

电位滴定法标定氢氧化钾异丙醇溶液技术

毛红玲 李春芳 王春莉

中国石化塔河炼化有限责任公司 新疆 阿克苏 842000

摘要: 本文深入探讨了自动电位滴定仪在氢氧化钾-异丙醇溶液标定中的创新应用。通过细致解析氢氧化钾与邻苯二甲酸氢钾之间的化学反应机制,结合自动电位滴定仪在滴定过程中的高精度、自动化特性,本研究不仅实现了对滴定终点的即时、准确捕捉,还极大地提升了标定过程的效率与可靠性。此外,自动电位滴定仪的引入,有效减少了人为操作带来的误差,确保了标定结果的准确性和可重复性。本研究不仅为氢氧化钾-异丙醇溶液的准确标定提供了一种高效、便捷的新方法,也为其他类似化学溶液的标定工作提供了有益的参考和借鉴,推动了分析化学领域自动化、精确化的发展趋势。

关键词: 电位滴定仪; 氢氧化钾-异丙醇溶液; 邻苯二甲酸氢钾

1 引言

氢氧化钾-异丙醇溶液作为一种在化学分析、有机合成及工业生产中广泛应用的试剂,其准确标定对于确保实验结果的可靠性及生产过程的控制至关重要。然而,传统的标定方法往往依赖于人工操作,如指示剂的颜色变化判断滴定终点,这不仅操作繁琐、耗时较长,而且容易受到人为因素如视觉疲劳、颜色识别差异等的影响,导致标定结果存在较大的不确定性和误差。

随着科学技术的不断进步,特别是自动电位滴定仪等高精度分析仪器的出现,为氢氧化钾-异丙醇溶液的标定提供了新的解决方案。自动电位滴定仪通过实时监测溶液电位的变化,结合先进的算法和数据处理技术,能够自动判断滴定终点,无需人工干预,从而大大提高了标定的准确性和效率。此外,自动电位滴定仪还具有重复性好、自动化程度高、数据记录完整等优点,使得标定过程更加规范化和标准化。

2 材料与方法原理

2.1 实验仪器 梅特勒电位滴定仪、非水相Solvoltrode型pH玻璃电极、50mL酸式滴定管、50mL烧杯。

2.2 实验试剂 氢氧化钾、异丙醇、氢氧化钡、邻苯二甲酸氢钾、酚酞、氯化锂。

2.3 实验原理

氢氧化钾(KOH)与邻苯二甲酸氢钾(KHP)之间的酸碱中和反应,其反应物与生成物之间的化学计量比严格为1:1。在反应体系中,随着氢氧化钾溶液的逐滴加入,溶液中的氢离子(H⁺)逐渐被中和,导致溶液的pH值发生变化,进而引发电位的显著突跃。这一电位变化是判断滴定终点的重要依据,因为它标志着反应物已完全转化为生成物,即酸碱中和反应达到终点。自动电

位滴定仪利用高精度传感器实时监测溶液的电位变化,并通过内置算法分析电位曲线,自动识别电位突跃点,从而准确判断滴定终点。

3 试剂处置及配制

3.1 基准物的前处理 酸值测定中采用邻苯二甲酸氢钾来标定氢氧化钾-异丙醇溶液,由于基准物放置在空气中的过程中会吸收空气中的水分,使其增重。本实验中所使用的邻苯二甲酸氢钾需要在110±5℃烘干至恒重,恒重后的邻苯二甲酸氢钾应及时放置在干燥器中备用。

3.2 氢氧化钾-异丙醇标准溶液的配制 称取0.7~0.8g氢氧化钾,加入到500mL异丙醇中剧烈摇动,使氢氧化钾尽量溶解,然后加热回流,当加热至微沸时加入适量氢氧化钡(半匙左右),继续微沸回流10min。将此溶液静置2天,吸出上层澄清液,将澄清标准溶液装入耐碱的试剂瓶中待用。

3.3 氢氧化钾-异丙醇溶液的标定

3.3.1 电位滴定仪标定法: 作为一种先进的化学分析方法,电位滴定仪标定法凭借其高灵敏度和自动化特性,在氢氧化钾-异丙醇标准溶液的标定中展现出独特优势。该方法的核心在于利用滴定过程中电位变化的突跃来精确判定滴定终点。

在标定过程中,氢氧化钾-异丙醇溶液与预先用60mL高纯水溶解的邻苯二甲酸氢钾溶液发生酸碱滴定反应,生成邻苯二甲酸二钾。随着滴定剂的逐渐加入,溶液中的电位值会经历一系列的变化,这一过程被电位滴定仪实时记录并绘制成滴定曲线。滴定曲线的形状和特征,特别是电位突跃的部分,直接反映了滴定反应的进程和终点的到达。

