

FJA-05 型硫醇硫测定仪

使用说明书

一 概述

滴定分析法是常规化验室中最常用的精密分析方法之一，国标 GB/T 1792-88 规定了用电位滴定法测定无硫化氢的喷气燃料、汽油、煤油和轻柴油中的硫醇硫。FJA-05 型硫醇硫测定仪（下称仪器）由自动滴定仪主机、硫醇硫专用软件、硫醇硫电极、pH 电极和微型搅拌器等组成。仪器能实现自动滴定、自动计算出百分含量。因此该仪器对评价喷气燃料、汽油、煤油和轻柴油的气味、对燃料系统橡胶部件的影响程度及对燃料系统腐蚀性能的研究具有重要的实用意义。

二 方法原理

1 根据 GB/T 1792-88 提供的测试方法

将无硫化氢试样溶解在乙酸钠的异丙醇溶剂中，用硝酸银醇标准溶液进行电位滴定，用 pH 玻璃电极作参比电极，硫醇硫电极作为指示电极，二电极之间的电位突跃指示滴定终点。在滴定过程中，硫醇硫沉淀为硫醇银。

2 标准溶液的配制

(1) 0.1mol/L 碘化钾标准溶液的配制 在水中溶解约 17g(称准至 0.01g)碘化钾，并在容量瓶中用水稀释至 1L，计算精确的摩尔浓度。

(2) 0.1mol/L 硝酸银醇标准溶液的配制 在 100mL 水中溶解 17g 硝酸银，用异丙醇稀释至 1L。储存在棕色瓶中，每周标定一次。标定的方法如下：量取 100mL 水于 200mL 烧杯中，加入 6 滴硝酸，煮沸 5min，赶掉氮的氧化物。待冷却后准确量取 5mL 0.1mol/L 碘化钾标准溶液于同一烧杯中，用硝酸银醇标准溶液进行电位滴定，计算精确的摩尔浓度。

(3) 0.01mol/L 硝酸银醇标准溶液的配制 在 10mL 0.1mol/L 硝酸银醇标准溶液于 100mL 棕色容量瓶中，用异丙醇稀释至刻度。有效期不超过 3 天，若出现浑浊沉淀，必须另配。在有争议时，需当天配制。

(4) 滴定溶剂 通常汽油中含分子量低的硫醇，在酸性滴定剂中容易损失，应采用碱性滴定溶剂，喷气燃油、轻柴油中含分子量较高的硫醇，用酸性滴定溶剂，则有利于在滴定过程中更快达到平衡。

碱性滴定溶剂的配制：称取 2.7g 结晶乙酸钠或 1.6g 无水乙酸钠，溶解在 25mL 无氧水中，注于到 975mL 异丙醇中。

酸性滴定溶剂的配制：称取 2.7g 结晶乙酸钠或 1.6g 无水乙酸钠，溶解在 20mL 无氧水中，注于到 975mL 异丙醇中，并加 4.6mL 冰乙酸。

详见国标 GB/T 1792-88 馏分燃料中硫醇硫测定法（电位滴定法）中 4.2。

3 试样的测定

吸取或称取无硫化氢试样 20-50mL，置于装有 100ml 滴定溶剂的 200mL 烧杯中，立即将烧杯放置在电磁搅拌器上，插入电极，使电极端部浸入溶剂中工作站的滴定管中吸满 0.01mol/L 硝酸银醇标准溶液，滴定头插入烧杯中液面下，搅拌速度适当（既剧烈，而又不飞溅）。

