

电位滴定法测定蔗糖铁中氯离子和铁离子的含量

1 前言

蔗糖铁，又称森铁能，顾名思义是本品适用于口服铁剂效果不好而需要静脉铁剂治疗的病人，在使用过程中使用量和注射速度都有严格的要求。因此其铁和氯离子的指标也异常重要，该方案用硝酸银滴定氯离子和硫酸铈滴定其铁离子的含量，实验流程简单，省时省力，且避免了指示剂判断终点带来的主观误差，是检测该药物铁离子和氯离子含量的优先选择。

2 仪器与设备

2.1 仪器

T960 电位测定仪，复合铂电极，复合银电极。

2.2 试剂

硫酸铈滴定液（0.01mol/L），硝酸银滴定液（0.01mol/L），分析纯三氯化铁试剂

3 实验方法

3.1 实验步骤

(1) 氯离子含量测定：

准确称取试样 4g(精确至 0.0001g)，置于滴定杯中，加入 50mL 去离子水保证没过电极，加入 0.3mL 硝酸，放于滴定台开启搅拌，使其完全混合均匀，用标定的硝酸银滴定液滴定至突跃终点，记下终点体积，同时做空白实验。

(2) 铁离子含量测定：

准确称取试样 0.8g(精确至 0.0001g)，分析纯的三氯化铁 80mg，置于滴定杯中，加入 4

0mL 去离子水溶解试样，加入 10mL (1:1) 的硫磷混酸，边加边用玻璃棒剧烈搅拌，搅拌一到两分钟，待冷却后，放于滴定台开启搅拌，用标定的硫酸铈**滴定液**滴定至突跃终点，记下终点体积，同时做空白实验。

3.2 参数设置

(1) 氯离子含量测定：

滴定模式： 动态滴定	搅拌速度： 5
电极平衡时间： 4s	预搅拌时间： 1s
电极平衡电位： 1mv	补液速度： 6
最小添加体积： 0.02mL	预滴定添加体积： 0mL
结束体积： 10mL	预滴定后搅拌时间： 30s
电位突跃量： 100	预控 mv 值： 无

(2) 铁离子含量测定：

滴定模式： 动态滴定	搅拌速度： 6
电极平衡时间： 8s	预搅拌时间： 1s
电极平衡电位： 1mv	补液速度： 5
最小添加体积： 0.05mL	预滴定添加体积： 0mL
结束体积： 20mL	预滴定后搅拌时间： 1s
电位突跃量： 200	预控 mv 值： 无

4 结果与讨论

4.1 实验结果

样品名称	测试指标	样品编号	滴定液浓度 (mol/L)	取样量 (g)	滴定体积 V ₁ (mL)	空白体积 V ₀ (mL)	含量 (%)	平均含量 (%)	RSD(%)
蔗糖铁	氯离子	1	0.01006	4.09210	6.597	0.1	0.05992	0.0603	0.733
		2		4.09165	7.079		0.06079		
		3		4.02979	6.905		0.06022		
	铁离子	1	0.009983	0.80149	14.676	0.04	0.88266	0.905	3.113
		2		0.44990	7.284		0.89563		
		3		0.41390	7.003		0.93662		

计算公式：

$$X(\%) = \frac{(V_1 - V_0) \times c \times M}{1000m}$$

式中：

X 是氯离子和铁离子含量；

V₁ 是试样消耗滴定剂的体积；

V₀ 是空白消耗滴定液的体积；

M 是 0.01mol/L 的滴定液相当于 0.3545mg 和 0.5585mgFe²⁺；

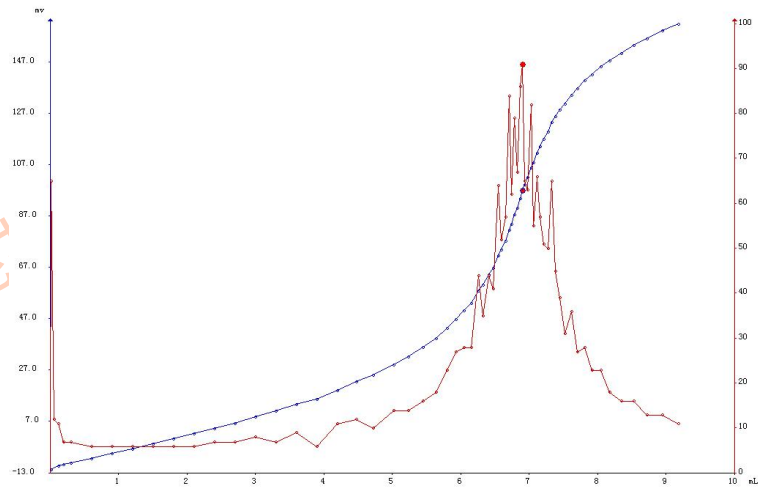
m 是称取试样的质量；

M 是甲醛的分子质量。

4.2 图谱

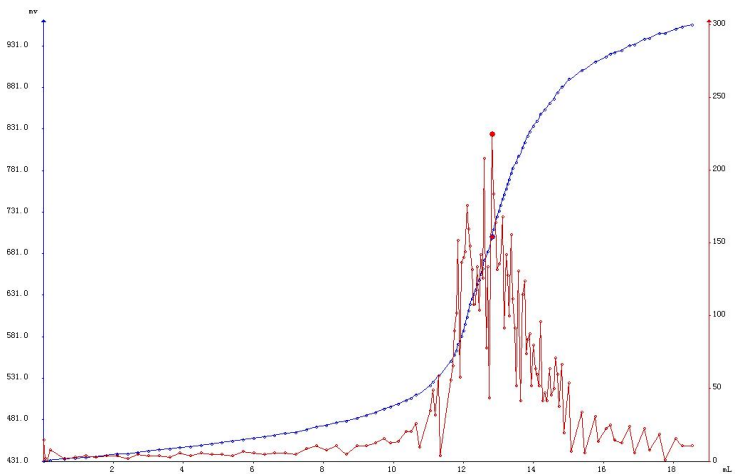
(1) 氯离子图谱：

数据平滑	设为终点	终点序号	体积(mL)	滴定剂浓度	空白体积(mL)	样品量	相关系数	结果
		1	6.905mL	0.01006mol/L	0.10mL	4.02979g	3.545	0.0602223%



(2) 铁离子含量滴定图谱：

数据平滑	设为终点	终点序号	体积(mL)	滴定剂浓度	空白体积(mL)	样品量	相关系数	结果
		1	12.809mL	0.009983mol/L	0.04mL	0.80149g	5.5850	0.888266%



4.3 结论

用 T960 全自动电位滴定仪测定工业甲醛的含量，结果重复性较好，测定结果都在其标准范围内，该款仪器是完全满足甲醛测定需求的。

参考文献

[1] GB/T 9009-2011.工业用甲醛溶液[S].