

ZD-2 型自动电位滴定仪

使用说明书

上海仪电科学仪器股份有限公司

目 录

1 概述	-----	(2)
2 仪器的构成	(2)
3 仪器的使用	(6)
4 应用示例	(8)
5 注意事项	(8)
6 常见故障及排除方法	(8)
7 仪器的成套性	(9)
附录1: 缓冲溶液的pH值与温度关系对照表		
附录2: 缓冲溶液的配制		
附录3: 滴定终点的寻找		

1 概述

1.1 用途

ZD-2 型自动电位滴定仪适用于多种电位滴定，广泛应用于科研、教学、化工、环保等许多领域。

1.2 主要技术特点

- (1) 供实验室应用电位滴定法进行容量分析；
- (2) pH值或电极电位的控制滴定；
- (3) 用人工手动电位滴定法进行容量分析；
- (4) 供实验室取样测定水溶液的pH值；
- (5) 测量电极的电位值。

1.3 主要技术性能

- (1) 仪器级别：0.5级
- (2) 测量范围：pH：(0~14.00)pH
mV：(0~±1400)mV
- (3) 分辨率：pH：0.01pH
mV：1mV
- (4) 电子单元基本误差：
 - a) pH：±0.03pH±1个字；
 - b) mV：±5mV。
- (5) 仪器pH测量基本误差：±0.06pH。
- (6) 电子单元输入电流： 2×10^{-12} A。
- (7) 电子单元输入阻抗：不小于 $3 \times 10^{11} \Omega$ 。
- (8) 容量分析重复性误差：0.2%。
- (9) 滴定控制灵敏度
 - a) pH：±0.1pH；
 - b) mV：±5mV。
- (10) 终点设定范围：(0~±1400)mV或(0~14.00)pH。
- (11) 电子单元稳定性：±0.01pH/3h。
- (12) 仪器正常工作条件
 - a) 环境温度：(5~40)℃；
 - b) 相对湿度：不大于85%；
 - c) 供电电源：交流电压(220±22)V，频率(50±0.5)Hz；
 - d) 周围空气中无腐蚀性气体存在；
 - e) 周围无影响性能的振动存在；
 - f) 周围除地磁场外无其它影响性能的电磁场干扰。