三 仪器性能

FJA-05 型硫醇硫测定仪是一体化独立使用的仪器，它采用滴定法测定硫醇硫含量。

主要特点：

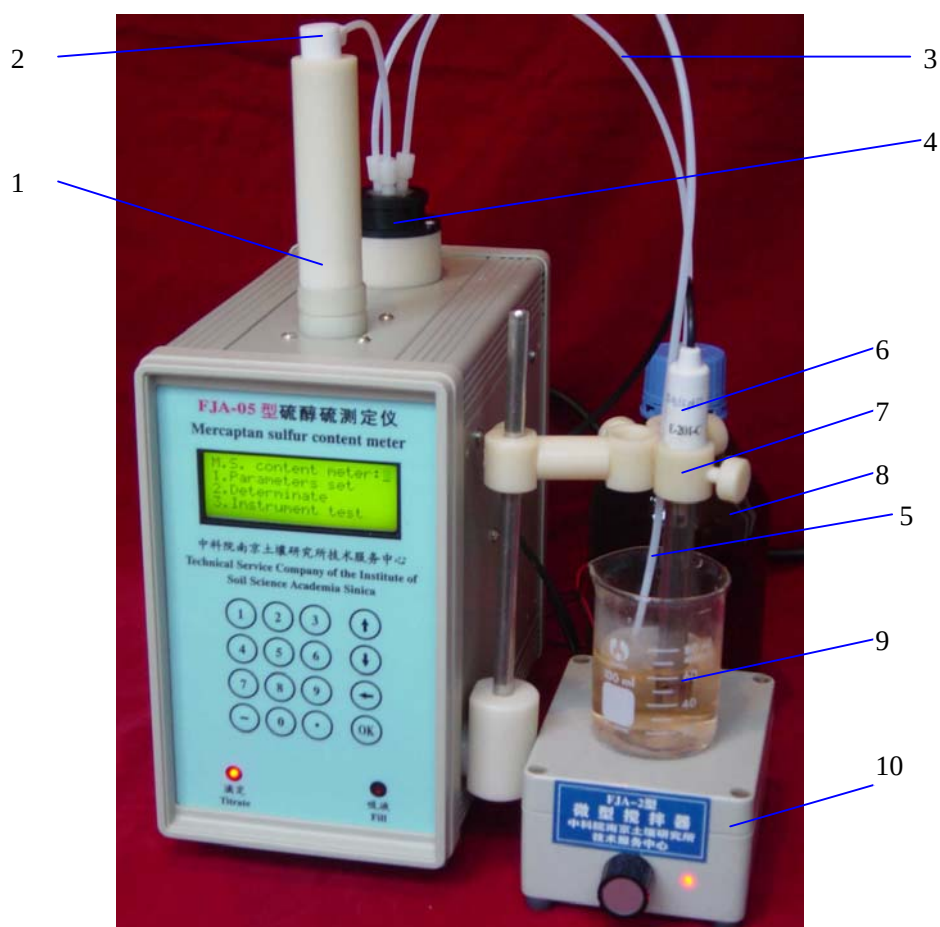
- 1、液晶显示，菜单操作；
- 2、方法参数通过人机对话设置，开机自动恢复前次设置；
- 3、具有预滴定功能，让仪器学习终点条件，减少人工设置终点的盲目性。

主要技术参数:

- 1、滴定管部分能自动滴液，自动补液，自动转阀，自动空位补偿；
- 2、滴定最小发送体积 0.01ml，滴定体积自动累加；
- 3、发送体积精度可以由用户通过滴定比例系数校正和调整；
- 4、电位滴定法的信号通过高阻放大器输入，输入阻抗 $\geq 10^{12}$ 欧；
- 5、信号采集最小读数为 0.1mV。

