

电位滴定法测定硫代硫酸钠溶液浓度（铜标法）

一、前言

硫代硫酸钠（ $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ ）是一种重要的还原剂，广泛应用于化工生产、环境监测、医药制造及分析化学等领域。在石油产品溴指数测定、油脂碘值分析以及废水处理等过程中，硫代硫酸钠常作为标准溶液参与定量反应。其溶液浓度的准确性直接影响分析结果的可靠性，因此建立精准、稳定的标定方法具有重要意义。

传统碘量法采用淀粉指示剂判断终点，虽操作简便，但存在主观误差大、终点颜色变化不敏锐等问题。电位滴定法通过监测溶液电位突跃客观确定终点，避免了人为判断偏差，具有更高的精密度和自动化程度，特别适用于深色溶液或浑浊样品。

二、仪器与试剂

2.1、仪器

T960 电位滴定仪，铂复合电极，烘箱。

2.2、试剂

硫代硫酸钠滴定液（ 0.1mol/L ），纯铜片（含量 $\geq 99.999\%$ ），乙酸（1+1），氟化氢铵饱和溶液，无水乙醇，硝酸（1+1），硫酸（1+1）。

三、实验方法

3.1、含量测定

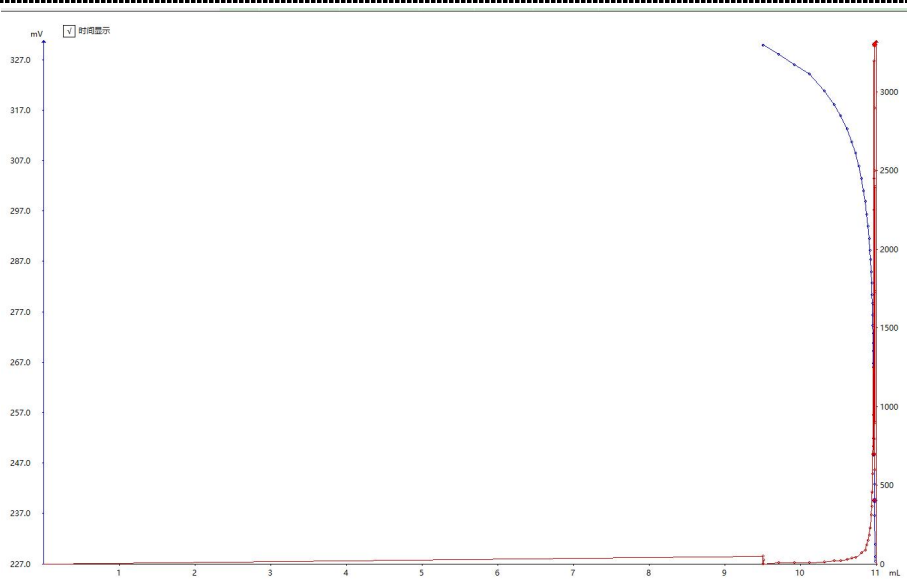
3.1.1 铜片前处理

将纯铜片（含量 $\geq 99.999\%$ ）放入微沸的乙酸（1+1）溶液中，微沸 1min，取出后，用纯水和无水乙醇分别冲洗两次以上， 100°C 烘干 4h，烘干后储存于磨口瓶中备用。

3.1.2 硫代硫酸钠标定

称取 0.080g （精确至 0.00001g ）处理过的纯铜片三份，分别置于 100mL 烧杯中，加入 10mL 硝酸（1+1），盖上表面皿，看与电热板低温加热至完全溶解，取下，用水洗表面皿及杯壁，加入硫酸（1+1），继续加热蒸至尽干，取下稍冷，用 40mL 水冲洗杯壁，解热煮沸，使盐类完全溶解，取下冷至室温，加入 1mL 乙酸， 3mL 氟化氢铵饱和溶液，摇匀，加入 $2\text{g}\sim 3\text{g}$ 碘化钾，立即用硫代硫酸钠标准溶液滴定，至终点突跃停止。平行标定三份，其极差不大于 0.00005 ，取其平均值，否则重新标定。

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：	硫代硫酸钠标定
滴定管体积：	10mL	样品计量单位：	g
工作电极：	铂复合电极	参比电极：	无
搅拌速度：	6	预搅拌时间：	30s
电极平衡时间：	10s	电极平衡电位：	0.5mv
滴定速度：	慢	滴定前平衡电位：	6mv
最小添加体积：	0.001mL	结束体积：	50mL
滴定剂名称：	硫代硫酸钠	理论浓度：	0.1
第一终点突跃量：	300	计算公式：	$m \cdot 1000 / (V1 - V0) / 63.546$

四、结果与讨论

4.1、实验结果

序号	空白/mL	滴定体积/mL	浓度/(mol/L)	平均值
1	0.01	10.984	0.115078	0.11510

2		10.996	0.115055	
3		11.017	0.115062	

4.2、结论

本实验采用电位滴定法对硫代硫酸钠溶液浓度进行了标定，通过铜片作为基准物质进行滴定分析。实验结果显示，计算得到的硫代硫酸钠溶液浓度分别为 0.115078 mol/L、0.115055 mol/L 和 0.115062 mol/L，其平均浓度为 0.11510 mol/L。实验数据的极差为 0.000023 mol/L，远小于规定的 0.00005 mol/L，表明实验结果具有较高的精密度和重复性。实验结果表明，电位滴定法在硫代硫酸钠溶液浓度标定中具有显著优势，操作简便、自动化程度高，且结果稳定可靠，为相关分析化学实验提供了有力的技术支持。

参考文献

[1] SNT4767-2017 铜矿和铜精矿铜量的测定 自动电位滴定法.[s]