2 仪器的构成

2.1 仪器的前面板

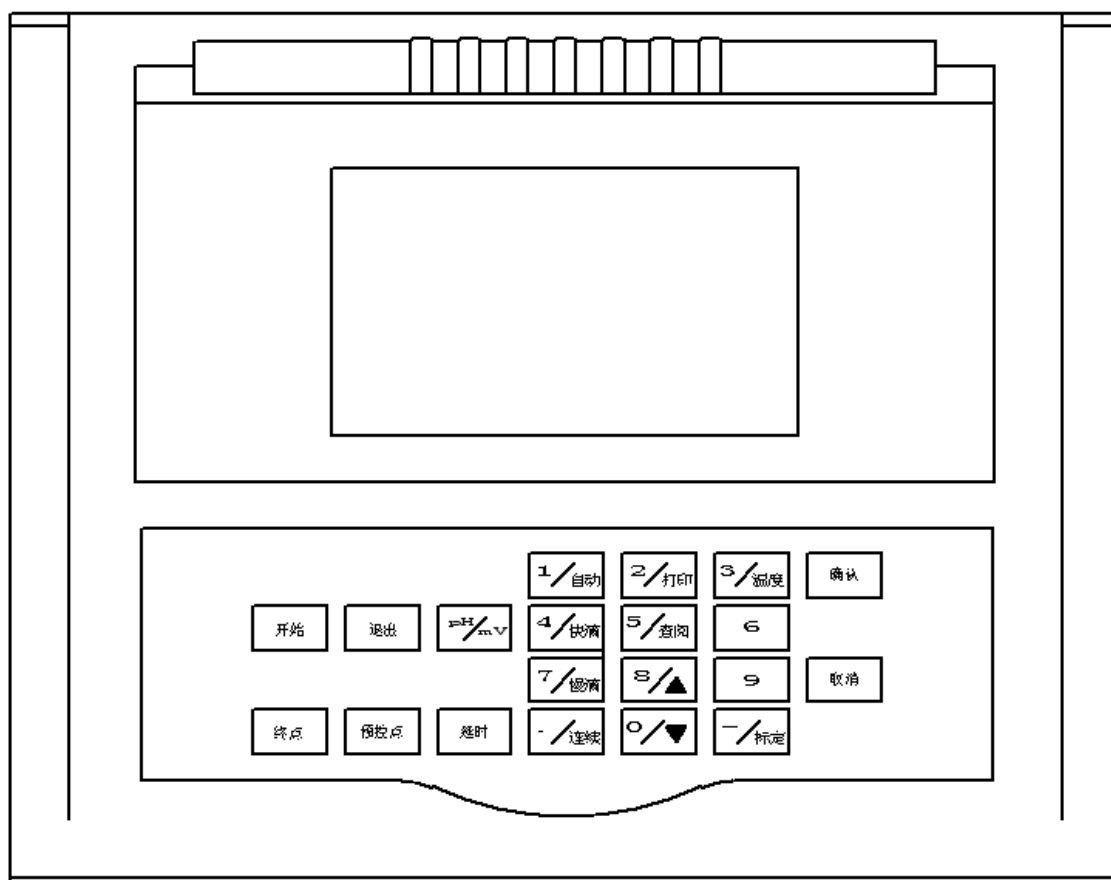


图1 前面板

仪器的前面板示意图见图1。显示器为240×128点阵的图形点阵液晶。仪器共有20个按键，其中9个为复用键。各按键的基本功能如下：

“开始”：开始滴定。

“退出”：终止滴定，进入测量状态。

“pH/mV”：选择pH 或电位（mV）的测量或滴定。按此键则轮流切换两种状态。在设置“终点”和“预控点”前应先确定pH 或mV状态。

“终点”：设置终点电位或pH值。

“预控点”：设置预控点电位或pH值，其大小取决于化学反应的性质，即滴定突跃的大小。一般氧化还原滴定、强酸强碱中和滴定和沉淀滴定可选择预控点值小一些；弱酸强碱、强酸弱碱可选择中间预控点值；而弱酸弱碱滴定需选择大预控点值。

“延时”：设置到达滴定终点与停止滴定之间的延迟时间。因化学反应需要一定的时间，当仪器测到终点电位或终点pH 值，关闭电磁阀后，可能电位或pH 值会有反复，所以在刚测到终点电位或终点pH 值时不宜立即终止滴定，应延迟一段时间，若有反复则继续滴定，直到电位或pH 值不再有反复后再终止滴定。有效范围是“0～200”秒，若输入一个大于200的数字，则显示XXX，表示一直不自动终止滴定。

“1/自动”：在数字输入状态，为数字键“1”；在测量状态，表示准备自动滴定。

“2/打印”：在数字输入状态，为数字键“2”；在测量状态，打印上次滴定过程的电位或pH值，每滴一次保存一个数据，最多100个。

“3/温度”：在数字输入状态，为数字键“3”；在测量状态，输入当前溶液温度。

“4/快滴”：在数字输入状态，为数字键“4”；在测量状态，表示准备控制滴定（快速）。

“5/查阅”：在数字输入状态，为数字键“5”；在测量状态，查阅上次滴定过程的电位或pH值，每滴一次保存一个数据，最多100个。

“6”：为数字键“6”。

“7/慢滴”：在数字输入状态，为数字键“7”；在测量状态，表示准备控制滴定（慢速）。

“8/▲”：在数字输入状态，为数字键“8”；在查阅数据时向上翻页。

“9”：为数字键“9”。

“./连续”：在数字输入状态，为小数点键；在测量状态，按住此键，电磁阀打开，溶液将从滴定管中滴下。放开按键，电磁阀立即关闭。

“0/▼”：在数字输入状态，为数字键“0”；在查阅数据时向下翻页。

“-/标定”：在数字输入状态，为负号键；在测量状态，表示准备进行pH标定，液晶右下角显示“标定”。在标定第一种溶液时，等电位显示稳定后，若只需一点标定，则按“确认”键完成标定；若需二点标定，则不按“确认”键，而是再按“-/标定”键，液晶右下角显示“斜率”，表示要进行二点标定中的第二种溶液的标定，等电位显示稳定后，按“确认”键完成二点标定。