电位滴定仪内置的智能算法能够自动识别滴定曲线

上的电位突跃最大值，并据此判断滴定终点。这一过程不仅消除了人为判断的主观性和不确定性，还大大提高了标定的准确性和效率。在达到滴定终点时，仪器会自动记录此时的滴定体积V1，为后续的浓度计算提供关键数据^[1]。

为了消除实验过程中的系统误差，通常还会进行空白实验。具体操作是使用电位滴定仪对60mL二级水进行同样的滴定操作，得到空白实验的滴定体积V0。通过比较V1和V0的差值，可以进一步修正实验结果，提高标定的精度。

最终，电位滴定仪会根据预先在电位滴定软件中输入的氢氧化钾标准溶液浓度计算公式，利用V1、V0以及其他相关参数，自动计算出氢氧化钾标准溶液的浓度。这种方法不仅简化了计算过程，还保证了计算结果的准确性和可重复性，为氢氧化钾-异丙醇溶液的精确标定提供了有力支持。

3.3.2 指示剂标定法

作为化学分析领域的一项经典技术，其精髓在于利用指示剂颜色变化的直观性，提供了一种直观且有效的手段来判定滴定终点。在氢氧化钾-异丙醇溶液的标定中，这种方法更是展现了其独特的魅力和价值。

在精细的实验操作中，首先需将待测的氢氧化钾-异丙醇溶液精确量取并置于滴定管中，同时准备一份精确配比的邻苯二甲酸氢钾溶液作为基准物质，这是确保标定结果准确性的基础。随后，向基准溶液中加入微量酚酞指示剂，这种指示剂以其对pH值变化的敏感性和颜色

变化的鲜明性而闻名，能够极大地增强颜色变化的观察效果^[2]。

滴定过程中，随着氢氧化钾-异丙醇标准溶液的逐滴加入，基准溶液中的酸碱度逐渐发生变化，这一变化直接反映在溶液颜色的微妙转变上。实验者需保持高度的专注和耐心，仔细观察溶液颜色的变化，直至出现稳定的粉红色，并且这种颜色在持续观察10秒后仍不褪色，此时即可判断滴定终点已经到达。

为了进一步提高标定结果的准确性，进行空白实验是不可或缺的一步。空白实验采用与基准溶液相同的操作条件，但不加入待测的氢氧化钾-异丙醇溶液，仅通过滴定高纯水并记录滴定体积V0，以此来消除实验过程中可能存在的系统误差。

最终，通过人工计算，结合滴定体积V1（含有待测溶液的滴定体积）与空白实验体积V0的差异，可以精确得出氢氧化钾-异丙醇标准溶液的浓度。这一过程不仅要求实验者具备扎实的化学理论知识和丰富的实验经验，还需要细致入微的操作和严谨的数据处理能力。指示剂标定法以其直观、可靠、经济的特点，在化学分析领域中占据着重要的地位，并为氢氧化钾-异丙醇溶液的精确标定提供了有力的支持^[3]。

4 结果与讨论

4.1 电位滴定仪标定法与颜色指示剂标定法比较

采用自动电位滴定仪标定法与颜色指示剂标定法分别对氢氧化钾-异丙醇溶液进行标定，结果如表1所示。

表1

序号	电位滴定标定法				颜色指示剂标定法			
	基准物质g	滴定体积ml	空白体积ml	滴定浓度mol/L	基准物质g	滴定体积ml	空白体积ml	滴定浓度mol/L
1	0.0211	9.85	0.00	0.01049	0.0200	9.34	0.00	0.01048
2	0.0208	9.72	0.00	0.01048	0.0206	9.63	0.00	0.01049
3	0.0218	10.18	0.00	0.01049	0.0217	10.14	0.00	0.01043
4	0.0203	9.49	0.00	0.01047	0.0201	9.39	0.00	0.01045
	平均浓度 mol/L			0.01048	平均浓度 mol/L			0.01046
	极差 mol/L			0.00001	极差 mol/L			0.00006
	相对标准偏差 %			0.095	相对标准偏差 %			0.1542

从表1看出，电位滴定法标定出浓度为0.01048mol/L，指示剂标定法标定出为0.01046mol/L，两种标定方法平均值只相差0.00002mol/L，说明两种标定方法标定出的结果准确度基本一致。在统计中，常用极差（最大值—最小值）来反映一组数据的离散程度，用相对标准偏差（标准偏差与测量结果算术平均值的比值）来表示分析测试结果的精密度。还可以看出，电位滴定法标定出的

