

总有效氯、二氧化氯和二氧化氯溶液中的氯含量测定

使用HIRANUMA自动电位滴定仪进行测试，可以测试总有效氯、二氧化氯和二氧化氯溶液中的氯含量。

本实验采用碘量法进行测试，在样品中加入磷酸盐缓冲液，将样品的PH值调整至PH 7~8，待PH稳定后，加入碘化钾，二氧化氯和共存氯分离碘（**反应式1和2**），将分离出的碘用硫代硫酸钠标准溶液滴定（**反应式3**），滴定结束后，加入硫酸，二氧化氯产生的碘酸钾再次分离出碘（**反应式4**），用硫代硫酸钠标准溶液再次滴定分离出的碘（**反应式3**）根据滴定结果计算总有效氯、二氧化氯和溶液中的氯含量。



COM-A19自动电位滴定仪

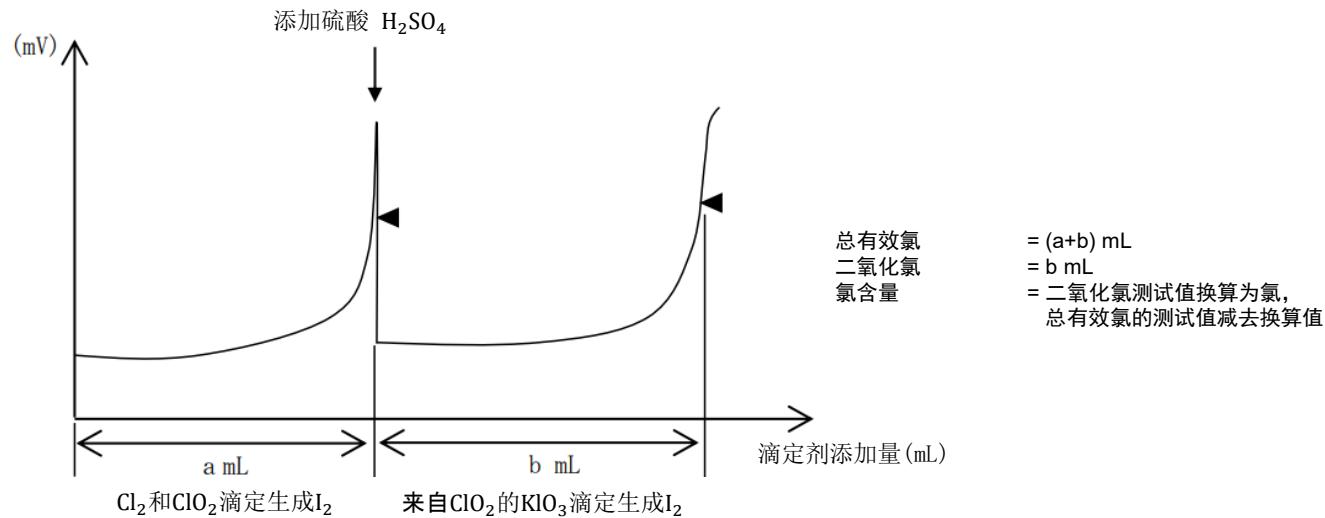
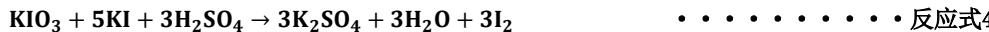


图1、滴定曲线示意

二氧化氯溶液测定

■ 测量准备

■ 测量流程

- ✓ COM-A19主机
 - ✓ B-3000-20交换单元
 - ✓ 铂电极 PT-301
 - ✓ 酸碱复合电极 GR-501B
 - ✓ 0.1mol/L硫代硫酸钠标准溶液
 - ✓ 10%的碘化钾水溶液
 - ✓ 磷酸盐缓冲液(pH 7)
 - ✓ 1mol/L硫酸

- ✓ 将20毫升10%的碘化钾溶液和20毫升磷酸盐缓冲液倒入100毫升烧杯中
 - ✓ 用微量管加入0.5 mL样品 (确认混合液PH值为7-8)
 - ✓ 将电极浸入样品中，用0.1mol/L硫代硫酸钠标准溶液滴定。
 - ✓ 检测终点后，仪器调用B-3000加入5 mL 1 mol/L硫酸溶液
 - ✓ 用0.1mol/L硫代硫酸钠标准溶液再次滴定
 - ✓ 根据反应方程式，计算出结果



