

电位滴定法测定硫酸、乳酸、草酸混合酸含量

1 前言

在生产过程中，常常产生一些混合的成分复杂的混合溶液，溶液通常由一些混酸或混碱溶液构成，如何合适的方式去分析这些溶液，那么对于其中的成分进行差异分析，以便于选择合适的方法分析溶液的成分，这里我们提供了一个硫酸、乳酸、草酸的混合溶液含量分析的方法。

本方法采取分段氧化+酸碱联合滴定的方法，利用草酸和乳酸在酸性和碱性都能被高锰酸钾氧化，乳酸在酸性条件下只能被氧化到乙酸，在碱性条件下可以进一步氧化到水和二氧化碳的反应机理，利用二者差距计算出草酸、乳酸含量，最后在用酸碱滴定，测出总酸含量，进而得出硫酸含量。

该方法大大提升了操作的安全性，减少人员与试剂的接触时间，滴定效率大大提升，同时也提高了检测的精度。

2 仪器和试剂

2.1 仪器

T960 全自动电位滴定仪，PH 复合电极，高温氧化还原电极，10mL 滴定管。

2.2 试剂

NaOH (10%) ，KMnO₄ (0.1mol/L) ，H₂SO₄ (2:5) ，Na₂C₂O₄(0.1mol/L) ，NaOH(0.1mol/L)。

3 实验方法

3.1 实验步骤

1) 碱中分析(氧化)：



准确移取混酸溶液 1mL 于滴定杯中，加入 NaOH (10%) 10mL，0.1MKMnO₄ 标准溶液 7.5mL，加水 20mL，封口，在 50℃ 恒温水浴锅中保温 30min，取出水冷后，加入 2:5H₂SO₄ 溶液 7.5mL，摇匀。2~3 分钟加 0.1MNa₂C₂O₄ 标准溶液 7.5mL，在水浴上加热至 70~80℃，待电位稳定后，用 0.1mol/L 的 KMnO₄ 标准溶液滴定至终点。平行试验 3 次。

2) 酸中分析 (氧化) :

准确移取混酸溶液 1mL 于滴定杯中，加水 50mL，加入 2:5H₂SO₄ 溶液 2.5mL，0.1MKMnO₄ 标准溶液 5mL，迅速在水浴锅上煮沸 5 分钟，取下稍冷，加 0.1MNa₂C₂O₄ 标准溶液 5mL，立即用 0.1mol/L 的 KMnO₄ 标准溶液滴定至终点。平行试验 3 次。

3) 硫酸分析 (酸碱中和) :

准确移取酸混合液 10mL 于 100 毫升容量瓶中，并稀释至刻度，取此稀释液 5mL 于滴定杯中，加水 50 毫升，用 0.1MNaOH 标准溶液滴定至终点。平行试验 3 次。

3.2 仪器参数

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 :	10s
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 :	0mL
电位突跃量 :	150	滴定前平衡电位 :	10mv

4 结果与讨论

4.1 实验数据

1) 酸、碱中分析 :

样品名称	滴定液浓度 (mol/L)	取样量 (mL)	滴定体积 V1 (mL)	滴定体积 V2 (mL)	乳酸含量 (%)	草酸含量 (%)
酸混合液	0.1030	1	12.171	9.869	0.26	6.21
			11.813	9.908	0.21	6.24
			11.520	9.618	0.21	6.06

2) 硫酸分析：

样品名称	滴定液浓度 (mol/L)	取样量 (mL)	滴定体积 (mL)	硫酸含量 (%)
酸混合液	0.097	5	22.158	5.75
			22.239	5.70
			22.198	5.82

4.2 计算公式

$$m_{\text{乙酸}} = \frac{(V_1 - V_2) \times C \times M_{\text{乙酸}} \times 1000}{8000V_0}$$

$$m_{\text{乳酸}} = \frac{m_{\text{乙酸}} \times M_{\text{乳酸}} \times 1000}{M_{\text{醋酸}}}$$

$$V_{\text{乳酸}} = \frac{m_{\text{乳酸}} \times V_0}{22.5C}$$

$$V_{\text{草酸}} = \frac{C \times (V_2 - V_{\text{乳酸}}) \times M_{\text{二水合草酸}} \times 1000}{2000V_0}$$

