

FJA-2 型微机控制自动滴定系统测定硫醇硫

(硫醇硫专用滴定法)

说明书

一 概述

滴定分析法是常规化验室中最常用的精密分析方法之一，国标 GB/T 1792-88 规定了用电位滴定法测定无硫化氢的喷气燃料、汽油、煤油和轻柴油中的硫醇硫。FJA-2 型微机控制自动滴定系统（下称滴定仪）由滴定仪主机（包括应用软件）、PC 机等组成。滴定仪能实现自动滴定、自动计算出百分含量。因此该滴定仪对评价喷气燃料、汽油、煤油和轻柴油的气味、对燃料系统橡胶部件的影响程度及对燃料系统腐蚀性能的研究具有重要的实用意义。

二 方法原理

1 根据 GB/T 1792-88 提供的测试方法

将无硫化氢试样溶解在乙酸钠的异丙醇溶剂中，用硝酸银醇标准溶液进行电位滴定，用 pH 玻璃电极作参比电极，硫醇硫电极作为指示电极，二电极之间的电位突跃指示滴定终点。在滴定过程中，硫醇硫沉淀为硫醇银。

2 标准溶液的配制

(1) 0.1mol/L 碘化钾标准溶液的配制 在水中溶解约 17g(称准至 0.01g)碘化钾，并在容量瓶中用水稀释至 1L，计算精确的摩尔浓度。

(2) 0.1mol/L 硝酸银醇标准溶液的配制 在 100mL 水中溶解 17g 硝酸银，用异丙醇稀释至 1L。储存在棕色瓶中，每周标定一次。标定的方法如下：量取 100mL 水于 200mL 烧杯中，加入 6 滴硝酸，煮沸 5min，赶掉氮的氧化物。待冷却后准确量取 5mL 0.1mol/L 碘化钾标准溶液于同一烧杯中，用硝酸银醇标准溶液进行电位滴定，计算精确的摩尔浓度。

(3) 0.01mol/L 硝酸银醇标准溶液的配制 在 10mL 0.1mol/L 硝酸银醇标准溶液于 100mL 棕色容量瓶中，用异丙醇稀释至刻度。有效期不超过 3 天，若出现浑浊沉淀，必须另配。在有争议时，需当天配制。

(4) 滴定溶剂 通常汽油中含分子量低的硫醇，在酸性滴定剂中容易损失，应采用碱性滴定溶剂，喷气燃油、轻柴油中含分子量较高的硫醇，用酸性滴定溶剂，则有利于在滴定过程中更快达到平衡。

碱性滴定溶剂的配制：称取 2.7g 结晶乙酸钠或 1.6g 无水乙酸钠，溶解在 25mL 无氧水中，注于到 975mL 异丙醇中。

酸性滴定溶剂的配制：称取 2.7g 结晶乙酸钠或 1.6g 无水乙酸钠，溶解在 20mL 无氧水中，注于到 975mL 异丙醇中，并加 4.6mL 冰乙酸。

详见国标 GB/T 1792-88 馏分燃料中硫醇硫测定法（电位滴定法）中 4.2。

3 试样的测定

吸取或称取无硫化氢试样 20-50mL，置于装有 100ml 滴定溶剂的 200mL 烧杯中，立即将烧杯放置在电磁搅拌器上，插入电极，使电极端部浸入溶剂中工作站的滴定管中吸满 0.01mol/L 硝酸银醇标准溶液，滴定头插入烧杯中液面下，搅拌速度适当（既剧烈，而又不飞溅）。

三 系统的组成及应用软件

该系统由微机自控制自动滴定系统主机、PC 机、22 个应用软件、搅拌器、pH 电极和硫醇硫电极等组成。如图 1 所示。软件功能主菜单如图 2 所示。

本系统在 FJA-1 型常规分析仪器工作站的系统软件支持下工作，采用其中的“硫醇硫测定”功能。**硫醇硫测定**采用电位滴定法，根据国标和硫醇硫滴定过程的具体特点编制的专用软件，它滴定速度快、终点判断准确可靠。滴定结束后，滴定仪马上重新绘制滴定曲线，显示测量结果。

