

电位滴定法测定乙醛酸的含量

1 前言

乙醛酸作为最简单的具有醛和羧酸官能团的醛酸，其衍生品种已达数十种，在香料、皮革、塑料、涂料、着色、农药、食品添加剂、有机生化等多领域得到广泛的应用。但是它是强腐蚀性酸，可腐蚀除某些不锈钢合金外的大部分金属品。因此如何高效快速的检测其含量是生产厂家非常关心的问题。本方案是利用 T960 全自动电位滴定仪，利用过量的碘溶液和乙醛酸反应，再用硫代硫酸钠溶液去滴定剩余的碘溶液的方法测定其含量，该方案实验流程简单，耗时少，且避免了人工判断终点带来的主观误差，是检测其含量的优先选择。

2 仪器与设备

2.1 仪器

T960 全自动电位滴定仪，复合铂电极。

2.2 试剂

碘标准溶液（0.05 mol/L），硫代硫酸钠滴定液（0.1 mol/L），氢氧化钠溶液（1mol/L）

硫酸溶液（0.5mol/L），去离子水。

3 实验方法

3.1 实验步骤

1) 试样的制备

准确称取待测的乙醛酸样品 0.5g，加入 100mL 的容量瓶中，用水定容至刻度线，待测。

2) 滴定过程

用 10mL 移液管准确移取稀释好的试样置于滴定杯中，加入 10mL 1mol/L 的氢氧化钠溶液，静置 2min，再用 20mL 移液管准确移取 20mL 0.05mol/L 的碘标准溶液，密闭静置 5min，再加入 25mL 0.5mol/L 的硫酸溶液，用标定好的 $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 溶液滴定至电位突越终点，记下滴定体积，进行后续计算。

3.2 参数设置

滴定模式：	动态滴定	搅拌速度：	6
电极平衡时间：	4s	预搅拌时间：	1s
电极平衡电位：	1mv	补液速度：	6
最小添加体积：	0.02mL	预滴定添加体积：	0mL
结束体积：	200mL	预滴定后搅拌时间：	1s
电位突越量：	500	预控 mv 值：	无

4 结果与讨论

4.1 实验结果

样品名称	样品编号	滴定液浓度 (mol/L)	取样量 (g)	滴定体积 V_1 (mL)	空白体积 V_0 (mL)	含量 (%)	平均值 (%)	RSD(%)
乙醛酸	1	0.1019	0.52441	3.213	10.008	48.4381	48.4091	0.1062
	2			3.355		47.8282		
	3			3.255		49.5393		
	1	0.58940	0.58940	2.383		48.7050	48.4052	0.5051
	2			2.454		48.2885		
	3			3.445		48.3127		

计算公式：

$$X = \frac{(V_0 - V_1) \times c \times 0.037}{m \times \frac{10}{100}} \times 100\%$$

式中：

V_0 是空白实验消耗的硫代硫酸钠的体积，单位 mL；

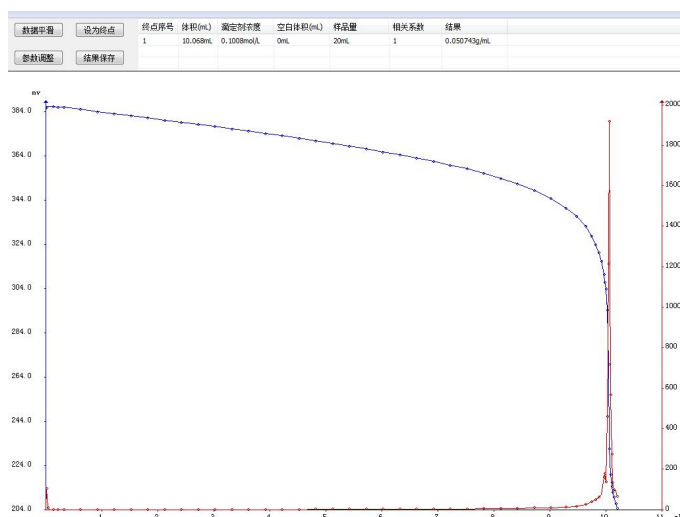
V_1 是试样消耗的硫代硫酸钠的体积，单位 mL；

c 是硫代硫酸钠滴定液的浓度，单位 mL；

m 是称取试样的质量，单位 g；

0.037 是乙醛酸的换算系数

4.2 图谱



4.3 结论

用 T960 全自动电位滴定仪测定乙醛酸的含量结果重复性较好，测定结果都在其标准范围内，因此 T960 全自动电位滴定仪是完全满足该样品测定需求的。

注意事项：

碘溶液作为和乙醛酸反应的物质，需保证加入量精确而且保证过量。

