

电位滴定法测定硫代二丙腈的含量

1 前言

硫代丙二腈又叫硫代二丙腈，是一种有机中间体，可用于制备硫代二丙酸，可用于实验室研发过程和化工医药合成过程中；也可用于合成橡胶和聚烯烃树脂。其含量对其品质有非常重要的意义。该方案通过溴酸钾-溴化钾滴定其含量，该方案的优点是实验流程简单，耗时少，且避免了人工判断终点带来的主观误差，是检测该类药品含量的不错选择。

2 仪器与设备

2.1 仪器

T960 电位滴定仪，复合铂电极。

2.2 试剂

溴酸钾-溴化钾滴定液溶液 (0.1 mol/L)、冰醋酸、浓盐酸。

3 实验方法

3.1 实验步骤

1. 溴酸钾-溴化钾滴定液的配制及标定：

配制：准确称取 2.784g 溴酸钾和 10g 溴化钾，加入 500mL 去离子水溶解，定容至 1000 mL，

标定：用 2mL 移液管准确移取 2mL 溴酸钾-溴化钾溶液于滴定杯中，加入 50mL 去离子水，加入 3mL 浓盐酸，和 5g 碘化钾，溶解暗处静置 5min，放于滴定台上，滴定至电位突越终点，记录滴定体积，同时做空白试验，计算其浓度。

2. 硫代二丙腈含量测定：

准确称取 0.2g 试样 (精确至 0.0001g) ,置于滴定杯中 , 加 30mL 冰醋酸溶解试样 , 再加入 20mL 的去离子水 , 加 3mL 浓盐酸 , 放于滴定台开启搅拌 , 使其完全混合均匀 , 用标定的**溴酸钾-溴化钾滴定液**滴定至突跃终点 , 记下终点体积。

3.2 参数设置

滴定模式 :	动态滴定	搅拌速度 :	5
电极平衡时间 :	10s	预搅拌时间 :	8s
电极平衡电位 :	1mv	补液速度 :	5
最小添加体积 :	0.03mL	预滴定添加体积 :	15mL
结束体积 :	30mL	预滴定后搅拌时间 :	30s
电位突跃量 :	150	预控 mv 值 :	700

4 结果与讨论

4.1 实验结果

1. 溴酸钾-溴化钾滴定液浓度的标定:

样品名称	硫代硫酸钠 浓度 (mol/L)	取样量 (mL)	滴定体积 V_1 (mL)	空白体积 V_0 (mL)	浓度 (mol/L)	平均浓度 (mol/L)	RSD(%)
溴酸钾-溴化 钾	0.1017	2	2.187	0.04	0.10917	0.1113	2.2129
			2.219		0.11080		
			2.282		0.11401		

2. 硫代二丙腈含量的测定 :

样品名称	c(溴酸钾-溴化钾) (mol/L)	取样量 (g)	滴定体积 V ₁ (mL)	空白体积 V ₀ (mL)	浓度 (mol/L)	平均浓度 (mol/L)	RSD(%)
硫代二丙腈反应液	0.1113	0.1958	28.083	0.12	82.822	82.462	0.445
		0.1904	27.074		82.098		
		0.1808	25.796		82.358		
硫代二丙腈原液		0.1845	26.692		83.522	83.514	0.1212
		0.1550	22.413		83.409		
		0.1641	23.779		83.611		

计算公式：

$$w = \frac{(V_1 - V_0) \times c \times M}{20m}$$

式中：

m 是称取试样的质量，单位 g;

V₁ 是消耗滴定剂的量，单位 mL;

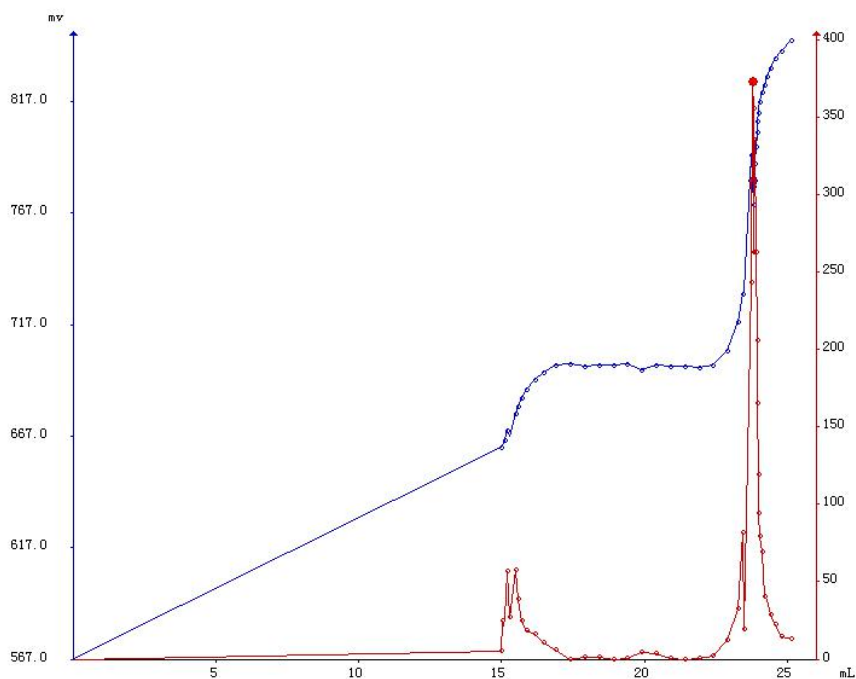
V₀ 是空白体积，单位 mL;

c 是滴定液的浓度

M 是硫代二丙腈的相对分子质量

4.2 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	23.779mL	0.11133mol/L	0mL	0.1641g	5.2105	84.057528mo
参数调整	结果保存							



4.3 结论

用 T960 全自动电位滴定仪测定硫代二丙腈的含量的结果重复性较好，测定结果都在其标准范围内，且 $RSD \leq 0.5\%$ ，T960 全自动电位滴定仪是完全满足该样品测定需求的。