

含氯消毒剂的碘量法分析

刘文光 李云芝 孙福强 胡自江 石瑞常

(山东省蚕业研究所 264002)

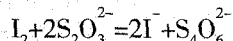
含氯消毒剂是指溶于水中可产生次氯酸的化合物的总称。本类药物又可分为无机与有机含氯消毒剂。目前常用的含氯消毒剂原药主要有漂白粉、漂白粉精、防消散、优氯净、三氯异氰尿酸、氯化磷酸三钠、次氯酸钠。含氯消毒剂的杀菌作用是由于次氯酸分子小,不带电荷,可以通过细胞壁侵入细胞内与菌体蛋白质(含酶类)结合使其变性致死,从而起杀菌作用。由于此类药物的杀菌作用主要是由次氯酸所致,因此其使用剂量一般按药物的有效氯含量计算。也就是说,含氯消毒剂的分析主要是测定其有效氯的含量。碘量法测定有效氯,分析结果准确度高,便于操作。本文就碘量法测有效氯作一简要分析。

1 碘量法简介

碘量法是利用 I_2 的氧化性和 I^- 的还原性来进行滴定的方法。固体 I_2 在水中溶解度很小且易于挥发,通常将 I_2 溶解于KI溶液中,此时它以 I_3^- 络离子形式存在,其半反应为:

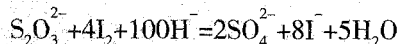


碘量法可分直接碘量法和间接碘量法两种滴定方式。含氯消毒剂的测定主要使用间接碘量法,为此本文只介绍间接碘量法。间接碘量法(又称滴定碘法)在一定条件下,用 I^- 还原电位置比 $E^0(I_3^-/I^-)$ 大的氧化性物质,反应定量地析出 I_2 ,然后用 $Na_2S_2O_3$ 标准溶液滴定析出的 I_2 的方法。其基本滴定反应为:



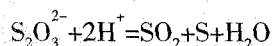
此反应很迅速,而且是化学计量的,但必须在中性或弱酸性溶液中进行。

在碱性溶液中, I_2 与 $Na_2S_2O_3$ 将发生下列副反应:

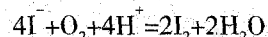


而且 I_2 在碱性溶液中会发生歧化反应。

在强酸性溶液中, $Na_2S_2O_3$ 溶液会发生分解反应:



同时, I^- 在酸性溶液中,容易被空气中的 O_2 氧化:



光线能促进 I^- 被空气中的 O_2 氧化。

在滴定碘法中,为使待测的氧化性组分与KI反应完全,常需要较高的酸度。因此,当该反应完全后必须用水冲稀,或加入适当的缓冲剂,以降低溶液的酸度,以适应滴定反应的要求。

2 以二氯异氰尿酸为例具体说明其分析方法

2.1 仪器与试剂 ①试剂: $Na_2S_2O_3$ 标准溶液 [称取26g硫代硫酸钠($Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O$,分析纯)溶于1000mL水中,缓缓煮沸10min,冷却,放置两周后滤过,用基准试剂 $K_2Cr_2O_7$ 标定];0.5%淀粉指示剂;碘化钾,分析纯;稀醋酸(取冰醋酸60mL加水稀释至1000mL)。②仪器:FA1004上皿电子天平;250mL碘量瓶;10mL量筒;100mL量筒;25mL碱式滴定管。

2.2 步骤 称取样品0.1g(准确至0.1mg)于250mL碘量瓶中,加水100mL振摇使溶解;加碘化钾2.0g轻轻振摇使溶解;加稀醋酸10mL摇匀,密塞,在暗处置10min,再用硫代硫酸钠标准溶液滴至黄色;加入淀粉指示2mL,继续滴至蓝色消失。每1mL硫代硫酸钠标准溶液(0.1mol/L)相当于3.545mg的有效氯(Cl₁)。

2.3 结果计算

$$\text{有效氯} = \frac{CV \times 3.545}{M \times 1000 \times 0.1} \times 100\%$$

式中:C—— $Na_2S_2O_3$ 标准溶液的浓度(mol/L)

V——所消耗硫代硫酸钠标准溶液体积(mL)

M——称取样品的质量(g)

2.4 注意事项

2.4.1 碘量法的误差来源主要有两个方面:一是 I_2 易挥发;一是 I_2 在酸性溶液中容易被空气中的 O_2 氧化。为此应采取适当的措施,以保证分析结果的准确度。

防止 I_2 挥发的方法:①加入过量的KI(一般比理论值大2~3倍),由于生成 I_3^- ,可减少 I_2 的挥发;②反应

全面净化环境 提高防微效果

苏政荣 罗大明

(重庆市西里蚕种场 400707)