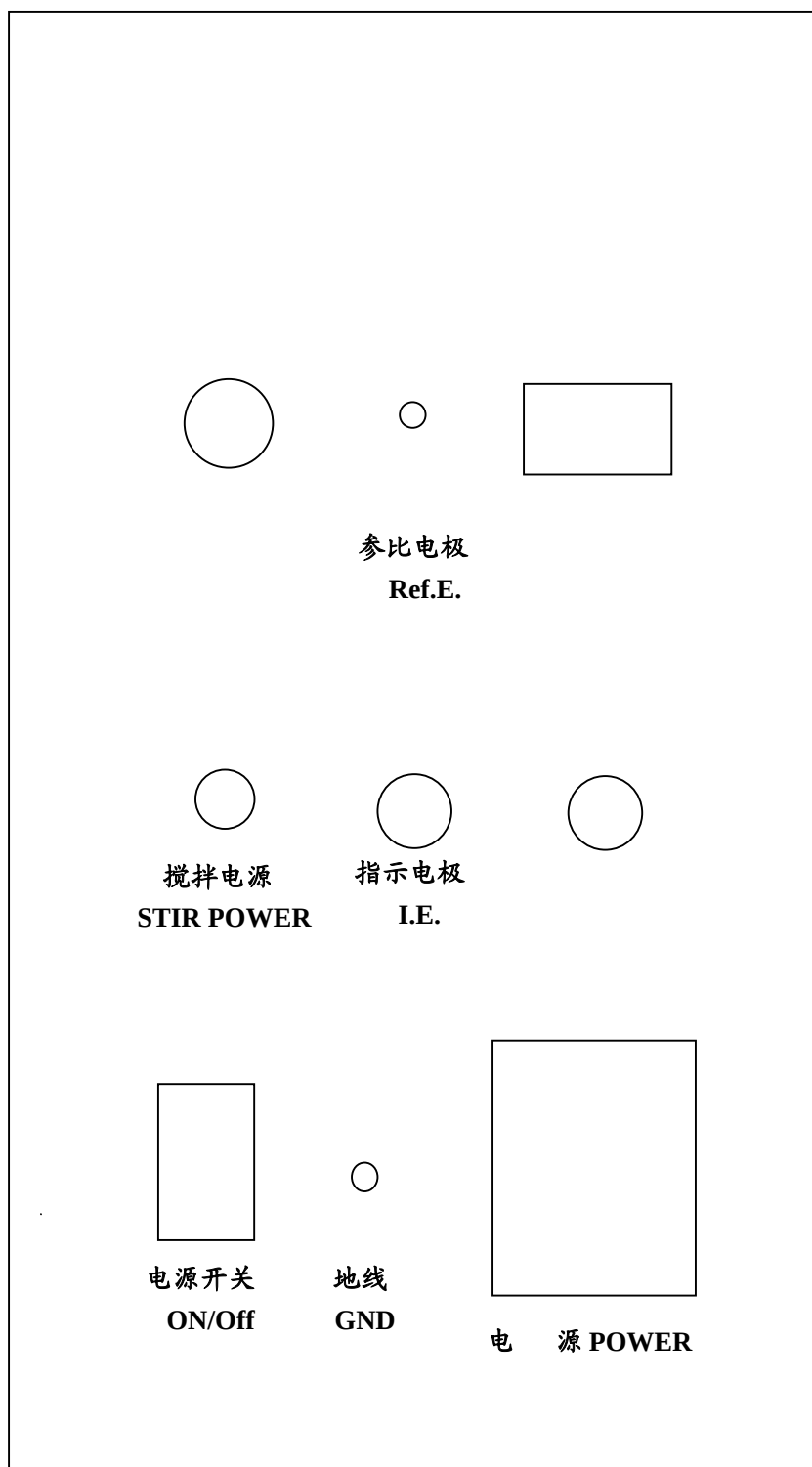
四 仪器外形

仪器外形如下图所示。图中标出与仪器相联的各附件名称。仪器正面板上分别是用于人机交互的液晶显示屏和键盘、滴定状态和吸液状态的指示灯。



- | | | | | | |
|-------|--------------|-------|-------|-------|----------|
| 1 注射器 | 2 注射器与三通阀连接头 | 3 吸液管 | 4 三通阀 | 5 滴液管 | |
| 与滴定头 | 6 电极 | 7 电极架 | 8 试剂瓶 | 9 滴定池 | 10 磁力搅拌器 |

下图是仪器的后面板。



五 使用方法

- 1、将滴定使用的传感器正确连接到仪器后面板上。
- 2、接上 220V/50Hz 交流电，打开后面板上的电源开关。
- 3、开机后仪器进行初始化，液晶显示屏出现以下提示：

System initializing

Please wait...

