+ 、 SO_4^{2-} 有少许增加,不会对人和环境造成影响^[2];还具有无味、无刺激的特点,先前作为一种游泳池和温泉专用的非氯氧化型消毒剂,现在已广泛应用于油田石化污水、废气处理、特种医药制造和动物养殖业的环境消毒等.

过硫酸氢钾复合粉是以过硫酸氢钾复合盐为主要成分,辅以氯化钠、表面活性剂等成分复合而成的一类消毒剂,其在水中经链式反应可以连续持久地产生次氯酸、新生态氧和活性氧自由基,氧化和氯化病原体,干扰微生物DNA、RNA合成,使菌体蛋白质变性凝固,从而杀灭病原微生物^[1,3].在质量控制方面,复合粉中氯化钠含量的控制是其链式反应的核心环节,但目前尚未见有对过硫酸氢钾复合粉中氯化钠质量控制研究的详细报道.本研究采用电位滴定法测定此复合粉中氯化钠的含量,旨在建立此类消毒剂氯化钠的质量控制方法.

1 材料与方法

1.1 仪器与试剂

pHS-3C型精密pH计(上海雷兹仪器厂);银电极(上海越磁电子科技有限公司);电子天平(美国梅特勒-托利多仪器有限公司);过硫酸氢钾复合粉(由中国农业科学院上海兽医研究所药理学研究室制备,批号091101,091102,091103);氯化钠工作基准试剂(上海试剂一厂);硝酸银(分析纯,上海精细化工材料研究所);其余试剂均为分析纯,水为去离子水.

1.2 标准曲线的制备

精密称取经110℃干燥至恒重的基准氯化钠试剂2.5 g,置250 mL容量瓶中,加入去离子水溶解并稀释至刻度,摇匀,作为标准溶液.用移液管分别精密吸取1.0,2.0,3.0,4.0,5.0,5.5 mL标准溶液于200 mL滴定杯中,加水至50 mL,用硝酸银滴定液进行滴定,测量电位值,二级微商法确定滴定终点^[4],然后将消耗的硝酸银滴定液体积与相应的氯化钠含量进行回归分析.

1.3 干扰试验

以溶剂为空白,按1.2操作,结果消耗硝酸银滴定液体积为0 mL,由此认为溶剂对测定结果没有干扰.

收稿日期:2009-12-29;修订日期:2010-04-30

基金项目:上海市科技兴农重点攻关资助项目(2000-6-02)

作者简介:付维星(1984-),男,河南正阳人,中国科学院硕士生,研究方向:新兽药开发,E-mail:fuweixing@hotmail.com;通讯作者:薛飞群,男(1956-),研究员,E-mail:xuefeiqun@online.sh.cn.

1.4 加样回收率试验

采用加样回收法,取已知氯化钠含量的样品 6 份,各 2.5 g,精密称定,分别加入经 110 ℃干燥至恒重的基准氯化钠 0.1 g(精密称定),置 200 mL 滴定杯中,加水 100 mL,按 1.2 操作,测定氯化钠的含量,计算回收率.

1.5 空白加样回收率试验

依据含量测定中样品中氯化钠的含量,精密称取经 110 ℃干燥至恒重的基准氯化钠 0.04 g,平行 6 份,置 200 mL 滴定杯中,加水 100 mL,按 1.2 操作,测定氯化钠的含量,计算回收率.

1.6 精密度试验

取同批号的过硫酸氢钾复合粉 5 份,每份 2.5 g,精密称定,加水 100 mL 置滴定杯中,按 1.2 连续操作 5 次,测定 RSD.

1.7 含量测定

取 3 个批号的复合粉消毒剂,每批测定 2 份,均为 2.5 g,精密称定,加水 100 mL 置滴定杯中,按 1.2 操作测定消耗的滴定液体积,代入回归方程计算氯化钠的含量.

2 结果

2.1 线性关系测定

氯化钠含量在 10.0 ~ 55.0 mg 的范围内,与相应消耗的硝酸银体积有良好的线性关系,其回归方程为: $Y=0.164\ 6X+0.062\ 7(r=0.999\ 7,n=6)$.

2.2 加样回收率试验

结果见表 1.

表 1 加样回收率试验 (n=6)			
Tab.1 Data of recovery test (n=6)			
Add/mg	Measured/mg	Recovery/%	RSD/%
101.5	103.2	101.67	1.39
103.9	102.4	98.56	
101.0	100.5	99.50	
102.0	101.2	99.22	
101.7	98.7	97.05	
102.7	101.5	98.83	

2.3 空白加样回收率试验

结果见表 2.

2.4 精密度试验

测定氯化钠的含量分别为 1.76,1.72,1.78,1.75,1.75%;结果所得样品中平均含盐量为 1.75%,RSD 为 1.11%.

表 2 空白加样回收率试验 (n=6)

Tab.2 Data of recovery test without sodium chloride (n=6)			
Add/mg	Measured/mg	Recovery/%	RSD/%
40.4	40.5	100.25	0.88
41.3	40.8	98.79	
41.5	41.9	100.96	
42.0	41.3	98.33	
40.7	40.6	99.75	
41.6	41.3	99.28	

2.5 含量测定

每批测定 2 份,结果 3 批消毒剂的氯化钠含量分别为 1.72,1.75 和 1.77%.