“确认”：数字输入完毕或动作完成。

“取消”：取消数字输入。

2.2 仪器的后面板

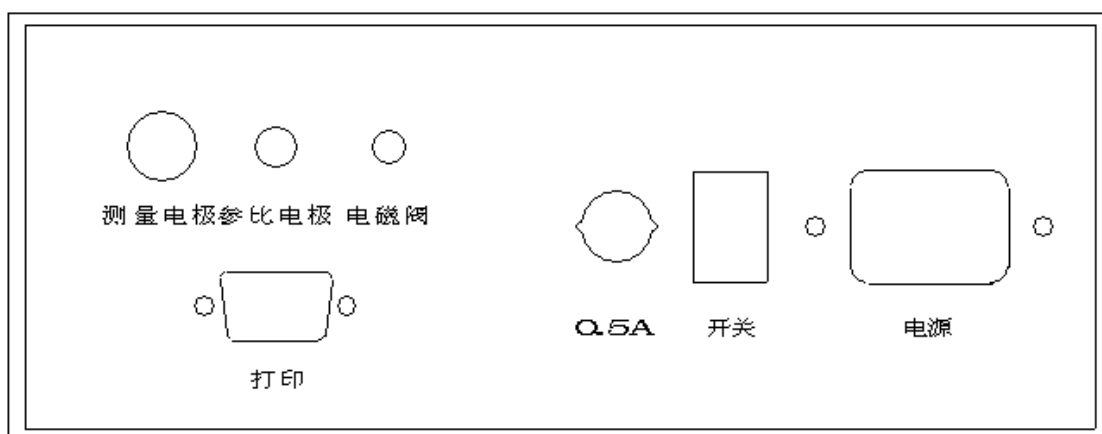


图2 后面板

电源：交流220v电源插座。

开关：电源开关。

0.5A: 0.5A保险丝座。

电磁阀: 电磁阀接口, Φ 3.5话筒插座。

参比电极: 参比电极接线柱。

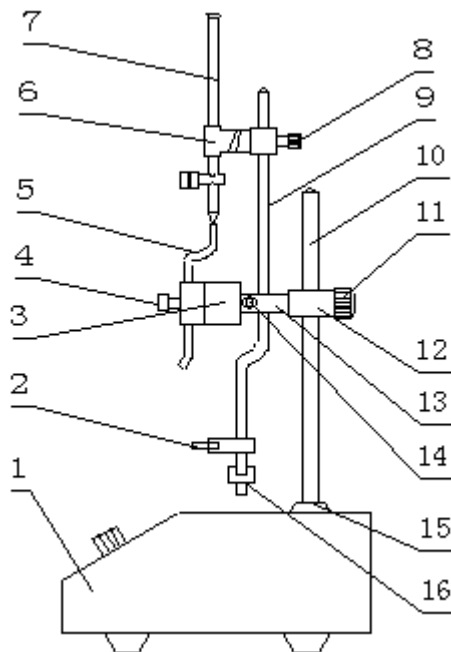
测量电极: 测量电极插座, Q9型。

打印: DB9插座, 接TPuP16打印机。

2.3 滴定装置

2.3.1 滴定装置的安装

滴定装置安装在JB-1A搅拌器上。安装步骤如下(见图2):