4、初始化结束后，仪器显示主菜单：

M.S. content meter:

1.Parameters set

2.Determinate

3.Instrument test

5、根据液晶屏上的菜单提示，按‘1’、‘2’或‘3’进行参数设置、测量或仪器测试。各部分的具体操作过程请详见“操作说明”部分。

六 操作说明

1、参数设置（Parameters set）

当仪器显示主菜单时，按键盘上“1”键，就进入参数设置功能，依次设置预设终点电位和样品空白体积。

1) 设置预设终点电位的屏幕显示为：

Pre. Vol.(mV):XXX

0.Pre_Titrate

1.OK 2.CANCEL

其中，在提示“Pre. Vol.(mV):”后显示的“XXX”为预设终点电位值，可以用键盘修改，也可以选择“0”进行预滴定（Pre_Titrate）。具体操作如下：

按“↑”和“↓”键，光标在不同行之间切换。当光标在数据行时，按“←”键删除光标前的数字，按“0”到“9”键输入相应的数字。参数设置后，移动光标到第四行，按“1”键接收输入，并保存相应的设置值，进入下一屏的参数设置；若按“2”键，则取消本屏参数输入，恢复以前的参数，进入下一屏空白体积的设置；若按“0”键，则进行预滴定。

预滴定前要通过人机对话输入滴定过程中每次添加滴定剂的体积，其屏幕显示为：

dV(ml):XXXXXX

Vx(ml):XXXXXX

1.OK 2.CANCEL

其中，“dV”为每次添加滴定剂的体积，单位为 ml；“Vx”为样品体积，单位为 ml，这个参数在这里不一定需要正确输入。

这里与上面设置预设终点电位操作基本相同，不同的是如果在最后一行按“2”键，则取消本屏输入，并且不向下执行预滴定。如果要继续执行预滴定，不管是否修改以上体积参数，都必须按“1”键。

体积参数输入结束后，仪器根据输入的“dV”进行预滴定。仪器显示：

Pre_Titrate:

E: XXXXXXXXXmV

Press 'OK' to End

在预滴定过程中，仪器不断刷新信号电位值“E”。用户根据显示电位变化情况或其它化学信息判断本次滴定是否到达终点。如果到达终点，则按“OK”键结束预滴定。仪器自动学习预设终点电位值“Pre. Vol.”，仪器回到预设终点电位的屏幕显示这个数值，并根据前面的介绍进行进一步的操作。

2) 设置样品空白体积的屏幕显示为：

V0(ml):XXXXXX

0.Det. via tit.

1.OK 2.CANCEL

其中，“V0”为样品空白体积，单位为 ml。操作方法同上。不同的是这里可以选择“0”通

过实际滴定（Det. via tit.）确定样品空白体积。

通过实际滴定确定样品空白体积的过程如下：首先要输入滴定过程中每次添加滴定剂体积，这个步骤同预滴定过程，然后进入滴定过程，屏幕显示为：

```
Titrating...
V: XXXXXml
E: XXXXXXXXmV
Press 'OK' to End
```

在滴定过程中，仪器不断刷新已添加的滴定剂体积“V”和信号电位值“E”。仪器根据信号变化是否达到设定的滴定终点电位，判断滴定是否到达终点。如果满足上述条件，则自动结束滴定过程。如果滴定剂添加体积超过最大滴定体积“max vol.”仪器也自动结束滴定过程。也可以人为地按“OK”结束滴定。

这个滴定过程结束后，仪器自动确定样品空白体积，回到预设样品空白体积的屏幕显示这个数值，并根据前面的介绍进行进一步的操作。

2、测量（Determinate）

当仪器显示主菜单时，按键盘上“2”键，就选择了测量功能。测量过程前要输入滴定过程中每次添加体积和样品体积，这个过程同预滴定。此外还要输入滴定剂浓度和样品重量，这时屏幕显示为：

```
Cs(mol/l):XXXXXX
Wx(g):XXXXXX
1.OK 2.CANCEL
```

