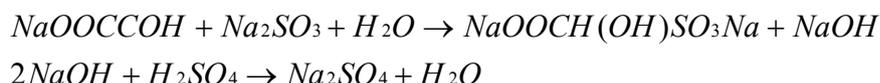


电位滴定法测定乙醛酸的含量

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、医学造纸、皮革、塑料、涂料、着色、农药、食品添加剂、有机、生化等多领域均有涉及。但作为强腐蚀性酸，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。该方案是利用 T960 全自动电位滴定仪，利用酸碱滴定反应来测定含量，原理如下：



多模块加液，避免了更换滴定液的繁琐步骤，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 PH 电极。

2.2 试剂

NaOH 标准滴定液（0.3mol/L），H₂SO₄ 标准滴定液（0.2 mol/L），无水亚硫酸钠（126 g/L）。

3 实验方法

3.1 实验步骤

1.准备工作：

1) 配制好 0.3mol/L 的 NaOH 滴定液和 0.2mol/L 的 H₂SO₄ 滴定液分别用烘干后的邻苯

二甲酸氢钾和无水碳酸钠进行标定。

2) 用 PH=4.01、6.86、9.18 的缓冲液校对 PH 电极，以备后续测试。

3) 配制 126g/L 的无水亚硫酸钠溶液：取 12.6g 无水亚硫酸钠溶于 100mL 容量瓶中，定容至刻度线。将配制好的亚硫酸钠溶液，用标定好的 H₂SO₄ 滴定液滴定至 PH=8.2 以待后续测试。

2. 滴定过程：

1) 准确称取 0.5g 乙醛酸试样（精确至 0.0001g），置于滴定杯中，量取 50mL 去离子水，待溶液混合均匀后，启动方法一用第一个滴定单元使用 NaOH 滴定液滴定至 PH=10，再启动方法二用第二个滴定单元使用硫酸溶液滴定至 PH=8.2。

2) 滴定完成后，取下滴定杯，量取 10mL 滴定至 PH=8.2 的亚硫酸钠溶液，加入滴定杯中，然后把滴定杯置于搅拌台上，启动方法二用第二个滴定单元使用硫酸溶液将**混合试样**滴定至 PH=8.2，测试完成。

3.2 参数设置

方法一：

滴定模式	终点滴定	滴定前平衡电位	6mV
搅拌速度	7	结束体积	20mL
快滴体积	0.5mL	慢滴体积	0.01mL
快滴电位平衡时间	4s	快滴平衡电位	1mV
慢滴电位平衡时间	4s	慢滴平衡电位	1mV
滴定终点	9.3	预控值	9.8 (延时 15s)

方法二：

滴定模式	终点滴定	滴定前平衡电位	6mV
------	------	---------	-----

搅拌速度	7	结束体积	20mL
快滴体积	0.5mL	慢滴体积	0.01mL
快滴电位平衡时间	4s	快滴平衡电位	1mV
慢滴电位平衡时间	4s	慢滴平衡电位	1mV
滴定终点	9.3	预控值	9.8 (延时 15s)

4 结果与讨论

4.1 实验结果

样品名称	样品编号	c(H ₂ SO ₄) (mol/L)	取样量 (g)	滴定体积 V ₁ (mL)	含量 (%)	平均值 (%)	RSD(%)
乙醛酸	1	0.2005	0.45659	15.410	50.1022	49.953	0.2908
	2		0.51198	17.200	49.812		
	3		0.50410	16.960	49.945		

计算公式：

$$X = \frac{c(1/2H_2SO_4)V \times 0.07404}{m} \times 100\%$$

式中：

c 是 (1/2H₂SO₄) 标准溶液的浓度，单位 mol/L;

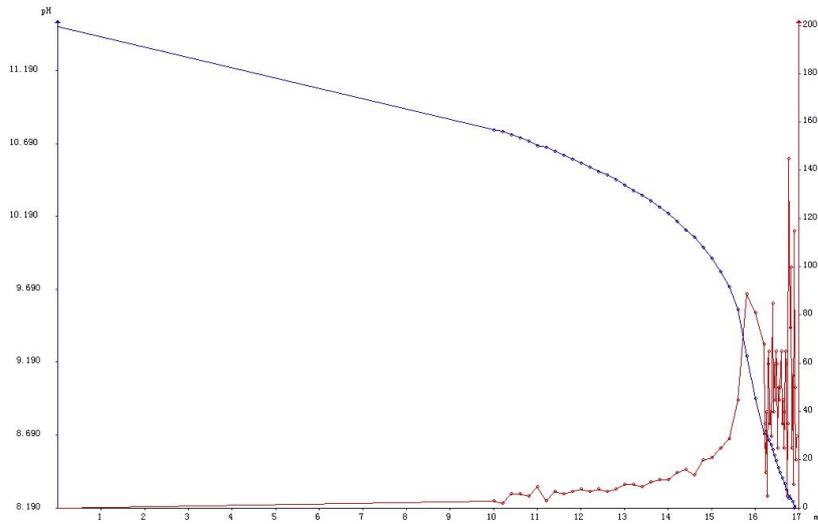
V 是消耗 H₂SO₄ 滴定剂的体积，单位 mL;

m 是称取试样的质量，单位 g;

0.07404 是每毫摩尔乙醛酸的质量，单位 g/mmol

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	16.960mL	0.2005mol/L	0mL	0.5041g	7.404	49.944761%
参数调整	结果保存							



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，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：

1. 终点是滴定到确定的某个 PH 值，所以实验前必须先用缓冲溶液校对电极。
2. 保证加入的中性亚硫酸钠溶液过量。