

电位滴定法测定二甲胺基硼烷含量

一、前言

二甲胺基硼烷，白色结晶，略有氨气味，作为还原剂可用于有机合成；还可用于电镀镍。用作还原剂，与硼氢化钠相比，有还原作用温和，可在广泛的 pH 值范围内应用和能较好的溶于水及有机溶剂的优点。本文采用海能 T960 电位滴定仪，利用氧化还原反应原理来测试某厂家生产的二甲胺基硼烷含量，该实验过程操作步骤简单，重复性好。

二、仪器与试剂

2.1、仪器

T960 全自动电位滴定仪，复合铂电极，分析天平等

2.2、试剂

$c(1/6 \text{ KBrO}_3)=0.3\text{mol/L}$ 的溴酸钾溶液， $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3)=0.1\text{mol/L}$ ， $c(\text{NaOH})=1\text{mol/L}$ ，

$c(\text{H}_2\text{SO}_4)=6\text{mol/L}$

三、实验方法

3.1、实验过程

1) 空白体积的测定：用 25mL 移液管准确移取 25mL 配置好的溴酸钾溶液放置于滴定杯中，称取 2g 碘化钾溶解于滴定杯，最后用移液枪移取 10mL 6mol/L H_2SO_4 溶液加入滴定杯中，在暗处放置 5min，用硫代硫酸钠滴定液滴定至电位突跃终点，记录空白体积。

2) 样品测试：

准确称取 0.2g 二甲胺基硼烷于干燥的 50mL 容量瓶中，用 $c(\text{NaOH})=1\text{mol/L}$ 的氢氧化钠定容至刻度线。取上述配制好的溶液 10mL 置于滴定杯中，用 25mL 移液管准确移取 25mL 配置好的溴酸钾溶液放置于滴定杯中，称取 2g 碘化钾溶解于滴定杯，最后用移液枪移取 10mL 6mol/L H_2SO_4 溶液加入滴定杯中，在暗处放置 5min，用硫代硫酸钠滴定液滴定至电位突跃终点，

3.2、仪器参数

T960 全自动滴定仪参数设置如表 1 所示：

表 1 滴定仪参数设置

滴定类型:	动态滴定	方法名:	二甲胺基硼烷含量测定
滴定管体积:	10mL	样品计量单位:	g
工作电极:	复合铂电极	参比电极:	无
搅拌速度:	7	预搅拌时间:	5s
显示单位:	mV	结束体积:	50mL
电极平衡时间:	6s	电极平衡电位:	1mv
滴定速度:	标准	滴定前平衡电位:	6mv
预滴定添加体积:	0	最小添加体积:	0.02mL
电位突跃量:	300	预控 mv 值:	无
相关系数:	1	结果单位:	%
滴定剂名称:	盐酸-乙醇	理论浓度:	0.1 (标定的浓度)

四、结果与讨论

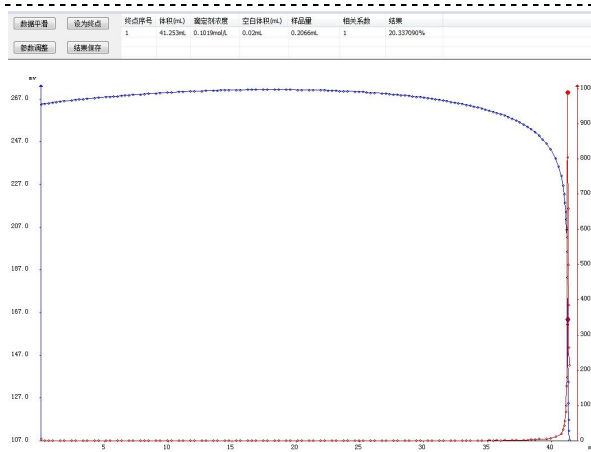
4.1、实验结果

样品经测试，得到实验结果如表 2 所示：

表 2 二甲胺基硼烷含量测试结果

样品名称	取样量 /g	取样量 /mL	c (Na ₂ S ₂ O ₃)	空白体积 V ₁ /mL	滴定体积 V ₂ /mL	含量%	平均含量 (%)	RSD (%)
胶状物	0.2033	10	0.19314	82.680	42.308	99.357	99.352	0.0087
					42.314	99.342		
					42.309	99.357		

4.2、滴定图谱



4.3、结论

本次测试通过自动电位滴定仪测定二甲胺基硼烷的含量，仪器判断替代人工，减少了人工误差，大大提高了实验的精度。电位滴定法是检测该类样品含量的不错选择。