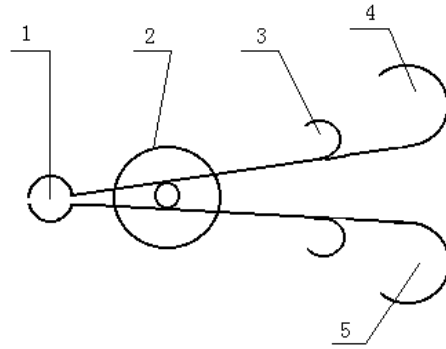
- 1) JB-1A型搅拌器 2) 电极夹 3) 电磁阀 4) 电磁阀螺丝 5) 橡皮管 6) 滴管夹
7) 滴定管 8) 滴管夹固定螺丝 9) 弯式滴管架(二) 10) 管状滴管架(一)
11) 螺帽 12) 夹套 13) 夹芯 14) 支头螺钉 15) 安装螺纹 16) 紧圈

图2

- (1) 将序号10的滴管架(一)旋在搅拌器的安装螺纹(15)上;
- (2) 将夹芯(13)、夹套(12)的孔对齐, 穿过序号10的滴管架(一), 调节到合适位置, 旋紧螺帽(11)固定之;
- (3) 将电磁阀(3)末端插入夹芯(13), 旋紧支头螺钉(14)固定之;
- (4) 将滴管夹(6)安装在序号9的滴管架(二)上, 调节至合适位置, 旋紧滴管架固定螺丝(8)固定之;
- (5) 将滴定管(7)夹在滴管架(6)上, 将电磁阀上方的橡皮管套入滴定管(7)末端;
- (6) 将电极夹(2)安装在序号9滴管架(二)的下端。装上电极及毛细管, 将电磁阀下方的橡皮管套入毛细管。

2.3.2 电极夹的使用

电极及毛细管的安装见图3。



- 1) 电极杆夹口 2) 弹簧圈 3) 滴液管(玻璃毛细管)夹口
4) 玻璃(pH、pNa)电极夹口 5) 甘汞(参比)电极夹口

图3

2.3.3 电磁阀的使用

电磁阀的结构见图4。

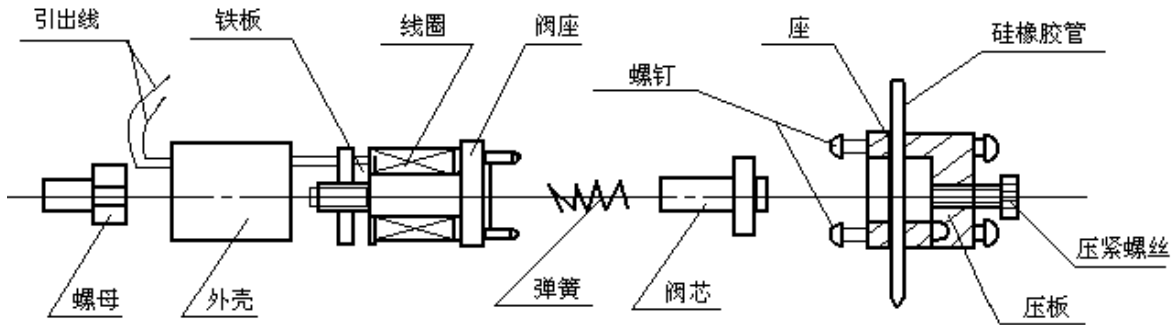


图4

使用前应调节压紧螺丝(4)，使电磁阀断电时，无滴液滴下；电磁阀开启时，滴液滴下，并调节合适的流量。

更换硅橡胶管时，先将图4中螺母拧下，将底座抽出。然后将底座上两个螺丝拧下，放松压紧螺丝，即可更换。

3 仪器的操作

仪器安装连接好以后，插上电源线，打开电源开关，预热15分钟。

3.1 mV 测量

- (1) 按“pH/mV”键使液晶左上角显示“mV”；
- (2) 将电极插入被测溶液中，将溶液搅拌均匀后，即可在读取电极电位mV值；

3.2 pH标定与测量

3.2.1 pH标定

仪器在进行pH测量之前，先要标定。一般来说，仪器在连续使用时，每天要标定一次。其步骤如下：

- (1) 用温度计测出被测溶液的温度值；

- (2) 按“温度”键，将测出的溶液温度输入到仪器中，按“确认”键；
- (3) 按“-/标定”键，液晶右下角显示“标定”；
- (4) 将清洗过的电极插入pH值为6.86的缓冲溶液中；
- (5) 等电位显示稳定后，若只需一点标定，则按“确认”键完成标定，标定过程结束；若需二点标定，则不按“确认”键，而是再按“-/标定”键，液晶右下角显示“斜率”，准备进行第二种溶液的标定，继续以下操作。
- (6) 用蒸馏水清洗电极，将电极插入pH值为4.00(或pH值为9.18)的标准缓冲溶液中；
- (7) 等电位显示稳定后，按“确认”键，完成二点标定，标定过程结束。