结果极差（0.00001mol/L）及相对标准偏差（0.095%）要远远低于颜色指示剂标定法的极差（0.00006mol/L）及相对标准偏差（0.1542%），说明电位滴定法标定出的结果在精密度方面要显著优于颜色指示剂标定法^[4]。

4.2 指示剂标定法相较于电位滴定仪标定法精密度较低的原因分析：（1）人为因素：指示剂标定法依赖于操作者对颜色变化的判断来确定滴定终点。不同操作者

对颜色变化的敏感度不同,主观判断存在误差。电位滴定仪通过电极电位的变化自动确定滴定终点,其突跃点的识别基于一阶微分曲线上超过静电噪音的最大峰,这种方法更为客观且准确。(2)滴加量的控制:在指示剂标定法中,滴定过程中滴加量通常是固定的(如每次约0.05mL)。然而,在接近滴定终点时,可能只需要极小的体积(如0.01mL)就能达到滴定终点。由于手动控制的限制,会出现过滴定情况。而电位滴定仪的滴定管加液分辨率更高,能够更精确地控制滴定剂的加入量,从而减少了过滴定的可能性。(3)滴定管精度:指示剂标定法使用传统的滴定管,如50mL酸式滴定管,其最小刻度为0.1mL,滴定体积读数只能保留到小数点后两位。精度限制滴定结果的准确性。而电位滴定仪的滴定管加液分辨率可达到万分之一,即滴定体积可以保留到小数点后四位,从而提供了更高的精度。(4)指示剂用量的影响:在指示剂标定法中,指示剂的用量对滴定终点的判断具有重要影响。过多的指示剂可能导致颜色变化明显,从而提前判断滴定终点;而过少的指示剂则可能导致颜色变化不明显,难以准确判断滴定终点。这种不确定性给标定结果带来误差。而电位滴定仪则不受指示剂用量的影响,通过电极电位的变化来准确判断滴定终点。

结束语

电位滴定法不仅在精密度和准确度上展现出卓越性能,其自动化与智能化的特性更是现代分析化学领域的一大亮点。该方法通过集成高精度传感器与先进的数据处理算法,实现了滴定过程的全程监控与精确调控,极大地提高了实验的可重复性和可靠性。

在科研与生产实践中,电位滴定法能够应对复杂基质的分析挑战,无论是强酸强碱的直接滴定,还是涉及弱电解质、络合物及氧化还原反应的间接滴定,都能提供稳定且准确的测定结果。其动态调整滴定剂加入量的能力,确保了即使在滴定过程中遇到化学平衡的移

动或反应速率的变化,也能迅速响应并作出相应调整,从而保证了滴定终点的准确捕捉。

此外,电位滴定仪的广泛应用还体现在其强大的数据处理能力上。仪器能够自动记录滴定过程中的电位变化,并绘制出详细的滴定曲线,用户可通过软件轻松分析曲线特征,如斜率变化、滴定突跃等,进而准确计算出待测物质的浓度或含量。这种数字化的记录与分析方式,不仅简化了实验流程,还减少了人为操作带来的误差,提高了工作效率。

值得一提的是,电位滴定法还具有良好的环保性和经济性。相比传统的手工滴定或颜色指示剂法,电位滴定仪能够减少试剂的消耗和废液的产生,符合绿色化学的发展理念。同时,其高精度和高效能也降低了实验成本和时间成本,为科研工作者和生产企业带来了显著的经济效益。

综上所述,电位滴定法以其卓越的精密度、准确度、自动化程度以及广泛的应用前景,在现代分析化学中占据了重要地位,并将在未来的科学研究和工业生产中发挥更加重要的作用。

参考文献

- [1]陈洁,顾洁,蔺玉贵,等.《轻质石油产品酸度测定法》GB/T 258-2016.北京:中国标准出版社,2016.17-18
- [2]张淑芬,卢玉婷,蔡秋家,等.《化学试剂标准滴定溶液的制备》GB/T 601-2016.北京:中国标准出版社,2016.21-22
- [3]关瑞宝,刘冬霓,强京林,等.《化学试剂杂质测定用标准溶液的制备》GB/T 602-2002.北京:中国标准出版社,2002.29-30
- [4]周一朗,张志斌,王身连,等.《化学试剂 试验方法中 所用制剂及制品的制备》GB/T 603-2023.北京:中国标准出版社,2023.50-51