其中，“Cs”为滴定剂的浓度，单位为 mol/l；“Wx”为样品重量，单位为 g。输入操作方法同前。

设置好上述参数后，仪器进入滴定过程，此过程同上面的样品空白体积的滴定过程。滴定结束后，仪器显示为：

```
V: XXXXXml
C: XXXXXmol/l
XXXXXXX%
3.Titrate 0.Back
```

其中，“V”是滴定过程中添加的滴定剂总体积；“C”为以 mol/l 为单位表示的样品浓度；第三行为样品的百分浓度。此时，光标停在第四行。如果按“3”键，则进行下一个样品的滴定测量，过程同前；如果按“0”键，返回仪器主菜单。

3、仪器测试功能（Instrument test）

当仪器显示主菜单时，按键盘上“3”键，就选择了仪器测试功能，进行该方法的功能菜单：

```
Test Functions
1.Test Titrate
2.Test Collect
0.Back
```

这时，如果按“1”键则测试滴定功能，按“2”键则测试信号采集功能，按“0”键则返回主菜单。

1) 测试滴定功能

测试滴定功能部分的菜单为：

```
Test Titrate
1.Titrate 2.Fill
3.Send 4.Set Ratio
```

0.Back

这时，如果按“1”键，滴定管向上推动，直到操作者按除“1”以外的其它键为止；

如果按“2”键，滴定管进行补液，直到完成补液自动结束；

如果按“3”键，用户按提示输入发送体积（Send volume），单位为 ml，滴定管发送该体积的滴定液；

如果按“4”键，用户按提示设置滴定管比例系数（Titrator Ratio）。

如果按“0”键，则返回上层菜单。

其中，输入发送体积和滴定管比例系数的操作方法同上面各参数设置类似。

（2）测试信号采集功能

进入测试信号采集功能后，仪器显示：

Test Collect:

E:XXXXXXX

0.Quit

其中，第三行显示当前通道信号的采集结果，仪器统一转换为电位形式表示。在第四行按“0”键退回上一层菜单。

七 注意事项

1 在使用本系统前，必须认真阅读本仪器说明书。

2 为了保证本仪器的使用安全和稳定，交流电 220 伏电源的地线必须有效接地。

3 滴定管精度的校正，仪器在第一次使用前必须进行滴定管精度的校正。在环境温度变化较大或要求有较高的发送精度时，操作者随时可以校正滴定管，可按下列方法进行：在主菜单的【仪器测试功能】中的【测试滴定功能】，在其中发送一定体积的液体（如 6ml）到一个已知重量的称量瓶中，在千分之一或万分之一的数字天平上进行称重，并换算成该温度时的体积，如读数为 6.12ml。然后在【设置滴定管比例系数】中，将原比例系数（如 1095）改为 1073.5294（也即 $1095 \times 6 \div 6.12$ ）就可以了。

4 使用完毕后，如不再使用时，请要用蒸馏水清洗管道与注射器（一般稀酸不一定）。千万不能用拆卸注射器的方法来清洗，必须用清洗注射器（附件）来清洗，具体方法为：拔去三通阀与注射器的连接头，用带针头的清洗注射器抽去残液，再用蒸馏水与滴定剂清洗后，插紧三通阀与注射器的连接头。

5 所使用的滴定剂应避免含颗粒状杂物，易于结晶和沉淀的溶液就充分溶解后进入管道，以免堵塞和损坏仪器。

6 在使用仪器过程中，如发现仪器有缺陷（包括硬件和软件）或有一些建设性意见，望及时给我们反映，以便及时改进。如果仪器出现严重故障不能正常工作时，请及时与我们取得联系，进行检修。用户请不要自己修理。

8 仪器价格不包括安装、调试和上门服务费用。售后服务方式为通过各种运输方式寄回我中心，服务后寄还用户。

仪器号：

滴定管比例系数：

地 址：南京市北京东路 71 号

邮 编：210008

电 话：025-86881685

83356385

传 真：025-83356385

E-mail:fang-j-a@jlonline.com

<http://www.kew.cn>