

# 电位滴定法测定 DPY 染料中间体含量的测定

## 1 前言

DPY 染料中间体是染料制造过程中的重要组成部分，包括用于生产染料和有机颜料的芳烃衍生物。当前，染料中间体的应用已经扩展到了制药工业、农药工业、火炸药工业、信息记录材料工业，以及助剂、表面活性剂、香料、塑料、合成纤维等生产部门。在染料制造过程中，染料中间体的选择、含量和反应条件决定了最终染料的性能和用途。

本文采用电位滴定的方式，改进了 DPY 染料中间体含量的测定方法，结果精准可靠。

## 2 仪器与试剂

### 2.1 仪器

T960 电位测定仪、双铂电极。

### 2.2 试剂

溴化钾、0.1 mol/L 亚硝酸钠标准滴定溶液、对氨基苯磺酸、盐酸。

## 3 实验方法

### 3.1 实验步骤

标准滴定溶液的标定：准确称取 0.1g（精确至 0.0001g）无水对氨基苯磺酸于滴定杯中，加氨水溶解；加入 30mL 冰水与 20mL 盐酸，用亚硝酸钠标准滴定溶液进行滴定。

样品测试：准确称取 0.5g（精确至 0.0001g）试样，转移至 250mL 烧杯中；加入 150mL 蒸馏水及冰块，加入 10mL 盐酸和 1g 溴化钾，匀速搅拌；用亚硝酸钠标准溶液滴定。

### 3.2 参数设置

亚硝酸钠标定参数设置：

滴定类型:	永停滴定	方法名:	亚硝酸钠标定
滴定管体积:	10mL	样品计量单位:	g
工作电极:	双铂电极	参比电极:	无
搅拌速度:	6	预搅拌时间:	10s
灵敏度:	0.01 $\mu$ A	快滴体积:	0.2mL
慢滴体积:	0.02mL	结束体积:	10mL
终点电流:	100	预控点:	80
延时时间:	10	结果单位:	mol/L

亚硝酸钠滴定 DPY 染料中间体参数设置:

滴定类型:	永停滴定	方法名:	亚硝酸钠滴定 DPY
滴定管体积:	10mL	样品计量单位:	g
工作电极:	双铂电极	参比电极:	无
搅拌速度:	7	预搅拌时间:	10s
灵敏度:	0.01 $\mu$ A	快滴体积:	0.1mL
慢滴体积:	0.02mL	结束体积:	10mL
终点电流:	30	预控点:	8
延时时间:	30	相关系数:	0.287
滴定剂名称:	亚硝酸钠	理论浓度:	0.0809

## 4 结果与讨论

### 4.1 实验结果

经过分析检测，亚硝酸钠标定结果如下表：

样品名称	取样量/g	滴定样品体积 $V_1$ /mL	滴定空白体积 $V_2$ /mL	$c(\text{NaNO}_2)$ /mol/L	$c(\text{NaNO}_2)$ /mol/L
对氨基苯磺酸	0.1044	7.580	0.02	0.0795	0.0809
	0.0971	6.940		0.0808	
	0.0983	6.880		0.0825	

