

自动电位滴定法测定水中溶解氧

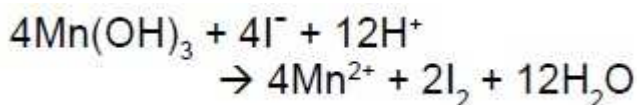
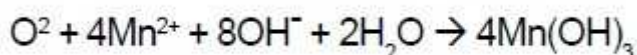


一、实验目的

- 1.学习电位滴定法测定水中溶解氧的原理。
- 2.掌握实验的操作要点和实验方法。
- 3.熟悉电位滴定仪的使用方法。

二、实验原理

参照国标 GB7489-87, 碘量法是测定水中溶解氧的基准方法, 在没有干扰的情况下, 此方法适用于各种溶解氧浓度大于 0.2mg/L 和小于氧的饱和浓度两倍 (约 20mg/L) 的水样。本实验采用碘量法测定水中溶解氧, 在样品中溶解氧与刚刚沉淀的二价氢氧化锰 (将氢氧化钠或氢氧化钾加入到二价硫酸锰中制得) 反应。酸化后, 生成的高价锰化合物将碘化物氧化游离出等当量的碘, 用硫代硫酸钠滴定游离的碘量, 仪器运行方法自动得出水中溶解氧的结果。反应方程式如下:



计算公式: $R = C_{\text{titr}} * V_{\text{titr}} * 32 * 1000 / V_{\text{smp}} * 4$

R——溶解氧的含量, mg/L

C_{titr} ——硫代硫酸钠的浓度, mol/L

V_{titr} ——消耗硫代硫酸钠的体积, L

32——氧气的分子量, g/mol

V_{smp} ——样品体积, mL

此滴定采用连续动态拐点滴定方法和铂工作电极, 由预先设好的程序通过电位来自动识别终点。

市场部: 周小姐 电话: 020-38055580 E-mail: cherryradiometer@126.com

技术部: 陈先生 电话: 15322397458 E-mail: ctl_radiometer@126.com

三、电极与试剂

1. 仪器

TIM840 电位滴定仪

MC3051Pt-9 金属铂电极

2. 试剂

硫酸溶液: $C(1/2H_2SO_4) = 2\text{mol/L}$

碱性碘化物-叠氮化物试剂: 将 35gNaOH+27gNaI 溶解蒸馏水中, 1gNaN₃ 溶解蒸馏水中, 两种溶液混合于 100ml 棕色容量瓶中定容。

无水二价硫酸锰溶液: 340g/L

碘酸钾标准溶液: $C(1/6KIO_3) = 10\text{mmol/L}$

硫代硫酸钠标准溶液: $C(Na_2SO_3) = 10\text{mmol/L}$

碘化钾

四、实验步骤

1. 开机, 按 esc 键 3 秒, 输入密码 123456, 按确认键, 退出模式, 选择 supervisor 模式。安装相应电极, 进入管理员 (supervisor) 模式, 在主窗口选择一个方法, 在方法面板编辑方法, 在电极面板编辑电极, 在滴定剂面板编辑滴定剂、安装滴定剂以及输入浓度。(具体设置和操作见 **TIM 840 titration manager 操作说明书**)。

2. 取 300ml 试样于细口瓶中, 加入 1ml 二价硫酸锰溶液和 2ml 碱性碘化物-叠氮化物试剂, 将细口瓶上下颠倒转动几次, 使瓶内的成份充分混合。静止, 确保所形成的沉淀物已沉降在细口瓶下三分之一部分, 慢速加入 1.5ml 硫酸溶液, 使沉淀物完全溶解, 摇匀。取细口瓶内一定量的组分于烧杯中, 放入搅拌子。用蒸馏水清洗电极和滴定管, 把电极和滴定管插入待测液中, 注意不要让搅拌子碰到电极和滴定管。

3. 一些主要的方法参数如下:

Burette volume: 25 ml

Maximum volume: 25 ml

Stirring speed: 550 rpm

Working mode: mV

Start timer: 10 seconds

Stop point: 120mv

Direction: decreasing mV

Minimum speed: 0.2 ml/min

Maximum speed: 5.00 ml/min

Smoothing parameter: 5

Inflection NO.1

Minimum ordinate: 200mv

Maximum ordinate: 450mv

Sample unit: ml

Sample amount: 100mL (取决于试样)

Result: mg/L

Molar weight: 32 g/mol

Reaction: 1Smp + 4Titr

市场部: 周小姐 电话: 020-38055580 E-mail: cherryradiometer@126.com

技术部: 陈先生 电话: 15322397458 E-mail: ctl_radiometer@126.com

4. 硫代硫酸钠标准溶液作为滴定剂，运行方法。
5. 保存结果。如果要做几个平行样品，则清洗电极和滴定管，清洗小塑料瓶，然后加入新样品。
6. 滴定操作完成后，为防止管路中的滴定剂被污染，把管路中的滴定剂排出，用蒸馏水清洗管路，然后用蒸馏水清洗滴定管和电极，MC3051Pt-9 铂电极清洗后用电极帽套上即可。
7. 直接从主机后面的开关关机。最后用防晒布把主机盖好。

五、注意事项