

## 自动电位滴定法测定苯类产品溴价



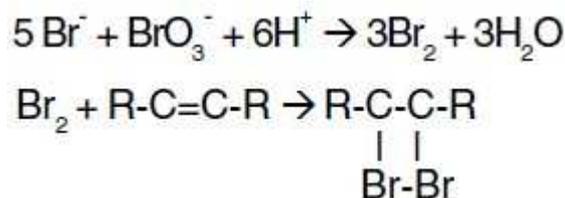
### 一、实验目的

- 1.学习电位滴定法测定苯类产品溴价的原理。
- 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

将苯类产品溶解在一特定溶剂内，用溴化钾-溴酸钾标准溶液滴定。因被测溶液中游离溴浓度的微小增加而引进电极电位的突变，即为滴定的终点。在给定条件下，100g 所消耗溴的克数，称为样品的溴价。

反应方程式如下：



苯类产品的溴价 R (g/100g) 计算公式：

$$R(\text{bromine number}) = (V_{\text{titr}} - V_{\text{blk}}) * C_{\text{titr}} * 159.8 * 100 / W_{\text{smp}} * 1000$$

式中：R(bromine number) —— 苯类产品的溴价，g/100g

$V_{\text{blk}}$  —— 空白试验时所消耗的溴标准溶液量，ml

$V_{\text{titr}}$  —— 滴定试样时所消耗的溴标准溶液量，ml

$C_{\text{titr}}$  —— 溴标准溶液的浓度，mol/L

159.8 —— 溴的分子量，g/mol

$W_{\text{smp}}$  —— 样品的重量，g

此滴定采用连续动态滴定方法和双铂工作电极，由预先设好的程序通过电位来判断终点。

### 三、电极与试剂

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

## 1. 仪器

TIM865 电位滴定仪

M241Pt2—8 金属双铂电极

## 2. 试剂

2.1 0.25mol/L 溴标准溶液:

用蒸馏水溶解 51.0gKBr+13.92KBrO<sub>3</sub>, 于 1000ml 棕色容量瓶定容。

2.2 滴定溶液

由下列试剂按体积依次混合制备成 1L 溶液:

冰醋酸: 704ml

四氯化碳: 134ml

无水甲醇: 116ml

硫酸 (1+5): 18ml

二氯化汞甲醇溶液 (100g/L): 18ml

溴化钾水溶液 (30g/100g 水), 10ml

## 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 865 titration manager 操作说明书**)。

2. 用准确量取 100ml 滴定溶液于 150ml 烧杯中, 加入 5ml 稀释后的样品, 放入搅拌子, 开启搅拌, 样品冷却至 0~5℃。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。

4. 方法参数设置如下:

1) 开机自检后在 Supervisor 模式下进行参数设置 (进入 Supervisor 模式, 详见说明书)

2) 在主窗口 (方法窗口) 开始参数设置:

Mode: continuous IP

Measurement: mv(i>0)

Temperature: probe

Blank: YES

### Method Parameters 方法参数设置

Electrode ID: M241Pt2-8

Titrant ID: Br2

Current value: 5 μ A

Burette volume: 25 ml

Maximum volume: 25 ml

Stirring speed: 500 rpm

Start timer: 30s

Stop point: 0 mv

Minimum speed: 0.5 ml/min

Maximum speed: 3.00 ml/min

Smoothing param: 8

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

Direction: decreasing mV

Number of IP: 1

Stop at last IP: YES

Inflection 1:

Min. ordinate: 200mv

Max. ordinate: 800mv

**Sample:样品参数设置**

Dilution: YES

Sample unit: g

Sample amount: 2g (取决于试样)

Final dilution vol.: 50ml

Aliquot : 5ml

**Result结果参数**

Result unit: ml(进入结果参数后, 按向右键就可以设置了)

Equation 1: Bromine number

Equation Unit: g/100g

Equation:  $(R1*CT*15.98*DA)/(SA*AL)$

5. 设置好参数后, 退出到方法窗口, 点击 Check “...” 后按照提示进行安装试剂、安装完电极后, 在试剂窗口点击 Calibrate/Enter titer 进入, 输入 Br<sub>2</sub> 标液的浓度。
6. 运行方法。先做空白, 再做样品
7. 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。
8. 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, M241Pt2-8 双铂电极清洗后用电极帽套上即可。
9. 直接从主机后面的开关关机。最后用防晒布把主机盖好。