其中：

V_0 ---吸取试样体积 1 毫升，单位为毫升（mL）；

V_1 ---碱中分析消耗体积，单位为毫升（mL）；

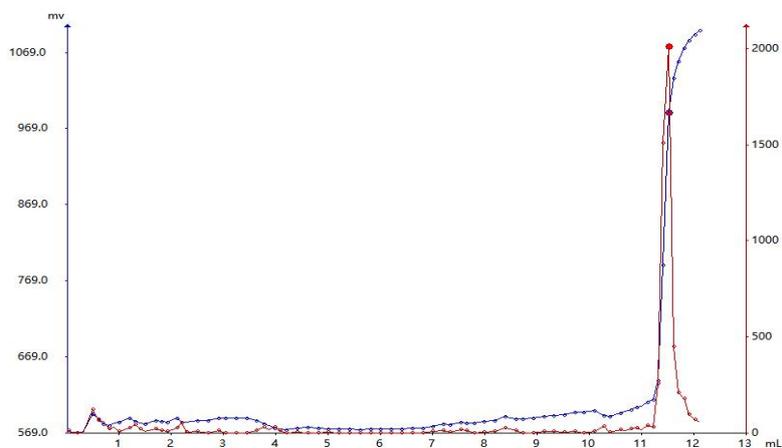
V_2 ---酸中分析消耗体积，单位为毫升（mL）；

C ---高锰酸钾标准滴定溶液的浓度，单位为摩尔每升（mol/L）。

4.3 滴定图谱

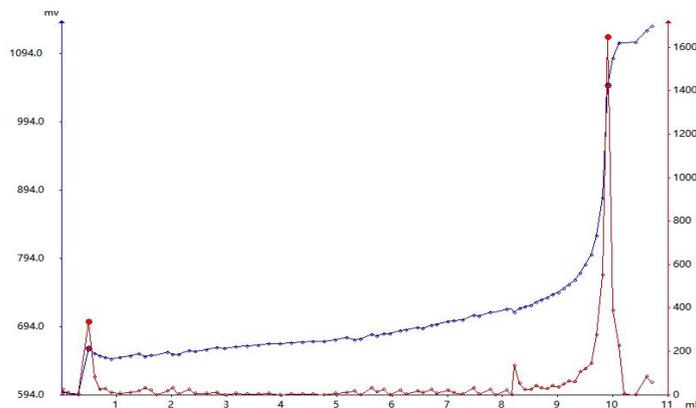
(1) 碱中分析：

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	11.520	0.1030mol/L	0	1mL	1	1.186560mol/L
参数调整	结果保存							



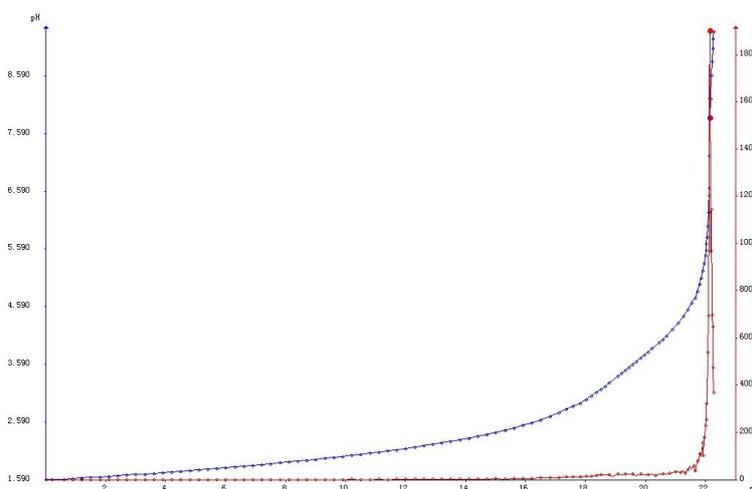
(2) 酸中分析：

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="button" value="数据平滑"/>	<input type="button" value="设为终点"/>	1	0.500	0.1030mol/L	0	2mL	1	0.025750mol/L
<input type="button" value="参数调整"/>	<input type="button" value="结果保存"/>	2	9.908	0.1030	0	2mL		0.000000



(3) 总酸分析：

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="button" value="数据平滑"/>	<input type="button" value="设为终点"/>	1	22.158mL	0.10mol/L	0mL	1mL	1	2.215800%
<input type="button" value="参数调整"/>	<input type="button" value="结果保存"/>							



4.4 结论

用电位滴定法测定硫酸、乳酸、草酸混合溶液中各成分，数据重复性良好，结果准确，增加了人员操作的安全性，降低了外界条件对实验的干扰，增加了实验的可行性。

参考文献

[1] 《硫酸、草酸、乳酸混酸体系阳极氧化溶液化学分析方法》.[S]