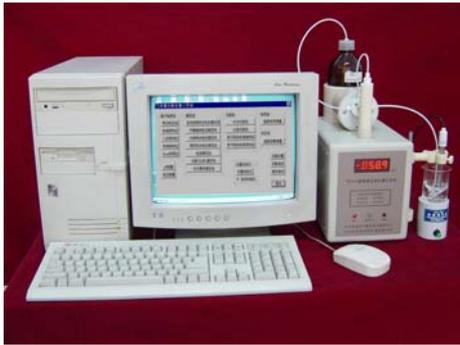


图 1 工作站外形照片

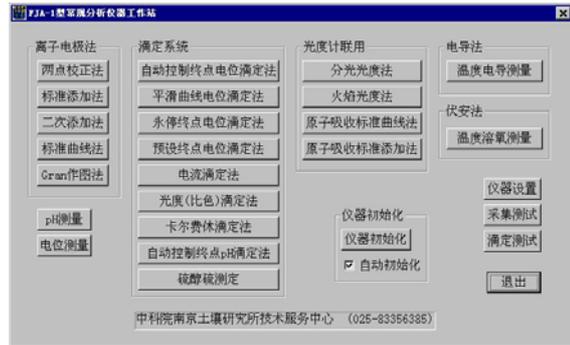


图 2 工作站软件功能主菜单

为了便于对滴定过程的研究，程序可以提供完整的数据输出，包括滴定曲线、导数曲线、滴定剂发送曲线、等当点的滴定剂体积和滴定参数，还可打印测量点的体积 V 、电位量 E 、一次导数和二次导数的数据表等。

三 操作

用鼠标器单击菜单中的【**硫醇硫测定**】进入分析程序，按下列步骤进行操作：

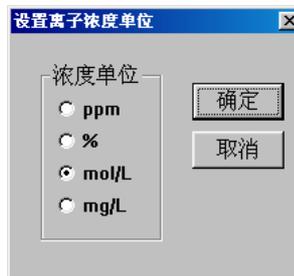
- 如图 A 所示。键入操作者姓名（英、中或拼音），单击【**确定**】。
- 测量方式：单次或循环→采样方式→平衡时间→1 秒→电位误差→0.5~1mV，单击确定，如图 B 所示。
- 选择浓度单位，如图 C 所示。
- 设置电位滴定条件，如图 D 所示。输入预设电位、空白体积及最大滴定体积。单击【**确定**】。如果用户对终点电位值不太清楚，可以通过下面的预滴定功能学习。空白体积也可以通过实际空白溶液进行滴定后求出。



A



B



C



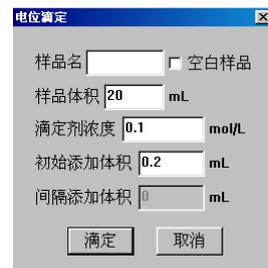
D

- 预滴定：仪器提供通过实际的滴定过程学习终点电位的功能，减小人工设置的盲目性。准备好待测溶液后开启搅拌器，选择“功能”菜单中的“预滴定”项，出现如图 E 所示的对话框，输入滴定的初始添加体积和间隔添加体积后开始滴定过程。用户根据显示的滴定曲线判断达到滴定终点后，按工具栏中的“■”结束预滴定，软件以曲线导数最大点为滴定终点，用户也可以用“功能”菜单中的“人工设置终点”项调整终点。根据这个终点电位值，软件设置上面参数中的预设电位，为终点电位减 10mV（滴定过程中电位向上变化）或加 10mV（滴定过程中电位向下变化）。



E

- 进入测量：首先开启搅拌器，单击工具栏中“▶”开始测量，如图 F 所示→输入样品号（如果空白样品，则选择空白样品）、输入样品体积、滴定剂浓度、初始添加体积和间隔添加体积（不能为 0），单击【**滴定**】。边滴定边绘制滴定曲线，到达终点后自动停止滴定，自动显示测量结果。



F

四 注意事项

(1) **PC 机与滴定仪之间的连线 (RS232) 的插座螺丝要上牢，以免松动而死机。**

(2) 计算机中的软件不得随便更改和删除，否则会造成系统不能正常工作。

(3) **pH 玻璃电极虽是参比电极，但仍插入指示电极插座中，硫醇硫电极插入参比电极插座中，否则将不稳定而无法工作。**

(4) 在滴定时，滴定管的管道中不应该有气泡放出，同时要求搅拌均匀，否则容易出现假终点。在出现假终点时，可以单击功能键，用调整终点、继续滴定和人工添加终点等功能来处理。

(5) 硫醇硫电极的维护，详见国标 GB/T 1792-88 馏分燃料中硫醇硫测定法（电位滴定法）中 4.2。

单 位：中科院南京土壤研究所技术服务中心

地 址：南京市北京东路 71 号（邮编：210008）

联系人：方建安

电话：025-83356385

Email:fang-j-a@jlonline.com

<http://www.kew.com.cn>