家蚕微粒子病是一种毁灭性蚕病,它有经口食下传染和经卵胚种传染两种途径,但必须先有食下传染才能显现其胚种传染的特点。因此,在通过母蛾检查、补正检查、预知检查等手段淘汰带毒原(母)种而控制胚种传染的前提下,严防食下传染是预防微粒子病的关键。而蚕儿随桑叶食下微粒子孢子致病是食下传染的主要途径。比如带毒的蚕粪污染桑叶,野外昆虫患有微粒子病污染桑叶,各龄用桑接触到被微粒子孢子污染的蚕具、饲养人员的手、养蚕用水等均可使蚕食下微粒子孢子而感染致病。由此可见,全面净化生产生活环境、桑园环境、饲养环境和原蚕区环境,消灭微粒子病原是种场控制微粒子病的根本措施。

1 净化场区环境

时溶液温度不能高,一般在室温下进行;③滴定开始时不要剧烈摇动溶液,要轻摇、慢摇,但一定要摇匀,否则局部过量的 $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 会自行分解。当 I_2 的颜色已经很浅,并且加了淀粉以后,则应充分剧烈摇动。最好使用带有玻塞的锥形瓶(碘瓶或碘量瓶)。

防止 I^- 被空气中氧气氧化的方法:①在酸性溶液中,用 I^- 还原氧化剂时,应避免阳光照射(可用棕色瓶贮存 I^- 的标准溶液);② Cu^{2+} 、 NO_2^- 等将催化空气对 I^- 的氧化,应设法消除干扰;③析出 I_2 后,一般应立即用 $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 溶液滴定;④滴定速度应适当快些。

2.4.2 在滴定碘法中,为使待测的氧化性组分与 KI 反应完全,常需要较高的酸度。因此在本法中加入稀醋酸10mL,若被测样品是显碱性的,应加入冰乙酸或3mol/L的盐酸。

2.4.3 滴定碘法中要注意, KI 与待测氧化性物质的反应速度一般很慢,为使反应完全,加入后 KI 要放置一段时间,但放置时间不能过长。随后立即用 $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 溶液滴定,否则过量的 KI 将被空气中氧气氧化成 I_2 。放置时要避光,置于暗处,瓶口要加塞。但若

1.1 环境绿化要与防微相结合 据普查,场区内和桑园周围的树木花草、农作物的鳞翅目昆虫带有微粒子孢子,这些昆虫既是桑园的虫源又是家蚕微粒子病原的传播者。场区应淘汰易被鳞翅目昆虫为害的树木,如竹子、万年青等。场区环境绿化应尽量采用不易被鳞翅目昆虫为害的树木和花草,并定期进行治虫和消毒处理,非绿化地面特别是蚕室周围的地面应硬化,便于消毒防病。

1.2 建立清洁卫生责任制度 将场区的生产、生活环境及其它公共环境区域化责任化,实行清洁卫生包干责任制。场区、生活区及桑园内禁止员工种植蔬菜和饲养鸡、鸭、狗、鸽子等家禽家畜,并定期进行监督检查。每季养蚕前、制种结束后,要用1%的漂白粉液进行全场环境消毒,杀灭微粒子病原。养蚕

是 KIO_3 与 KI 作用时,不需要放置应及时进行滴定。

2.4.4 用 $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 滴定 I_2 时,要等滴至 I_2 的黄色很浅时再加淀粉,然后再滴至蓝色消失。过早加入淀粉,它与 I_2 形成的蓝色络合物会吸留部分 I_2 ,往往会使终点提前且不明显。

2.4.5 当滴定至终点后,经过5min以上,溶液又出现蓝色,这是由于空气氧化 I^- 所引起的,不影响分析结果。若滴定至终点后很快又转变为蓝色,表示反应未完全(即 KI 与氧化剂的反应),应另取溶液重新滴定。

2.4.6 用淀粉做指示剂时,需注意其使用的介质条件。它在弱酸性溶液中灵敏度很高,显蓝色。 $\text{pH} < 2$ 时,淀粉水解成糊精,与 I_2 显红色; $\text{pH} > 9$ 时, I_2 变成 IO_3^- 而不显色。若有醇类存在,显色灵敏度会降低,在50%乙醇中则不显色,溶液中有大量电解质与淀粉结合,或溶液温度升高等均会使指示剂的灵敏度降低。

2.4.7 碘滴定法中,碘标准溶液应装入棕色酸式滴定管中。贮存时也需注意不能接触橡皮之类的有机物,试剂瓶应用玻璃塞。