

## 电位滴定法测定枸橼酸钠含量

### 一、前言

枸橼酸钠是一种有机化合物，外观为白色到无色晶体。易溶于水、可溶于甘油、难溶于醇类及其他有机溶剂，它在食品、饮料工业中用作酸度调节剂、风味剂、稳定剂；在医药工业中用作抗血凝剂、化痰药和利尿药；在洗涤剂工业中，可替代三聚磷酸钠作为无毒洗涤剂的助剂；还用于酿造、注射液、摄影药品和电镀等。本次实验测定某厂家生产的枸橼酸钠含量是否达标，采用 T960 全自动电位滴定仪测按照其电位突跃点确定终点，测定其含量。

### 二、仪器与试剂

#### 2.1、仪器

T960 全自动电位滴定仪，非水 PH 复合电极，分析天平等

#### 2.2、试剂

冰乙酸，乙酸酐，0.1mol/L 高氯酸标准滴定液

### 三、实验方法

#### 3.1、实验过程：

1) 准确称取试样 0.08g (准确到 0.0001g) 置于干燥的滴定杯中，加入 40mL 冰乙酸，微热溶解试样，待降温后再加入 20mL 乙酸酐，将其放置电位滴定台上，开启搅拌，使试样完全混合均匀，插上复合电极和滴定头，启动编辑好的方法，用高氯酸 (0.100mol/L) 标准溶液滴定至电位突跃点，记下消耗滴定液标准滴定液的体积，同时做空白试验。

#### 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

滴定类型：	动态滴定	方法名：	高氯酸测定枸橼酸钠的含量
滴定管体积：	10mL	样品计量单位：	g
工作电极：	非水 PH 复合电极	参比电极：	无

搅拌速度：	7	预搅拌时间：	5s
电极平衡时间：	6s	电极平衡电位：	1mv
滴定速度：	慢	滴定前平衡电位：	6mv
最小添加体积：	0.02mL	结束体积：	20mL
预滴定添加体积：	0（也可适当设置）	最小添加体积：	0.02mL
电位突跃量：	200mV	预控 mv 值：	无
相关系数：	8.602	结果单位：	%
滴定剂名称：	高氯酸	理论浓度：	0.1(标定的浓度)

#### 四、结果与讨论

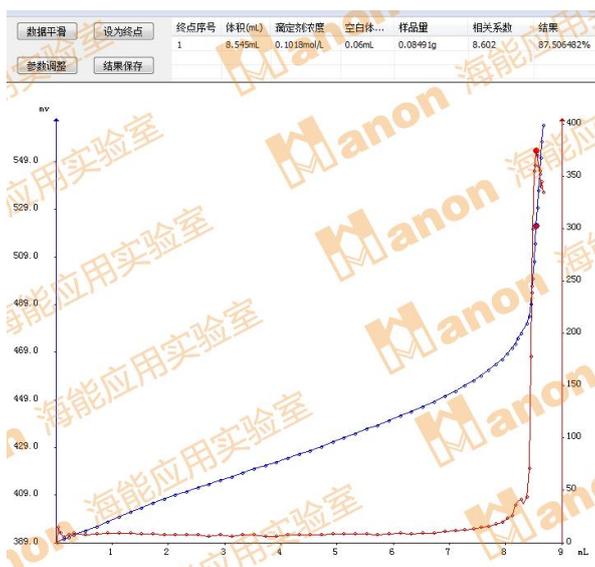
##### 4.1、实验结果

样品经测试，得到实验结果如表 2 所示：

表 2 枸橼酸钠含量测试结果

样品名称	取样量 /g	c(高氯酸)/mol/L	空白体积 V <sub>1</sub> /mL	滴定体积 V <sub>2</sub> /mL	含量/%	平均含量 /%	RSD(%)
枸橼酸钠	0.08491			8.545	<b>87.507</b>	<b>87.342</b>	<b>0.3899</b>
	0.08786			8.784	<b>86.950</b>		
	0.08295			8.355	<b>87.568</b>		
注：测试枸橼酸钠的结果在 87%，未到达 99%，证明该批样品未达标。							

##### 4.2、滴定图谱



#### 4.3、结论

本次测试通过高氯酸滴定方法测试枸橼酸钠的含量，仪器判断减少了人工误差，大大提高了实验的精度。电位滴定法是检测该类样品的不错选择。

#### 五、注意事项

1. 高氯酸滴定液的浓度受环境温度影响非常大，做滴定实验之前，建议要先标定高氯酸滴定液的浓度。

#### 参考文献

[1]中国药典 2020 版第二部[M].