3 讨论

此复合粉消毒剂中辅料盐含量的控制是发挥其消毒效应的核心环节.目前氯化钠的含量测定常采用沉淀滴定法-银量法,并以铬酸钾指示剂法、硫酸铁铵指示剂法或吸附指示剂法的指示剂颜色变化来判断滴定终点,但由于三者的滴定终点颜色均为红色,且过硫酸氢钾复合粉本身为微红色,使得滴定终点无法判断,故本试验结合相关文献^[5-17],采用电位滴定法进行.通过电位滴定法的 E-V 曲线图可以看出(图 1),该法的终点电位突跃十分显著,通过二级微商法可准确判定出滴定终点所消耗的滴定液体积,进而准确求出样品中氯化钠的含量.

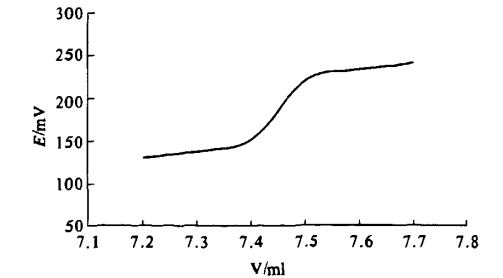


图 1 电位滴定 E-V 曲线图
Fig.1 E-V graph of the potentiometric titration

本试验测定复合粉中的氯化钠含量时,为防止氯离子的干扰,参比电极的饱和和填充液应选择饱和硝酸钾溶液,而不是常用的氯化钾饱和溶液.准确测定过硫酸氢钾复合粉中氯化钠含量需要对一些分析参数,例如线性、回收率及精密度进行验证,电位滴定法结果显示,氯化钠在 10.0 ~ 55.0 mg 范围内线性关系良好($r=0.999\ 7$),平均回收率为 99.6% ($RSD=0.88\%,n=6$),加样平均回

收率为 99.1% ($RSD = 1.39\%$, $n = 6$), 精密度 $RSD = 1.11\%$; 本研究建立的分析方法操作简便, 快速, 结果准确度高, 重复性好, 可作为过硫酸氢钾复合粉消毒剂中氯化钠含量的测定方法。

参考文献:

- [1] ANIPSITAKIS G, TUFANO T, DIONYSIOU D. Chemical and microbial decontamination of pool water using activated potassium peroxymonosulfate[J]. Water Research, 2008, 42: 2899 - 2901.
- [2] SHARMA V. Potassium ferrate(VI): an environmentally friendly oxidant[J]. Advances in Environmental Research, 2002, 6(2): 143 - 156.
- [3] 王超英, 翟国元, 孙彩琴, 等. 复合过硫酸氢钾类消毒剂杀灭口蹄疫病毒消毒效果的试验[C]. 北京: 中国畜牧兽医学学会, 2004: 1180 - 1181.
- [4] GB/T 9725—2007 化学试剂 电位滴定法通则[S]. 北京: 中国标准出版社, 2007.
- [5] 陈悦, 洪利娅. 电位滴定-水溶液银量法测定盐酸林可霉素注射液中氯化钠的含量[J]. 华西药理学杂志, 2002, 17(5): 360 - 361.
- [6] 程云峰, 王光华, 宛小林, 等. 电位滴定法测定克林霉素磷酸酯氯化钠注射液中氯化钠含量[J]. 安徽医药, 2005, 9(1): 40 - 41.
- [7] 余凌英, 胡昌江, 黄勤挽, 等. 电位滴定法测定盐炙补骨脂中氯化钠含量[J]. 成都医学院学报, 2009, 4(2): 83 - 84.

A Potentiometric Titration Method for the Determination of Sodium Chloride in the Compound Peroxymonosulphate Powder

FU Wei-xing, ZHANG Ke-yu, ZHANG Li-fang, XUE Fei-qun

(Shanghai Veterinary Research Institute, Chinese Academy of Agricultural Sciences, Key Laboratory of Veterinary Drug Safety Evaluation and Residues Research, Key Laboratory of Animal Parasitology of Ministry of Agriculture, Shanghai 200241, China)

Abstract: To develop a method for the determination of sodium chloride in the compound peroxymonosulphate powder, the test took sodium chloride basic reagent as comparison, and a potentiometric - argentometric titration method was established to measure the contents of sodium chloride at normal temperature. The results showed that the linear range of the sodium chloride was 10.0 mg ~ 55.0 mg with the correlation coefficient of 0.999 7, the repeatability was good with $RSD = 1.11\%$, the average recovery with blank samples was 99.6% with $RSD = 0.88\%$ and the average recovery was 99.1% with $RSD = 1.39\%$, which ensures its adequate accuracy. The method is simple and accurate. It could be adopted for the quality control of the contents of sodium chloride in the compound peroxymonosulphate powder.

Key words: potassium monopersulfate; potentiometric titration method; sodium chloride; content determination