

电位滴定法测定单氰胺的含量

一、前言

单氰胺又称氰胺、尿酐，学名氨基腈，是一种白色正交系结晶物质，它不仅是一种重要的化工原料、有机化工中间体，还是一种非常重要的医药原料，也可用作农药产品的中间体生产农药，另外，氰胺还可用于保健产品、饲料添加剂的合成、农药中间体的合成和阻燃剂的合成等，用途非常广泛，目前国内外都在积极开展其应用研究，市场前景比较乐观，因此快速检测其含量成为用户比较关心的问题，本实验利用电位滴定法检测其含量，流程简单，结果准确。

二、仪器与试剂

2.1、仪器

T960 全自动电位滴定仪，容量瓶，分析天平等

2.2、试剂

去离子水，硝酸溶液（25%），硼酸钠缓冲溶液，0.1mol/L AgNO_3 滴定液

三、实验方法

3.1、样品制备

称取待测样品单氰胺 0.3g 左右，放于 250mL 容量瓶中，加入硼酸钠缓冲溶液定容至刻度线备用。

3.2、样品检测

游离氯含量测定：

准确称取 2g 待测样品（精确至 0.0001g），记作 m_1 ，置于滴定杯中，加水 60mL，放入转子置于滴定台开启磁力搅拌，用 10mL 25% 的硝酸溶液调节溶液的 $\text{PH} < 1$ ，插入银离子复合电极，用标定好的 0.1mol/L 的 AgNO_3 滴定液滴定至电位突越点，消耗的体积记作 V_1 。

沉淀总量的测定：

用 50mL 移液管准确移取上述 1 中定容好的待测试样，置于滴定杯中，放入转子放置于滴定台上，插入复合银离子电极，用标定用标定好的 0.1mol/L 的 AgNO_3 滴定液滴定至电位突越点，消耗的体积记作 V_2 ，同时做空白实验，空白试验消耗的硝酸银体积记为 V_0 。

3.3、仪器参数

T960 全自动滴定仪参数设置如表 1 所示：

表 1 滴定仪参数设置

滴定模式：	动态滴定	最小添加体积	0.02mL
电极平衡时间：	4s	预搅拌时间：	10s
电极平衡电位：	1mv	滴定速度：	标准
结束体积：	20mL	预滴定添加体积：	0
突跃量：	300	搅拌速度：	6

四、结果与讨论

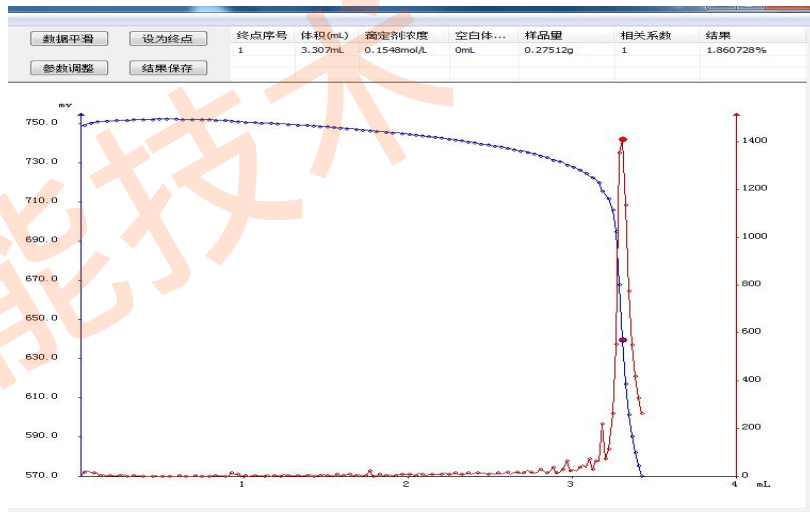
4.1、实验结果

实验单氰胺样品经测试，得到实验结果如表 2 所示：

表 2 单氰胺含量测试结果

检测指标	样品质量 g	取样量 mL	滴定液浓 (mol/L)	滴定体积 mL	空白体积 mL	含量 %
沉淀总量	0.2564	50	0.1006	12.554	0.06	-
				12.552		
				12.554		
游离氯含量	2.3970	-		0.669	-	
	2.3900			0.588		
	2.3222			0.672		
单氰胺含量						50.9308
						51.4537
						50.9308

4.2、滴定图谱



4.3、结论

本次测试的单氰胺的含量为 51.105%、RSD 值为 0.591%，结果平行性良好。

注意事项：

硼酸钠的配置：A 液：称取 3.092g 硼酸溶于 250mL 水中；B 液：称取 1g 氢氧化钠溶于 250mL 水中。A 液+B 液=1+1，摇匀。