

电位滴定法测定碳酸亚乙烯酯中游离氯的含量

一、前言

碳酸亚乙烯酯，又称 1,3-二氧杂环戊烯-2-酮，是一种无色透明液体。主要用做锂离子电池新型有机成膜添加剂与过充电保护添加剂，还可作为制备聚碳酸亚乙烯酯的单体。本实验根据 GB/T 27801-2011 碳酸亚乙烯酯中游离氯的测定方法，采用 T960 全自动电位滴定仪按照其电位突跃点确定终点，测定其氯离子的含量。

二、仪器与试剂

2.1、仪器

T960 全自动电位滴定仪，银复合电极，分析天平，100mL 容量瓶等

2.2、试剂

丙酮，0.01mol/L 硝酸银-乙醇溶液，25%的硝酸溶液

三、实验方法

3.1、实验过程：

准确称取一定质量的待测样品（精确至 0.0001g）于滴定杯中，加入 50mL 丙酮，和 0.2mL 25%的硝酸溶液，放置于搅拌台上，将复合银电极浸入溶液中，开启搅拌，搅拌均匀后，启动编辑好的方法，点击开始滴定，用标定的 0.0mol/L 的硝酸银-乙醇标准溶液滴定样品，滴定至电位突跃终点，记下终点体积。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

| | | | |
|---------|------|----------|--------|
| 滴定模式： | 动态滴定 | 最小添加体积 | 0.02mL |
| 电极平衡时间： | 4s | 预搅拌时间： | 5s |
| 电极平衡电位： | 1mv | 滴定速度： | 标准 |
| 结束体积： | 20mL | 预滴定添加体积： | 0 |

| | | | |
|----------|-----|----------|-----|
| 突跃量: | 500 | 搅拌速度: | 6 |
| 预控 mv 值: | 无 | 滴定前平衡电位: | 6mv |

四、结果与讨论

4.1、实验结果

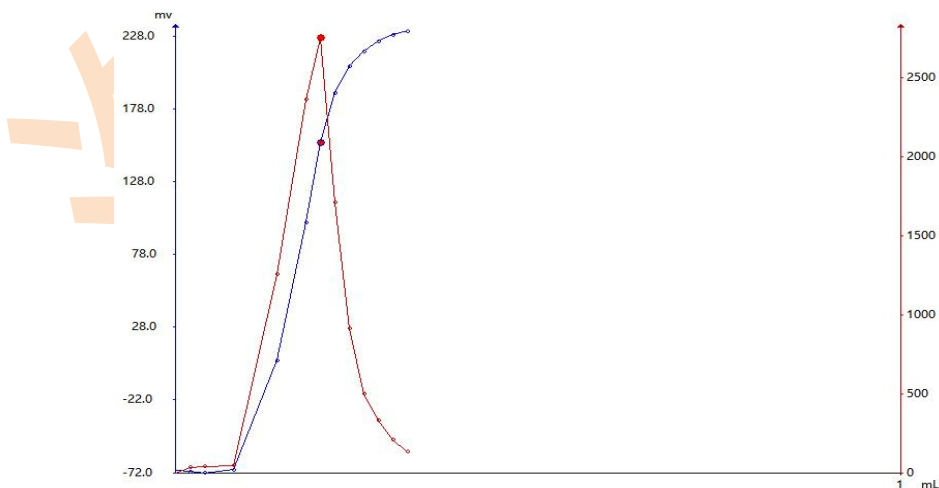
样品经测试，得到实验结果如表 2 所示：

表 2 游离氯含量测试结果

| 样品名称 | 样品质量 /g | c(AgNO ₃) /mol/L | 滴定体积 /mL | 氯离子含量 / (mg/kg) | 平均值 |
|------------|---------|------------------------------|----------|-----------------|--------|
| 空白 | / | 0.01 | 0.14 | / | / |
| 碳酸亚 乙烯酯 | 1.2665 | | 0.200 | 16.794 | 15.210 |
| | 1.3361 | | 0.200 | 15.920 | |
| | 1.1002 | | 0.180 | 12.889 | |

4.2、滴定图谱

| 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 |
|--------------------------|--------------------------|------|--------|-----------|----------|---------|-------|----------------|
| <input type="checkbox"/> | <input type="checkbox"/> | 1 | 0.200 | 0.01mol/L | 0.14 | 1.2665g | 35450 | 16.794315mg/kg |
| <input type="checkbox"/> | <input type="checkbox"/> | | | | | | | |



4.3、结论

本次测试的有机氯的含量 15.210mg/kg、对于微量有机氯的测定，仪器判断减少了仪器误差，大大提高了实验的精度。

参考文献：

[1] GB/T 27801-2011 碳酸亚乙烯酯[S].

海能技术