

# 连续滴定水的 pH 值、酚酞碱度、总碱度和氯离子

## 1 前言

工业用水通常需要检测电导率、pH、硬度、碱度、氯离子等指标，采用人工测定存在工作量大、容易产生人为误差等问题。随着科学技术的发展，国际先进的检测仪器在水质检测中不断得到应用，通过对自动电位滴定仪的合理设置和参数优化，实现在一台仪器上，对同一杯水自动依次完成电导率、pH、酚酞碱度、全碱度、氯离子、硬度等多项指标的检测，并可对多个水样进行自动连续测定，不仅具有高度自动化和检测效率高的优点，而且可追溯性强，能够为实现实验室现代化管理（LIMS 系统）提供必要的技术条件。

本实验将已知浓度的相关溶液混合来模拟工业用水，实验结果表明，混合后测得的 pH、酚酞碱度、总碱度和氯离子含量与单独测试时接近，从而证明了用 T960 连续测定的可行性。

## 2 仪器与设备

### 2.1 仪器

T960 电位滴定仪、10mL 滴定管、

Hamilton pH 和银复合电极、



### 2.2 试剂

NaOH 溶液（0.1mol/L）、NaHCO<sub>3</sub> 溶液（0.1mol/L）、硫酸溶液（0.1mol/L）、

氯化钠溶液（0.02mol/L）、硝酸银溶液（0.1mol/L）

## 3 实验方法

### 3.1 实验步骤

（1）pH、酚酞碱度、总碱度

精确吸取 7mL 的 NaOH 溶液和 2mL 的 NaHCO<sub>3</sub> 溶液于滴定杯中，加入 50mL 水，混匀。

记录当前 pH 值，用硫酸溶液滴定到 pH=8.2，为酚酞碱度，再滴定至 pH=4.3，为总碱度，结束实验。

(2) 氯离子

精确吸取 10mL 氯化钠溶液，加入 50mL 水，用硝酸银溶液滴定至终点。

(3) 连续滴定 pH、酚酞碱度、总碱度、氯离子

精确吸取 7mL 的 NaOH 溶液、2 mL 的 NaHCO<sub>3</sub> 溶液和 10mL 氯化钠溶液于滴定杯中，加入 50mL 水。记录当前 pH 值，用硫酸溶液滴定到 pH=8.2，为酚酞碱度，再滴定至 pH=4.3，为总碱度。更换电极，用硝酸银溶液滴定至终点。

3.2 参数设置

(1) pH、酚酞碱度、总碱度

滴定模式：	终点滴定	搅拌速度：	6
快滴平衡时间：	2s	预搅拌时间：	5s
快滴平衡电位：	1mv	滴定速度：	标准
慢滴平衡时间：	5s	慢滴平衡电位：	1mv
快滴体积：	0.3mL	慢滴体积：	0.02mL
最小添加体积：	0.02mL	预滴定添加体积：	0mL
结束体积：	10mL	预滴定搅拌时间：	6s
滴定前平衡电位：	10mV	补液速度：	6
终点 1pH：	8.2	终点预控 pH 值：	10.0
终点 2pH：	4.3	终点预控 pH 值：	7.6
延时：	6s	相关系数：	60

(2) 氯离子

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：	8s
电极平衡电位：	1mv	滴定速度：	标准
最小添加体积：	0.02mL	预滴定添加体积：	0mL
结束体积：	10mL	预滴定搅拌时间：	6s
滴定前平衡电位：	10mV	补液速度：	6
电位突跃量：	300	预控 mV 值：	无

4 结果与讨论

4.1 结果

(1) pH、酚酞碱度、总碱度

编号	pH 值	酚酞碱度 滴定体积 ( mL )	酚酞碱度 ( mmol/L )	总碱度 滴定体积 ( mL )	总碱度 ( mmol/L )
1	12.099	6.781	12.36	8.944	16.02
2	12.110	7.001	12.76	8.924	15.99
平均值	12.10	--	12.56	--	16.01

(2) 氯离子

编号	滴定体积 ( mL )	含量 ( mg/L )	平均值
1	1.989	721.18	719.18
2	1.978	717.19	

### 3、连续滴定 pH、酚酞碱度、总碱度、氯离子

编号	pH 值	酚酞碱度 滴定体积 ( mL )	酚酞碱度 ( mmol/L )	总碱度 滴定体积 ( mL )	总碱度 ( mmol/L )	氯离子 滴定体积 ( mL )	含量 ( mg/L )
1	12.015	6.941	12.65	8.924	15.99	1.955	708.85
2	12.010	6.921	12.61	8.924	15.99	2.009	728.43
3	11.940	6.961	12.68	8.924	15.99	1.974	715.74
平均值	11.99	6.94	12.65	8.92	15.99	1.98	717.91

氯离子计算公式：

$$X = \frac{V_1 \times c \times 35.45 \times 1000}{V}$$

式中：

X --氯离子含量，mg/L；

V<sub>1</sub> --滴定样品时硝酸银溶液的消耗量，mL；

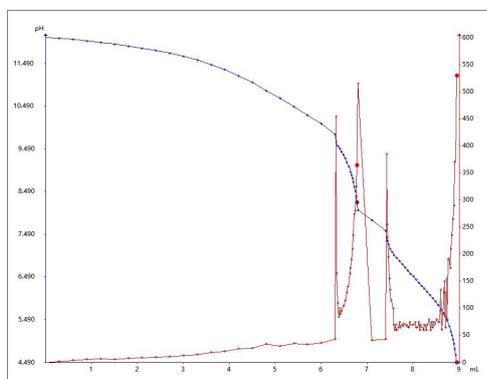
V --取样量，mL；

c --硝酸银溶液的浓度，mol/L；

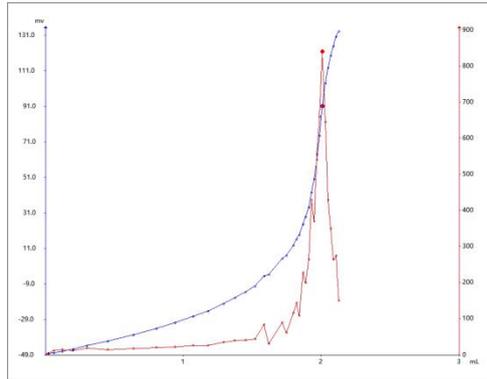
35.45 --氯的相对质量分数。

### 4.2 图谱

#### (1) 酚酞碱度、总碱度



## (2) 氯离子



### 4.3 结论

通过比对试验验证，连续电位滴定法测定自制水中 pH 值、碱度、氯化物具有准确、快捷的特点。如果在连续电位滴定法的基础上，辅助自动进样装置，可以实现多样品的自动检测。本实验的氯离子含量相对较高，可能超过了实际工业用水中的含量，但在测定低含量氯离子的其他试验中获得了不错的结果，所以推测此法应该能满足实际工业用水中氯离子的测试。

### 参考文献

GB/T 34322-2017 锅炉用水和冷却水水质自动连续测定 电位滴定法

### 注意事项

- 1、本次实验所用试剂和水，在没有注明其他要求时，均指分析纯试剂和三级水。
- 2、溶液的配制和标定参照 GB/T 601-2016。
- 3、由于本实验为终点滴定，需在实验开始前用三点校准法校准电极。
- 4、若搭配使用 T9616 自动进样器，在测完一批样品后更换银复合电极即可测定氯离子。