



HIRANUMA Co., Ltd.

1739 本吉田, 水戸, 茨城县, 310-0836, 日本

分析報告

丙酮中痕量氯离子含量测定

丙酮中痕量氯离子含量测定

1. 摘要

丙酮中痕量氯离子分析采用硝酸银标准溶液滴定（沉淀法），仪器为 HIRANUMA 自动电位滴定仪 COM-1600。

2. 仪器与试剂

(1) 仪器

HIRANUMA 自动电位滴定仪:	COM-1600ST
滴定管头:	H-900-5 (5 mL)
银指示电极:	AG-312 (用于非水滴定)
银参比电极:	MS-231

(2) 试剂

- i) 0.002 mol/L 硝酸银标准溶液($f=1.009$)
- ii) 醋酸(reagent grade)

3. 样品

两个样品: 丙酮 A (空白) 丙酮 B (样品)

4. 测试步骤

- (1) 体积移液管准确移取 30 mL 样品于 50 mL 烧杯中。
- (2) 加入约 0.5 mL 醋酸使溶液 pH 呈酸性。
- (3) 开始滴定。滴定的突跃点即为测试终点。氯离子的含量按照式(I)计算。丙酮 A 所消耗的硝酸银体积是丙酮 B 样品的空白值。

$$\text{氯离子[ppm]} = \frac{(D-B) \times F \times K \times M \times 1000}{S} \quad \dots \quad (I)$$

- D : 0.002 mol/L 硝酸银标准溶液的消耗体积 (mL)
 B : 空白 (样品丙酮 A 所消耗的硝酸银的体积(0.0303 mL))
 F : 硝酸银准溶液的系数(1.009)
 K : 氯的分子量 (35.45)
 M : 硝酸银标准滴定液的摩尔浓度 (0.002 mol/L)
 S : 样品量 (30 mL)

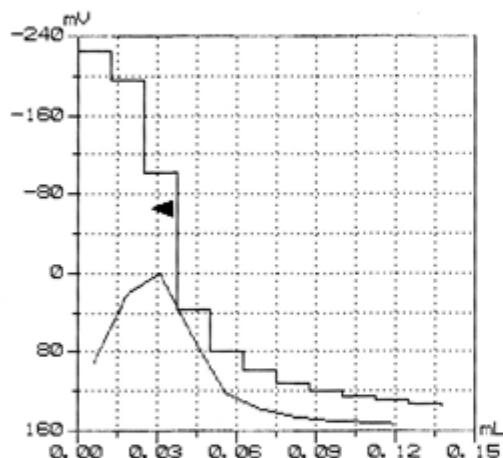
5. 结果

表 1 显示测试结果, 图 1 和图 2 显示滴定曲线, 图 3 为滴定条件。

表 1 丙酮溶液中氯离子浓度

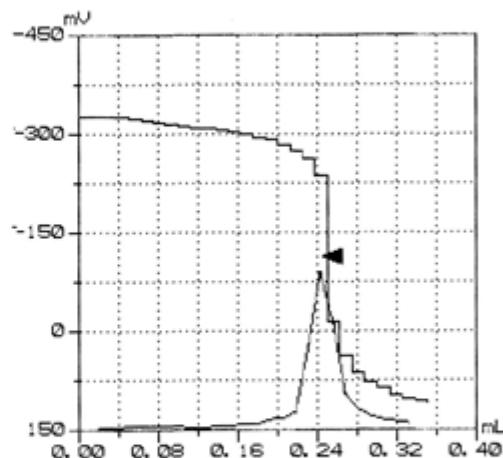
样品	测量编号	滴定体积 (mL)	氯离子浓度 (ppm)	统计计算	
				平均值	SD
丙酮 A	1	0.033	0.0787	0.072 ppm	
	2	0.030	0.0715		0.006 ppm
	3	0.028	0.0668		8.3 %
丙酮 B	1	0.234	0.4857	0.512 ppm	
	2	0.233	0.4834		0.016 ppm
	3	0.245	0.5120		3.2 %

```
===== HIRANUMA COM-1600 =====
Date      2006/05/16 18:37
Tit.Time   0:02:50
Name      DDAA 6055 CI-
SAMPLE No 3
ID Code    1
MASTER No 6
CONDITION 6
```



```
Initial      -224.2 mV
Temp        20.0 °C
EP          -64.3 mV
            0.028 mL
dE/dV       8260
SIZE        30.00000 g
*Conc       0.0668 PPM
```

```
===== HIRANUMA COM-1600 =====
Date      2006/05/16 19:07
Tit.Time   0:05:15
Name      DDAA 6055 CI-
SAMPLE No 3
ID Code    2
MASTER No 6
CONDITION 6
```



```
Initial      -327.2 mV
Temp        20.0 °C
EP          -111.3 mV
            0.245 mL
dE/dV       10453
SIZE        30.00000 g
*Conc       0.5120 PPM
```

图 1 丙酮 A 滴定曲线示例

图 2 丙酮 B 滴定曲线示例

```

===== TITRATION Para =====
MASTER No 8
CONDITION 7
Auto Input -
Name Cl-
CONDITION No 7
Method Auto
Amp No 3
BURET No 1
Meas Unit mV
S Timer 15 sec
CP mL 0.00 mL
T Timer 0 sec
DP mL 0.00 mL
End Sens 2000
Over mL 0.10 mL
Max Volume 2 mL

Constant No 8
Unit PPM
Size 30.00000 g
Blank 0.0303 mL
Factor 1.0090
Molarity 0.0020 mol/L
K 35.4500
L 0.0000
Formula (D-B)*K*F*M*1000/S

Mode No 19
Pre Int 0 sec
Del K 0
Del Sens 0 mV
Int Time 3 sec
Int Sens 3 mV
Brt Speed 2
Pulse 40

```

图 3 滴定条件

6.注意事项

本实验采用 0.002mol/L 硝酸银准溶液测定样品中痕量氯离子的含量。由于滴定过程是在非水条件下进行的，电极的电位会不稳定。尤其是参比电极套筒周围的无水环境会导致参比电极的内阻增大，从而导致指示电位的不稳定。测试结束后将参比电极浸入纯水中，或定期松开电极套筒进行维护。