3.2.2 pH测量

- (1) 按“pH/mV”键使液晶左上角显示“pH”；
- (2) 用蒸馏水清洗电极头部，再用被测溶液清洗一次；
- (3) 用温度计测出被测溶液的温度值；
- (4) 按“温度”键，将测出的溶液温度输入到仪器中，按“确认”键；
- (5) 将电极插入被测溶液中，搅拌溶液使溶液均匀后，读取该溶液的pH值。

3.3 滴定

3.1 滴定前的准备工作

- (1) 按第2.3.1节安装好滴定装置，在试杯中放入搅拌棒，并将试杯放在JB-1A搅拌器上。
- (2) 电极的选择：取决于滴定时的化学反应，如果是氧化还原反应，可采用铂电极和甘汞电极和钨电极；如属中和反应，可用pH复合电极或玻璃电极和甘汞电极；如属银盐与卤素反应，可采用银电极和特殊甘汞电极。

3.2 手动滴液

按住“-/连续”键，电磁阀打开，溶液将从滴定管中滴下。放开按键，电磁阀立即关闭。

3.3 电位自动滴定

- (1) 按“pH/mV”键使液晶左上角显示“mV”。
- (2) 终点电位设定：按“终点”键，然后按数字键输入终点电位。
- (3) 预控点电位设定：预控点的作用是使仪器自动调节滴定速度。当测得电位离终点电位大于预控点电位时，滴定速度快；当测得电位离终点电位小于预控点电位后，滴定速度放慢，以便于精确控制滴定终点。按“预控点”键，然后按数字键输入预控点电位。例如：设定终点电位为500 mV，预控点为60 mV。若电极电位为800 mV，则自动滴定时，当测得电位大于560 mV时为快滴，当测得电位小于560 mV时自动转为慢滴。若电极电位为100 mV，则自动滴定时，当测得电位小于440 mV时为快滴，当测得电位大于440 mV时自动转为慢滴。
- (4) 打开搅拌器电源，调节转速使搅拌从慢逐渐加快至适当转速。
- (5) 按“1/自动”键，按“开始”键，仪器开始自动滴定，到达终点电位后自动结束。
- (5) 记录滴定管内滴液的消耗读数。