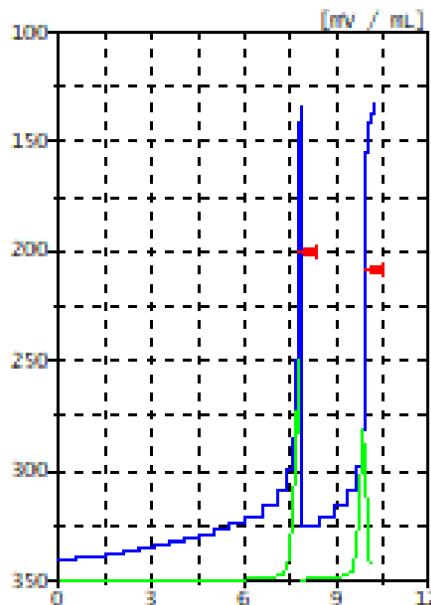
■ 仪器条件

M.File.No.	1				
Condition	6+7+8+9				
Cndt No.	6				
Method	Auto	ConstantNo.	6	Mode No.	4
Buret No.	1	Size	0.5 mL	Pre Int	0 sec
Amp No.	3	Blank	0 mL	Del K	9
D. Unit	mV	Molarity	0.1 mol/L	Del Sens	0 mV
S-Timer	5 sec	Factor	1.004	Int Time	3 sec
C.P. mL	0 mL	K	35.46	Int Sens	3 mV
T Timer	0 sec	L	0	Brt Speed	2
D.P. mL	0 mL			Pulse	40
End Sens	500	Unit	g/L		
Over mL	0 mL	Formula	(VA+VB)*K*F*M/S		
Max.Vol.	20 mL	Digits	4		
Cndt No.	7				
Method	Disp				
Buret No.	2				
S-Timer	0 sec				
Disp Vol.	5 mL				
Cndt No.	8				
Method	Auto	ConstantNo.	8	Mode No.	4
Buret No.	1	Size	0.5 mL	Pre Int	0 sec
Amp No.	3	Blank	0 mL	Del K	9
D. Unit	mV	Molarity	0.1 mol/L	Del Sens	0 mV
S-Timer	60 sec	Factor	1.004	Int Time	3 sec
C.P. mL	0 mL	K	16.87	Int Sens	3 mV
T Timer	0 sec	L	0	Brt Speed	2
D.P. mL	0 mL			Pulse	40
End Sens	500	Unit	g/L		
Over mL	0.3 mL	Formula	(D-B)*K*F*M/S		
Max.Vol.	20 mL	Digits	4		
Cndt No.	9				
Method	Calc	ConstantNo.	9		
		Size	0.5 mL		
		Blank	0 mL		
		Molarity	0.1 mol/L		
		Factor	1.004		
		K	177.3		
		L	67.5		
		Unit	g/L		
		Formula	CA-CB*K/L		
		Digits	4		



■ 测试结果

样品编号	样品种积 (mL)	终点1 滴定液体积 (mL)	终点2 滴定液体积 (mL)	总有效氯 (g/L)	二氧化氯 (g/L)	氯 (g/L)
1	0.5	7.724	2.141	70.2424	7.2526	51.1922
2	0.5	7.513	2.329	70.0787	7.8895	49.3556
3	0.5	7.661	2.162	69.9434	7.3238	50.7062
			Avg.(g/L)	70.1	7.49	50.4
			SD (g/L)	0.150	0.349	0.95
			RSD	0.21	4.66	1.89



Init.mV	340.2 mV
Ep mV	200.7 mV
Tit.mL	7.724 mL
Div	976 dE/dmL
Size	0.50000 mL
*Conc.	70.2424 g/L
Disp Vol.	5.00 mL
Ep mV	207.8 mV
Tit.mL	2.141 mL
Div	675 dE/dmL
Size	0.50000 mL
*Conc.	7.2526 g/L
Size	0.50000 mL
*Conc.	51.1922 g/L

注意

- 在此测量中，需要在PH 7-8进行，必须严格保持PH值。二氧化氯与碘化钾在酸性、中性和碱性条件下的反应如下图所示，反应过程随pH值的不同而不同。

酸性: $2\text{ClO}_2 + 10\text{HI} \rightarrow 2\text{HCl} + 4\text{H}_2\text{O} + 5\text{I}_2$
 中性: $6\text{ClO}_2 + 10\text{KI} \rightarrow 4\text{KIO}_3 + 6\text{KCl} + 3\text{I}_2$
 碱性: $2\text{ClO}_2 + 2\text{KI} \rightarrow 2\text{KClO}_3 + \text{I}_2$

特别要注意的是，这种样品是高碱性的，如果磷酸盐缓冲溶液的量不够，反应可能会在在高碱性状态下进行滴定，拐点1处的滴定体积会变小，因为分离出的碘较少，拐点2处的滴定值会偏大，测得的二氧化氯浓度预计会出现较高，而测得的氯浓度则会偏低。
- 在此测量中，玻璃复合电极(GR-501B，在滴定前检查pH值)和铂电极(PT-301)一起使用。使用该电极组合进行滴定，无需在pH值检查后更换电极。
- 该测试方法可以替换《GB/T 26366-2021二氧化氯消毒剂卫生要求》中手动法。