

# 电位滴定法测定过硫酸钠的含量

## 1 前言

过硫酸盐外观是白色晶状粉末，能溶于水，常用作漂白剂、氧化剂、乳液聚合促进剂。过硫酸盐在生产过程中会有硫酸盐的杂质残留，因此其含量成为衡量其品质的指标，该方案用高锰酸钾返滴定法测定其过硫酸盐的含量，改变了硫代硫酸钠滴定的传统方法耗时长的缺点，还具有实验过程简单，数据重复性较好的优点。

## 2 仪器与设备

### 2.1 仪器

T960 电位测定仪，复合铂电极。

### 2.2 试剂

高锰酸钾溶液（0.1 mol/L），硫酸亚铁铵溶液（0.3mol/L）。

## 3 实验方法

### 3.1 实验步骤

#### (1) 高锰酸钾溶液的标定：

准确称取 0.07g 草酸钠，加入 50mL 去离子水，再加入 5mL 25% 的硫酸溶液，加热至 65-80℃，快速滴定至终点，并保持 30s 不褪色，同时做空白试验。

#### (2) 硫酸亚铁溶液标定：

用 2mL 移液管准确量取硫酸亚铁铵溶液 2mL 于滴定杯中，加入 50mL 去离子水置于滴定台上，开启搅拌，使其混合均匀，用标定的  $c(1/5\text{KMnO}_4)=0.1 \text{ mol/L}$  的高锰酸钾标准溶液滴定至电位突跃终点，记下滴定体积，同时做空白实验。

## (3) 过硫酸盐含量测定：

1) 准确称取 0.4g 过硫酸铵 (精确至 0.0001g), 置于滴定杯中, 加 50mL 去离子水, 再加入 5mL 25% 的稀硫酸, 放于滴定台开启搅拌, 使其完全溶解, 再加入 15mL 标定的 0.3mol/L 的硫酸亚铁铵溶液并且充分反应, 用标定的  $c(1/5\text{KMnO}_4)=0.1 \text{ mol/L}$  滴定至突跃终点, 记下终点体积。

2) 测定过硫酸铵和过硫酸钾和上述步骤一致, 滴定至电位突跃终点, 记录滴定体积。

## 3.2 参数设置

|                 |                |
|-----------------|----------------|
| 滴定模式： 动态滴定      | 搅拌速度： 5        |
| 电极平衡时间： 6s      | 预搅拌时间： 10s     |
| 电极平衡电位： 1.5mv   | 补液速度： 7        |
| 最小添加体积： 0.005mL | 预滴定添加体积： 2.5mL |
| 结束体积： 30mL      | 预滴定后搅拌时间： 10s  |
| 辅助试剂 硫酸亚铁铵      | 添加体积 15mL      |
| 添加速度 2          | 延时时间 40s       |
| 电位突跃量： 5000     | 预控 mv 值： 无     |

## 4 结果与讨论

## 4.1 实验结果

## 1. 高锰酸钾的标定：

| 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) |
|------|------|---------|-----------------|-----------------|------------|-------------|
| 草酸钠  | 1    | 0.0776  | 11.476          | 0.07            | 0.1016     | 0.1016      |
|      | 2    | 0.0749  | 11.066          |                 | 0.1017     |             |
|      | 3    | 0.0740  | 10.940          |                 | 0.1016     |             |

2.硫酸亚铁铵的标定：

| 样品名称  | 样品编号 | c(1/5KMnO <sub>4</sub> )<br>(mol/L) | 取样量<br>(mL) | 滴定体积<br>V <sub>1</sub> (mL) | 空白体积 V <sub>0</sub><br>(mL) | 浓度 (mol/L) | 平均浓度<br>(mol/L) |
|-------|------|-------------------------------------|-------------|-----------------------------|-----------------------------|------------|-----------------|
| 硫酸亚铁铵 | 1    | 0.1016                              | 2           | 5.899                       | 0.07                        | 0.2997     | 0.2995          |
|       | 2    |                                     |             | 5.897                       |                             | 0.2996     |                 |
|       | 3    |                                     |             | 5.889                       |                             | 0.2992     |                 |