3.4 电位控制滴定

- (1) 按“pH/mV”键使液晶左上角显示“mV”。
- (2) 终点电位设定：按“终点”键，然后按数字键输入终点电位。

(3) 打开搅拌器电源，调节转速使搅拌从慢逐渐加快至适当转速。

(4) 按“4/快滴”键或“7/慢滴”键，仪器开始按固定的速度（快速或慢速）滴定，到达终点电位后自动结束。

(5) 记录滴定管内滴液的消耗读数。

3.5 PH自动滴定

按“pH/mV”键使液晶左上角显示“PH”，其余操作与“3.3 电位自动滴定”类似。

3.6 PH控制滴定

按“pH/mV”键使液晶左上角显示“PH”，其余操作与“3.4 电位控制滴定”类似。

4 应用示例

氧化还原滴定，重铬离子滴定亚铁离子：

(1) 将213型铂电极插入“测量电极”插座，217型甘汞电极插入“参比电极”插座。

(2) 滴液：0.0167mol/L±10%的重铬酸钾；

被滴液：取浓度为0.1mol/L±10%的硫酸亚铁铵10ml，加上15%浓度的硫酸10ml,溶解于50ml的蒸馏水中。

(3) 按“pH/mV”键使液晶左上角显示“mV”。590mV。

(4) 设置“终点”为590mV，“预控点”为90mV。

(5) 按“1/自动”键，按“开始”键，仪器开始自动滴定，到达终点电位后自动结束。

然后读数滴定管读数。

5 注意事项

(1) 仪器的输入端(电极插座)必须保持干燥、清洁。仪器不用时，将Q9短路插头插入插座，防止灰尘及水汽侵入。

(2) 测量时，电极的引入导线应保持静止，否则会引起测量不稳定。

(3) 用缓冲溶液标定仪器时，要保证缓冲溶液的可靠性，不能配错缓冲溶液，否则将导致测量不准。

(4) 取下电极套后，应避免电极的敏感玻璃泡与硬物接触，因为任何破损或擦毛都将使电极失效。

(5) 复合电极的外参比(或甘汞电极)应经常注意有饱和氯化钾溶液、补充液可以从电极上端小孔加入。

(6) 电极应避免长期浸在蒸馏水、蛋白质溶液和酸性氟化物溶液中。

(7) 电极应避免与有机硅油接触。

(8) 滴定前最好先用滴液将电磁阀橡皮管冲洗数次。

(9) 到达终点后，不可以再按“开始”键，否则仪器又将开始滴定。

(10) 请勿使用与橡皮管起化学反应的高锰酸钾等溶液。

6 常见故障及排除方法

(1) 仪器显示正在滴定，但无滴液滴下，而电磁阀插头连接无误，这时可调节电磁阀上的压紧螺丝(4)至合适的位置，使溶液能适量地滴下。

(2) 电磁阀关闭时，仍有溶液滴下，可重新调节电磁阀上的压紧螺丝(4)，如仍不能排除故障，则说明橡皮管道久用变形、弹性变差或橡皮管道安装位置不合适。这时可根据2.3.3条，

拆开电磁阀，变动橡皮管的上下位置或更换橡皮管道。调换前橡皮管最好放在略带碱性的溶液中蒸煮都数小时以上。

7 仪器的成套性

- (1) ZD-2型自动电位滴定仪 1台；
- (2) JB-1A型搅拌器 1台；
- (3) 滴定装置 1套；
- (4) 电极插口转换器 1只；
- (5) 附件一套，详见装箱单。

附录1：缓冲溶液的pH值与温度关系对照表

温度 ℃	0.05mol/L 邻苯二甲酸氢钾	0.025mol/L 混合物磷酸盐	0.01mol/L 四硼酸钠
5	4.00	6.95	9.39
10	4.00	6.92	9.33
15	4.00	6.90	9.28
20	4.00	6.88	9.23
25	4.00	6.86	9.18
30	4.01	6.85	9.14
35	4.02	6.84	9.11
40	4.03	6.84	9.07
45	4.04	6.84	9.04
50	4.06	6.83	9.03
55	4.07	6.83	8.99
60	4.09	6.84	8.97

附录2：缓冲溶液的配制

- (1) pH4.00溶液：用GR邻苯二甲酸氢钾10.21g，溶解于1000mL高纯去离子水中。
- (2) pH6.86溶液：用GR磷酸二氢钾3.4g，GR磷酸氢二钠3.55g，溶解于1000mL高纯去离子水中。
- (3) pH9.18溶液：用GR硼砂3.81g，溶解于1000mL高纯去离子水中。

附录3：滴定终点的寻找

以下两种方法可寻找滴定终点。

- (1) 将“终点”设置在远离起点的位置，然后按“7/慢滴”键，使仪器进行控制滴定。

当出现电位或pH的变化幅度突然变大后再变小，则按“退出”键终止滴定。按“5/查阅”键在屏幕上显示出滴定数据或“2/打印”键打印出滴定数据，找出变化最大的电位值mV1、mV2或pH值pH1、pH2。

$$\text{则 } mV = \frac{mV1+mV2}{2} \quad \text{或} \quad pH = \frac{pH1+pH2}{2} \quad \text{即为终点。}$$

(2) 用滴定显色试剂滴定到终点，然后用仪器测量其mV或pH值即可。