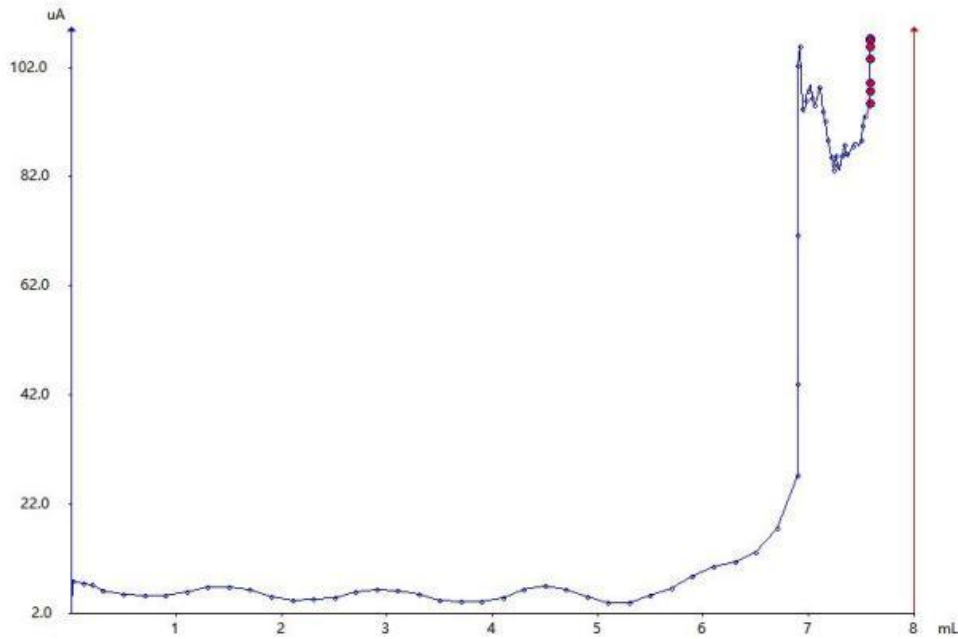
经过分析检测，DPY 染料中间体测定结果如下表：

样品名称	取样量/g	$c(\text{NaNO}_2)$ /mol/L	滴定样品体积 $V_1$ /mL	滴定空白体积 $V_2$ /mL	含量/%	平均值/%	RSD/%
DPY 染料中间体	0.50578	0.0809	7.140	0.02	32.68	32.14	1.68
	0.52028		7.100		31.60		
	0.52281		7.260		32.15		

#### 4.2 滴定谱图

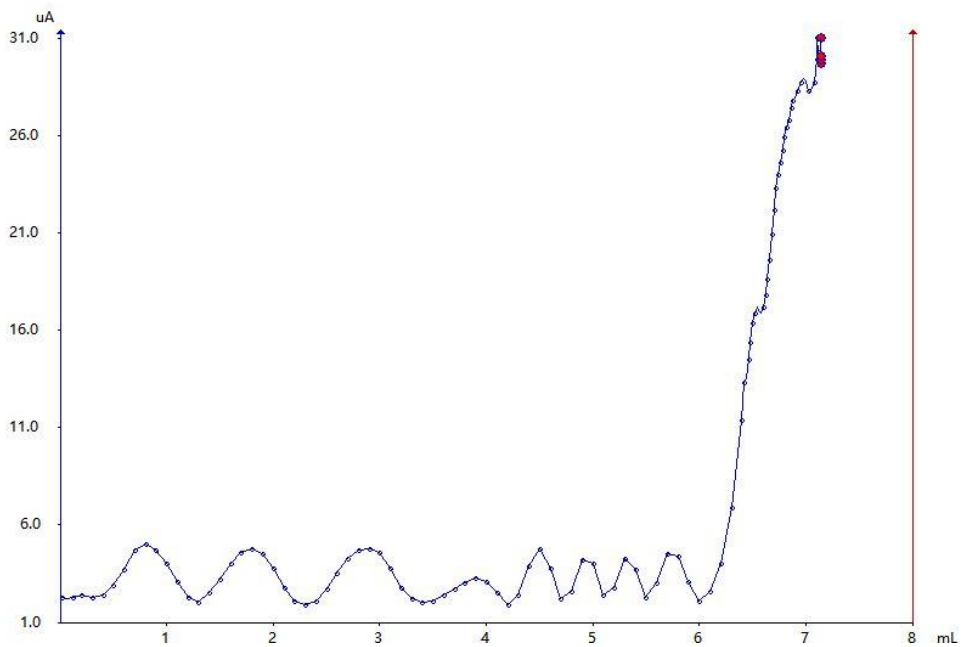
亚硝酸钠标定图谱：

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
		1	7.580mL	0.1mol/L	0mL	0.1044g	1	7.260536mol/L
参数调整	结果保存	2	7.580mL	0.1mol/L	0mL	0.1044g	1	7.260536mol/L



DPY 染料中间体滴定图谱:

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
		1	7.140mL	0.0809mol/L	0mL	0.50578g	0.287	0.327768mol/L
参数调整	结果保存							



### 4.3 结论

本文建立了 DPY 染料中间体的电位滴定测定方法，避免了由颜色判定产生的误差，结果更为精准可靠，为 DPY 染料中间体的含量测定提供了一定的参考依据。

---

## 注意事项

1. 盐酸用量影响亚硝酸钠标定。减小盐酸用量导致电流突跃变缓，终点不好判断，建议按照国家标准用量滴加盐酸。
2. 在几类永停滴定中，可逆电对滴定可逆电对时无法实现预控，反应终点无法准确判别。不可逆电对滴定可逆电对时会出现图谱异常，影响出峰。故而只能进行可逆电对滴定不可逆电对的反应。