

MIA-6 型常规分析仪器工作站与 FJA-2 型微机自动控制滴定系统 用于卡尔-费休滴定法测水

方建安

(南京传滴仪器设备有限公司, 025-83356385)

MIA-6 型常规分析仪器工作站与 FJA-2 型微机自动控制滴定系统中卡尔-费休滴定法软件是以 GB/T 13753-92 国标为依据, 并根据实践加以改进. 基本原理是卡尔-费休滴定试剂能与试样中的水分定量反应, 应承反应式如下:



以合适的溶剂溶解样品, 用卡尔-费休滴定试剂滴定, 即可测定样品中的水分.

通常在搅拌溶液的条件下, 将 20~200mV 的电压加在两个浸在密闭溶液中相同的铂电极(面积为 0.1 至于 1cm²) 上, 若溶液中有水存在, 则阴极极化, 两铂电极间有很小的电流流过; 在滴定至终点时, 溶液中同时有碘及碘化物存在, 阴极去极化, 电流突然增大至最大值, 并稳定不变, 国际规定稳定 1 分钟(实际应用时为 10~30 秒)即为终点. 根据卡尔-费休试剂的耗用量计算出水的百分含量.

在进行测试以前, 首先调节加在电极两端的电位, 操作方法为先单击主菜单中的【采集测试】, 选择 8 通道, 单击【开始采集】, 这时所显示的电位值为极化

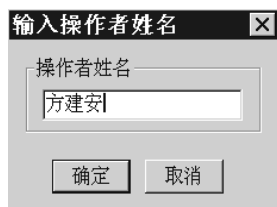


图 1



图 2

电位值, 调节面板上“极化电压调节器”使数字电压表上的读数为所需要的电位值, 如通常为 20~200mV, 极化电位小, 则灵敏低, 反之则灵敏度高, 但在接近终点时, 数字不能过载, 否则由于过载时间过长, 造成错误的结果, 实践证明极化电压值为退回主菜单.

鼠标器单击菜单中的【卡尔-费休滴定法】进入分析程

- (1) 输入操作者姓名, 如图 1 所示. 键入操作者姓名
- (2) 测量设置如图 2 所示. 测量方式→单次或循环; 采样平衡时间→输入平衡时间, 如 1 秒; 电位误差→输入单击【确定】.

(3) 设置滴定条件参数:

最大添加体积最好设大一点, 因为在求滴定度时, 可能滴定到期 30-40min→终点判别条件, 电位跳变通常设置为 50~80mV, 稳定时间通常为 30 秒. 如图 3 所示.

(4) K-F 滴定法测定水时, 首先要求滴定底液, 将底液中的水滴净, 底液可以为甲醇溶液或 K-F 滴定剂. 然后注入 100μl 水进滴定度测定, 最好进行二、三次, 应有好的重现性为止.

图 4 中初始体积的设置的原则:

首先了解 K-F 滴定试剂的滴定度值, 如 3-4mg/ml, 注入 100μl 水(相当于 100mg), 则需要的滴定剂的范围为: 33.33-25ml 之间, 则通常取小于 25ml. 这样可以加快滴定速度.

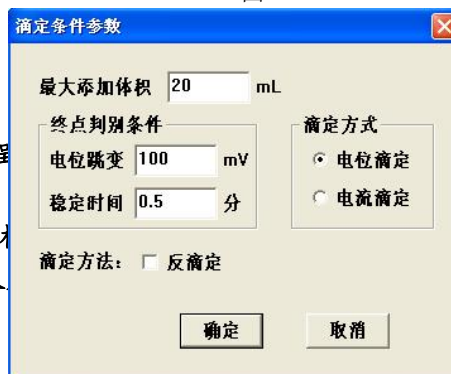


图 4

(5) 样品的测试

单击工具栏中“▶”(开始测量), 显示如图 5 所示的菜单, 其中滴定浓度与本滴定结果无关, 可随便填一个值. 初始添加体积的值应区别对待, 测试未知样品来说应从最小开始, 如 0.1ml, 以避免在初始测定时已过终点. 对已知终点消耗滴定体积时, 初始添加体积值可以小于于终点消耗滴定体积 1ml, 这样滴定的耗用时间就大大缩短. 间隔添加体积通常 0.1ml 就可认了. 为了提高滴定的精度也可以取小一些, 如 0.05ml.

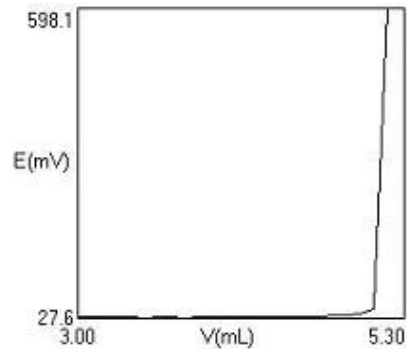


图 5

单击滴定后又出现如图 6 所示的菜单. 供选择样品的状态, 选择液体还或固体; 和相应填入重量或密度. 单击滴定就开始滴定, K-F 滴定曲线如图 7 所示.



图 6
样品-2--滴定曲线



终点体积: 5.300mL
浓度: 100.76 %

滴定度: 3.80228 (mg/mL)

图示 7

K-F 法测水实验

1 求滴定度

根据 K-F 滴定试剂的滴定度值, 如 3-4mg/ml, 注入 100μl 水(相当于 100mg), 则需要的滴定剂的范围为: 33.33-25ml 之间, 则通常取小于 25ml. 求出滴定结果为 3.80228(最少做二次).

$$T(\text{滴定度}) = m_1 (\text{水的质量 mg}) / V_1 (\text{滴定剂耗用量})$$

$$W (\text{试样中水分质量百分含量}) = T \cdot V_1 \cdot 100 / (m_2 \cdot 1000)$$

2 测定 20μl 水结晒台 如下:

K-F 滴定试剂的耗用体积(ml)		水的回收率 (%)		误差	
5.2		98.9		-1.1	
5.2		98.9		-1.1	
5.3		100.8		+0.8	
5.3		100.8		+0.8	
5.3		100.8		+0.8	
平均值	5.26	平均值	100.04	平均值	0.92

3 讨论

测定精度主要决定于取样精度, 本实验取样器是用 100μl 进样器取 20μl. 因此不够精确.

参考文献

- 1 GB/T 13753-92 染料中间体水分测定通用方法 (国标).
- 2 方建安等 微机多功能离子分析器的应用 - Karl-Fischer 法测定水, 分析仪器, 1995.
- 3 方建安, .影响卡尔-费休(Karl-Fisher)滴定法测水精度的几个因素.