

电位滴定法测定肥皂中的氯离子含量

1 前言

在皂化过程中，通常以氯化钠作盐析剂，所使用的碱中也往往含有氯化钠。所以，肥皂中总会含有一定量的氯化物。氯化物含量高低对肥皂的组织结构影响很大，如果氯化物含量过高，会使肥皂组织粗松、开裂度增大，影响肥皂的保存和使用。

本方法适用于含量大于或高于 0.1% 的氯离子含量测定，肥皂经酸分解出脂肪酸，用硝酸银将溶液中氯离子沉淀，最后用硫氰酸铵滴定过量的硝酸银，通过反滴定方式将肥皂中氯离子检测出来。具有操作简单、滴定迅速、结果准确等优点。

2 仪器和试剂

2.1 仪器

T960 全自动电位滴定仪 复合银电极

10mL 滴定管



2.2 试剂

硝酸，硫氰酸铵滴定液（0.1mol/L），硝酸银滴定液（0.1mol/L）、一级水。

3 实验方法

3.1 实验步骤

称取 5.00g 肥皂样品，置于 250mL 容量瓶中，加入硝酸 5mL，以及硝酸银（0.1mol/L）25.0mL。置于沸水中，直至脂肪酸完全分离且生成氯化银沉淀大量聚集，用自来水冷却至室温，并用水稀释至刻度。取滤液 200mL，取 50mL，用硫氰酸铵

(0.1mol/L) 滴定至电位突跃终点，记下终点体积。

3.2 仪器参数

滴定类型	动态滴定	方法名	肥皂氯离子含量测定																							
滴定管体积	10mL	工作电极	银复合电极	参比电极	无																					
样品计量单位	mL	滴定显示单位	mv	补液速度	6																					
搅拌速度	5	电极平衡时间	4 s	电极平衡电位	1 mv																					
预搅拌时间	10 s	最小添加体积	0.02 mL	结束体积	20 mL																					
滴定速度	标准	滴定前平衡电位	6 mv																							
预滴定 预滴定添加体积 0 mL 预滴定后搅拌时间 1 s		滴定终点 <table border="1"> <thead> <tr> <th>电位突跃量</th> <th>预控mv值</th> <th>相关系数</th> <th>结果单位</th> <th>计算公式</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>100</td> <td></td> <td>1</td> <td>%</td> <td>C^*V1/m^*a</td> </tr> <tr> <td></td> <td></td> <td></td> <td></td> <td></td> </tr> <tr> <td></td> <td></td> <td></td> <td></td> <td></td> </tr> </tbody> </table> 添加 修改 删除				电位突跃量	预控mv值	相关系数	结果单位	计算公式	100		1	%	C^*V1/m^*a											
电位突跃量	预控mv值	相关系数	结果单位	计算公式																						
100		1	%	C^*V1/m^*a																						
主滴定剂 试剂名称 硫氰酸铵 理论浓度 0.1 mol/L		辅助试剂 <table border="1"> <thead> <tr> <th>滴定管</th> <th>试剂名称</th> <th>试剂浓度</th> <th>单位</th> <th>添加体积</th> <th>添加速度</th> <th>添加时间</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td></td> <td></td> <td></td> <td></td> <td></td> <td></td> <td></td> </tr> <tr> <td></td> <td></td> <td></td> <td></td> <td></td> <td></td> <td></td> </tr> </tbody> </table> 添加 修改 删除				滴定管	试剂名称	试剂浓度	单位	添加体积	添加速度	添加时间														
滴定管	试剂名称	试剂浓度	单位	添加体积	添加速度	添加时间																				

4 结果与讨论

4.1 实验数据

4.1.2 肥皂氯离子含量测定

样品名称	滴定液浓度 (mol/L)	取样量 (g)	滴定体积 (mL)	氯离子含量(以 Nacl计)%	RSD (%)
肥皂	0.10	4.99983	4.230	0.9676	0.5776
			4.306	0.9587	
			4.317	0.9574	

4.2 计算公式

$$\text{NaCl}(\%) = 0.0585 \times (25 \times c_1 - 2 \times V \times c_2) \times \frac{50}{m}$$

其中：

C_1 --硝酸银标准溶液的摩尔浓度，mol/L；

C_2 --硫氰酸铵标准滴定溶液的摩尔浓度，mol/L；

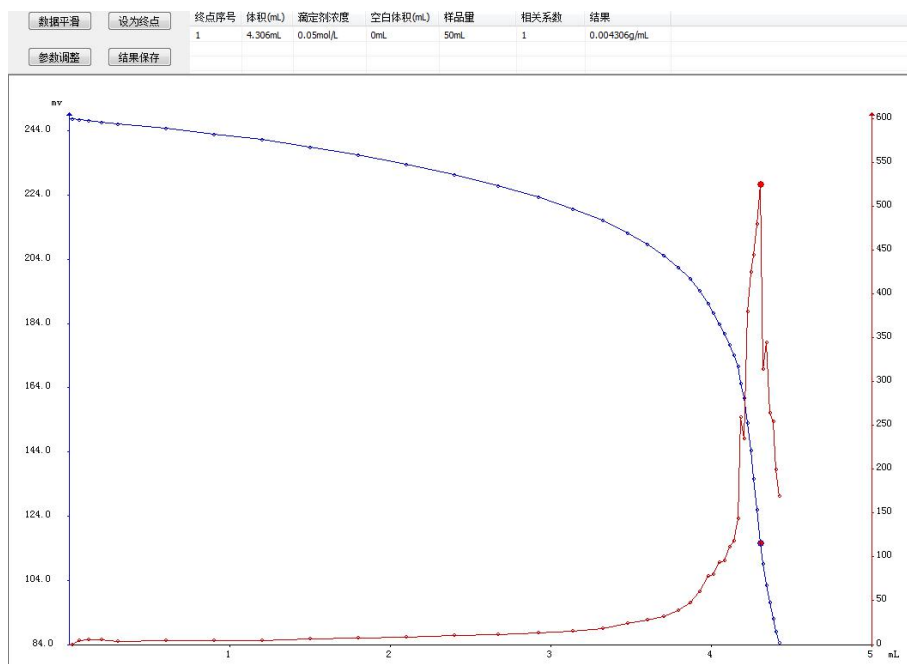
V --消耗硫氰酸铵标准溶液的体积，mL；

0.0585 试验中以克表示的氯化钠的毫摩尔质量 (g/mmol)
);

m --试样的质量，单位 (g)

4.3 滴定图谱

4.3.1 肥皂氯离子含量测定：



4.4 结论

用 T960 全自动电位滴定仪测定肥皂中的氯离子，测定结果数据重复性良好，能够准确地找到滴定终点，滴定的过程可以实现自动化操作，较传统的手工滴定，更加方便、快捷。

参考文献

[1]QB/T 2623.6-2003 肥皂试验方法 肥皂中氯化物含量的测定 滴定法.[S]