3.过硫酸盐含量测定：

| 样品名称 | 样品编号 | c(1/5KMnO <sub>4</sub> )<br>(mol/L) | 取样量<br>(g) | 滴定体积<br>V <sub>1</sub> (mL) | 空白体积 V <sub>0</sub><br>(mL) | 含量<br>(%) | 平均值<br>(%) | RSD(%) |
|------|------|-------------------------------------|------------|-----------------------------|-----------------------------|-----------|------------|--------|
| 过硫酸钠 | 1    | 0.1016                              | 0.4568     | 6.770                       | 0.07                        | 99.115    | 99.187     | 0.0852 |
|      | 2    |                                     | 0.4375     | 8.297                       |                             | 99.276    |            |        |
|      | 3    |                                     | 0.4510     | 7.232                       |                             | 99.151    |            |        |
| 过硫酸钾 | 1    |                                     | 0.5017     | 8.048                       |                             | 99.031    | 98.981     | 0.0473 |
|      | 2    |                                     | 0.5081     | 7.621                       |                             | 98.938    |            |        |
|      | 3    |                                     | 0.5014     | 8.090                       |                             | 98.975    |            |        |
| 过硫酸铵 | 1    |                                     | 0.4385     | 7.186                       |                             | 97.900    | 97.953     | 0.1073 |
|      | 2    |                                     | 0.4436     | 6.716                       |                             | 97.885    |            |        |
|      | 3    |                                     | 0.4363     | 7.306                       |                             | 98.074    |            |        |

计算公式：

$$X = \frac{(C_1V_1 - C_2V_2) \times M}{1000G}$$

式中：

C<sub>1</sub>是硫酸亚铁的浓度；

V<sub>1</sub>是加入硫酸亚铁的体积；

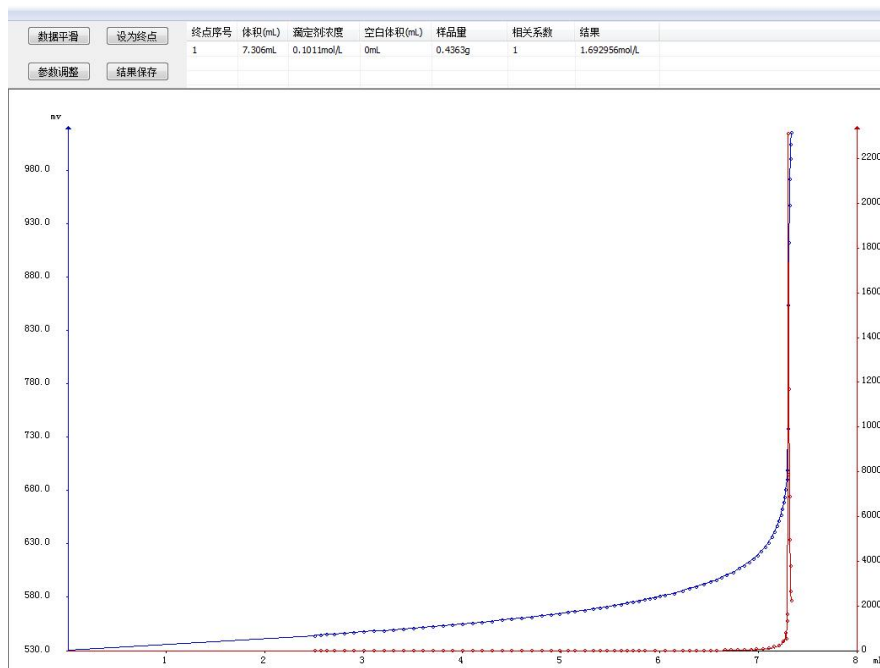
C<sub>2</sub>是 1/5 高锰酸钾的浓度；

$V_2$ 是消耗高锰酸钾的体积

M 是 1/2 过硫酸铵、过硫酸钾、过硫酸钠的分子质量 114.1、135.2、119.0 ;

G 是试样的质量。

## 4.2 图谱



## 4.3 结论

用 T960 全自动电位滴定仪通过高锰酸钾返滴定法测定过硫酸盐的含量结果重复性较好，测定结果都在其标准范围内（ $98\% \leq X \leq 100\%$ ），T960 全自动电位滴定仪是完全满足该类样品测定需求的。

海能技术