

电位滴定法测定硫酸乙烯酯的酸值含量

1 前言

硫酸乙烯酯是一种化学物质，分子式是 $C_2H_4O_4S$ ，它主要应用于锂离子电池电解液的添加剂，其作用在于抑制电池初始容量的下降，增大初始放电容量，减少高温放置后的电池膨胀，提高电池的充放电性能及循环次数。因此对其酸性有明确的要求，若酸性较高会影响电池电解液中的氧化还原反应，导致电池性能下降。本实验采用酸碱滴定的原理测定其酸值含量，实验过程操作简单，数据重复性较好。

2 仪器与设备

2.1 仪器

T960 电位测定仪，复合 PH 电极。

2.2 试剂

三乙胺-碳酸二甲酯滴定液（0.1 mol/L），碳酸二甲酯。

3 实验方法

3.1 实验步骤

3.1.1. 标定三乙胺-碳酸二甲酯滴定液：

1) 准确称取 2.5g 三乙胺（精确至 0.0001g），溶于碳酸二甲酯中，定容至 500mL，摇匀，备用。

2) 准确称取苯甲酸 0.05g（精确至 0.0001g），加入 30mL 碳酸二甲酯溶解，后加入 20 mL 去离子水，置于滴定台上，开启搅拌，插入电极，用三乙胺-碳酸二甲酯滴定液滴定至电位突跃终点，记下滴定体积，同时做空白试验，计算滴定液的浓度。

3.1.2. 硫酸乙烯酯酸值的测定：

准确称取试样 2.5g (精确至 0.0001g) 置于滴定杯中，加入 50mL 碳酸二甲酯溶解试样，使其没过电极，开启搅拌，启动软件，开始滴定至电位突越终点，记下滴定体积，同时做空白实验。

3.2 参数设置

3.2.1. 苯甲酸标定：

滴定模式	动态滴定	滴定前平衡电位	6mV
搅拌速度	7	结束体积	20mL
电位平衡时间	4s	平衡电位	1mV
滴定速度	标准	预搅拌时间	6s
电位突越量	500	预控值	

3.2.2. 硫酸乙烯酯酸值测定：

滴定模式	等量滴定	滴定前平衡电位	6mV
搅拌速度	7	结束体积	10mL
电位平衡时间	4s	平衡电位	1mV
滴定速度	标准	预搅拌时间	6s
电位突越量	500	预控值	

4 结果与讨论

4.1 实验结果

4.4.1 苯甲酸标定：

样品名称	样品编号	取样量 (g)	滴定体积 V_1 (mL)	空白体积 V_0 (mL)	浓度 (mol/L)	平均值 (mol/L)
苯甲酸	1	0.06342	5.408	0.06	0.0970	0.0973
	2	0.06934	5.879		0.0976	
	3	0.06955	5.917		0.0972	

4.2.2. 硫酸乙烯酯含量测定：

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 (ppm)	平均值 (ppm)
硫酸乙烯酯	1	0.0973	2.5217	0.140	0.01	5.106	5.227
	2		2.5212	0.150		5.403	
	3		2.5202	0.140		5.192	

计算公式：

$$(1) c_{(\text{苯甲酸})} = \frac{m \times 1000}{(V - V_0) \times M}$$

式中：

m 是称取苯甲酸的质量，单位是 g；

V_1, V_0 分别是滴定苯甲酸和空白所消耗的滴定液的体积；

M 是苯甲酸的相对分子质量，122.12g/mol；

$$(2) X(\%) = \frac{c \times (V - V_0) \times 1000}{m}$$

X 是酸值含量，ppm

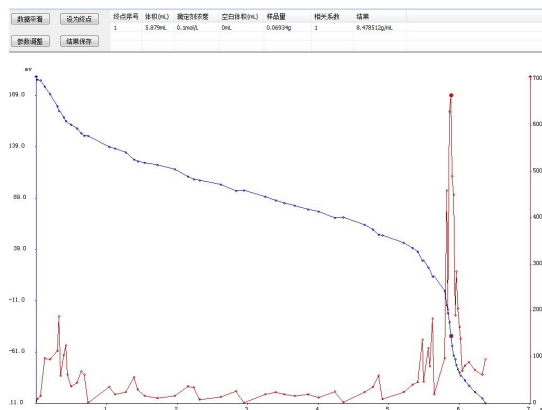
c 是标定的滴定剂的浓度，mol/L；

m 是样品的质量，g；

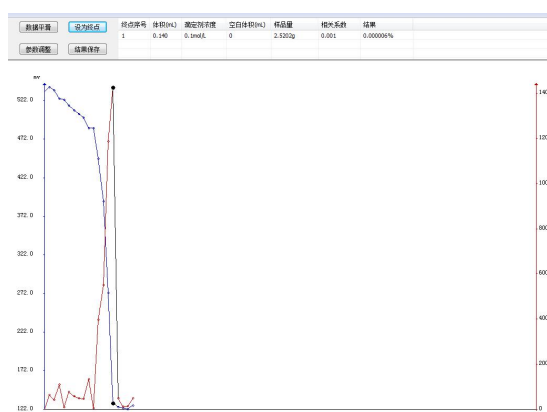
V , V_0 是样品及空白消耗滴定剂的体积 , mL ;

4.2 滴定图谱

4.2.1 苯甲酸标定的图谱



4.2.2 硫酸乙烯酯酸值的滴定图谱



4.3 结论

用 T960 全自动电位滴定仪测定硫酸乙烯酯酸值的含量的结果重复性较好，T960 全自动电位滴定仪是完全满足该样品测定需求的。