

电位滴定法测定化工液体中的盐酸和亚硫酸含量

一、前言

在氯碱、医药、染料、农药等精细化工生产过程中，常采用盐酸-亚硫酸复合体系作为酸性催化剂或还原性介质。两种酸共存时，既赋予反应体系所需的低 pH 环境，又通过 $\text{SO}_3^{2-}/\text{HSO}_3^-$ 的还原性抑制副反应、保护活性中间体。然而，随着反应进行或物料循环，盐酸会因挥发、夹带而损失，亚硫酸则易被氧化为硫酸或被有机物消耗，导致体系酸度与还原能力同时漂移。若补酸或补硫仅凭经验，极易造成产品质量波动、设备腐蚀。因此，快速、准确地同时测定化工液体中 HCl 与 H_2SO_3 （以 SO_2 计）含量，已成为工艺优化控制的关键环节。

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

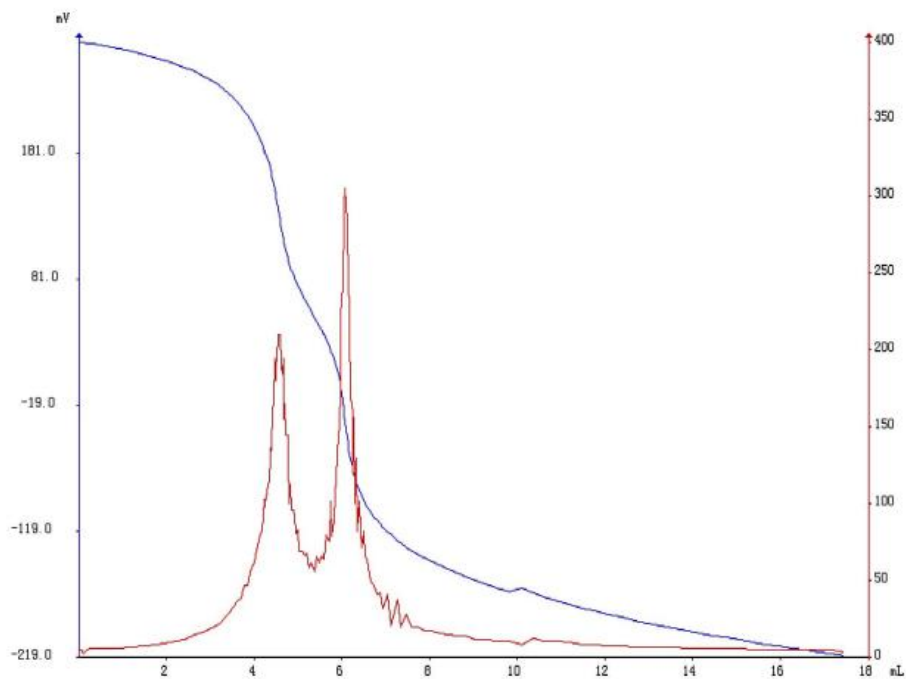
氢氧化钾滴定溶液（0.1mol/L）。

三、实验方法

3.1、硫含量测试

准确滴定杯中称取约 1.5 g 样品，精确至 0.0001g，加入 50mL 5℃ 无二氧化碳的纯水，快速用氢氧化钾滴定溶液（0.1mol/L）滴定，当滴定至出现第二个完整的突跃曲线后停止滴定。

3.3、滴定图谱



3.3、仪器参数

仪器参数设置见下表：

滴定模式：	动态滴定	方法名：	总酸
滴定管体积：	10 mL	样品计量单位：	g
工作电极：	9112PH	参比电极：	无
滴定显示单位：	mV	补液速度：	4
搅拌速度：	5	电极平衡时间：	7 s
电极平衡电位：	1 mV	预搅拌时间：	30 s
滴定速度：	标准	每次添加体积：	0.02 mL
滴定前平衡电位：	5 mV	结束体积：	13 mL
预滴定添加体积：	0 mL	预滴定速度：	1
预滴定后搅拌时间：	10 s	终点一电位突跃：	150
终点一预控 mV 值：	-	终点一计算公式：	-
终点二电位突跃：	150	终点二预控 mV 值：	-
主滴定剂名称：	氢氧化钾	理论浓度：	0.1 mol/L

四、结果与讨论

4.1、实验结果

样品	质量 g	滴定液浓 度 mol/L	滴定体积 V1 mL	滴定体积 V2 mL	总酸值(mg KOH/g)	盐酸%	亚硫酸根%
1#	1.5464	0.1039	5.535	6.553	23.70	0.73	0.57
	1.5832		5.632	6.713	23.72		
2#	1.3250		4.543	6.079	25.65	0.28	0.97
	1.5326		4.886	6.6514	24.27		

4.2、结论

采用 T960 电位滴定仪结合铂复合电极，通过碘量法测定水质中硫化物含量，有效克服了传统目视法终点判断难、易氧化逸散等问题。该方法滴定曲线清晰，突跃明显，仪器自动判定终点，结果准确、重复性好，适用于复杂基质样品。实验结果显示硫化物含量测定稳定，平均值为 121.54 mg/L，相对误差小，操作简便，运行成本低，适合现场快速检测及在线监测，具备良好的推广价值。