

脂 (ester fonction) 和氯(ethyl succinyl chloride)的滴定

一、脂 (ester fonction) 的滴定

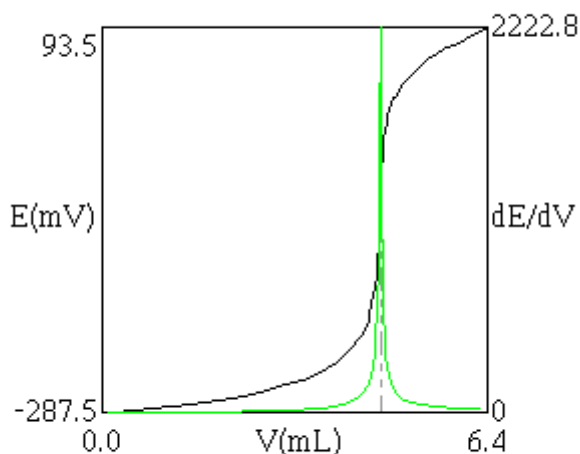
样品处理: 前处理由委托单位完成 (略)

1. 硫酸的标定浓度为 0.0992mol/L。
2. 器为《FJA-2 微机控制自动滴定系统》(中科院南京土壤研究所技术服务中心研制与生产)。
3. 电极为 201 型 PH 复合电极。
4. 先吸取 10ml 空白液进行滴定, 然后吸取 10ml 样品溶液进行滴定, 仪器自动计算出脂的百分含量。滴定曲线的图谱 (其中一个) 如下图所示, 结果如下:

脂的含量分析结果

滴定次数	滴定剂的耗用量 (ml)	脂的百分含量 (%)	标准差	CV%
1	4.635	95.308		
2	4.642	95.234		
3	4.648	95.161		
平均值	4.642	95.234	0.0735	0.077

样品-S--滴定及其导数曲线



终点1 体积: 4.635mL 电位: -78.7mV
浓度: 95.30841%

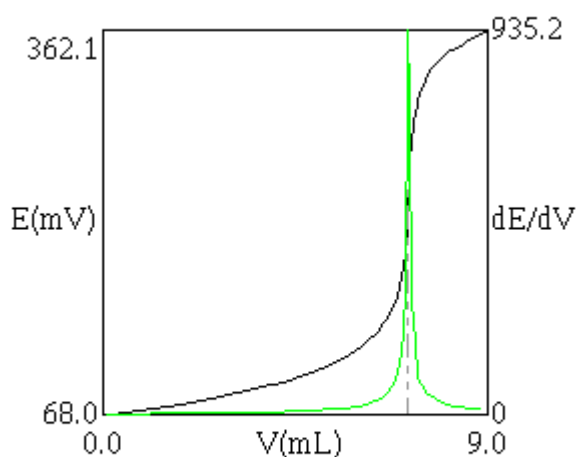
氯(ethyl succinyl chloride)的滴定

1. 定剂硝酸银的标定浓度为 0.1076mol/L。
2. 仪器为《FJA-2 微机控制自动滴定系统》(中科院南京土壤研究所技术服务中心研制与生产)。
3. 指示电极为氯电极, 参比电极为双液界饱和甘汞电极。
4. 在有盖子的玻璃容器中, 放入浓度为 1N 的苏打溶液 20ml, 在数字天平上迅速加入 100mg 左右(几滴)样品溶液, 正确读取样品的重量, 盖上盖子, 反应十分钟, 然后, 添加 50ml 蒸馏水, 搅拌 5 分钟, 并用浓硝酸调节 pH 在 1-2 之间。最后用 0.1076N 的硝酸银溶液进行滴定。仪器自动计算出氯的百分含量。滴定曲线的图谱 (其中一个) 如下图所示, 结果如下:

氯的含量分析结果

滴定次数	滴定剂的耗用量 (ml)	氯的百分含量 (%)	标准差	CV%
1	7.450	99.95 (样重 132mg)		
2	6.440	100.15 (样重 114mg)		
3	7.190	100.26 (样重 127mg)		
平均值	7.027	100.12	0.2223	0.222

样品-1--滴定及其导数曲线



终点1 体积: 7.190mL 电位: 235.3mV
浓度: 100.26070%

三. 对结果的讨论

1. 样品的测定的精度因为电位滴定法是一种常量精密分析方法, 它的主要精度主要取决于以下几个因素:

(1) 滴定反应的平衡常数 K ; (2) 滴定时所选择的具体参数; (3) 电位滴定终点的判别方法; (4) 滴定剂浓度的准确度; (5) 滴定管发送精度; (6) 滴定池的结构; (7) 样品前处理与滴定时吸液 (或称重) 引起误差等因素。

对于这两种滴定和使用这种精密自动滴定仪来说, 在上述诸因素中, 样品前处理与滴定时吸液 (或称重) 引起误差因素是决定滴定精度的最重要, 而且是最根本的因素。

2. 不一定要完全按照外国人提供的方法来做, 要建立适合实际情况的, 效果好的方法, 这样在保证精度的前理下, 既能省时, 又能省试剂。

参考文献

- 【1】 斯维拉。G 著, 高立译。自动电位滴定。北京。原子能出版社。1985
- 【2】 方建安, 夏 权编著。电化学分析仪器。南京, 东南大学出版社, 1992
- 【3】 方建安, 影响电位滴定精度的几个问题, 分析仪器, (4), 1993
- 【4】 方建安, 方 晖等, 一种微机控制的自动光度滴定系统, 分析化学, (10) 24, 1233, 1996