

电位滴定法测定对甲苯磺酸含量

一、前言

对甲苯磺酸是染料、医药、荧光增白剂及功能材料合成中用量最大的芳香磺酸中间体之一。其分子中的磺酸基 ($-\text{SO}_3\text{H}$) 既决定了水溶性和反应活性, 又直接影响后续重氮化、偶合及缩合反应的收率与色光。因此, 生产中控和成品检验均要求快速、准确地测定对甲苯磺酸含量。

本方法采用钙离子选择电极实现电位滴定, 通过 EDTA 和金属离子的络合滴定反应, 间接的计算出溶液中对甲苯磺酸含量。

二、仪器与试剂

2.1、仪器

T960 电位滴定仪, 非水 pH 复合电极。

2.2、试剂

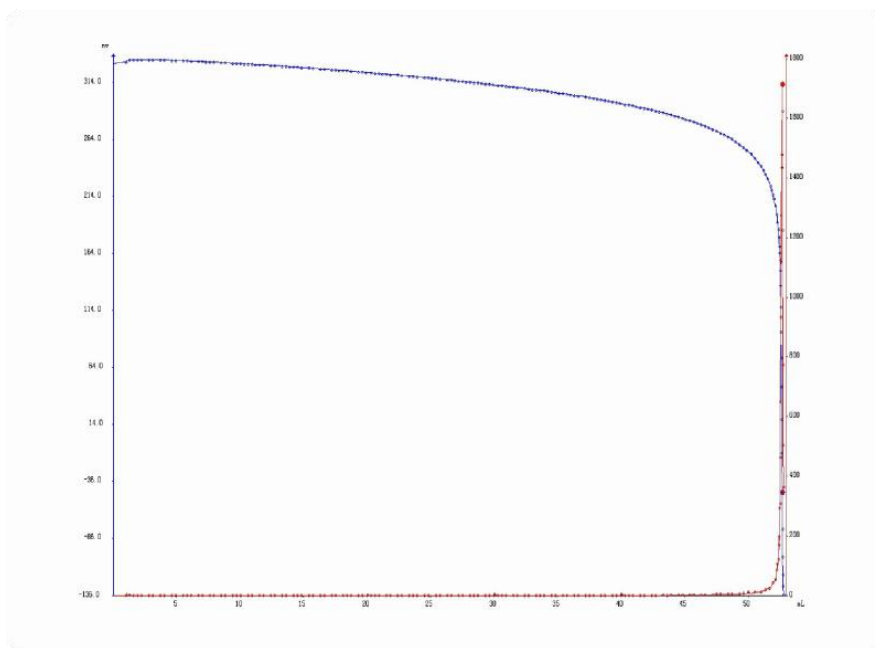
氢氧化钠滴定液 (0.1mol/L)。

三、实验方法

3.1、对甲基苯磺酸含量测试

用移液管准确移取样品溶液 1mL 放入滴定杯中, 加入纯水 50mL, 开启搅拌, 搅拌均匀后, 用 pH 复合电极为工作电极, 用 0.1mol/L 的氢氧化钠标准滴定液滴定至突跃点出现。

3.3、滴定图谱



3.3、仪器参数

仪器参数设置见下表:

滴定类型:	动态滴定	方法名:	对甲基苯磺酸含量测定
滴定管体积:	10mL	样品计量单位:	g
工作电极:	pH 复合电极	参比电极:	无
搅拌速度:	5	预搅拌时间:	30s
电极平衡时间:	4s	电极平衡电位:	1mv
滴定速度:	标准	滴定前平衡电位:	6mv
最小添加体积:	0.02mL	结束体积:	50mL
滴定剂名称:	氢氧化钠	理论浓度:	0.1
第一终点突跃量:	300	计算公式:	$(V1-V0) * C * 172.20 / V$

四、结果与讨论

4.1、实验结果

样品	取样量 /mL	滴定液浓 度(mol/L)	滴定体 积/mL	含量%
1	1	0.1021	46.124	81.09
			46.131	81.11
			46.128	81.10
2			5.145	9.05
			5.137	9.03
			5.144	9.04
3			46.168	81.17
			46.156	81.15
			46.159	81.15

4.2、结论

本实验采用 T960 全自动电位滴定仪，以 pH 复合电极为工作电极，氢氧化钠标准溶液为滴定剂，通过动态滴定模式测定对甲苯磺酸含量。实验结果表明，该方法滴定曲线突跃明显，仪器可自动识别终点，具有良好的重复性和准确性，三次平行测定结果稳定，适用于对甲苯磺酸含量的快速检测。该方法操作简便、效率高，适合用于染料、医药等行业中对甲苯磺酸的生产中控与成品质量检验，具有较好的推广应用价值。

参考文献

[1] HG/T5716-2020 甲基磺酸硫酸混合液.[s]