

电位滴定法检测二甲基胺硼烷的浓度

1 前言

二甲基胺硼烷作为还原剂，还原作用温和，可在广泛的 pH 值范围内应用，能较好的溶于水及有机溶剂。可用于电镀镍，获得高纯度的镍膜，镍膜的熔点高及耐热性能好、镍膜硬度高、电阻小、焊接性能好；还可用于印刷电路板的制作过程。应用不同的领域需要不同的浓度，因此测定二甲基胺硼烷溶液的浓度是很有必要的。本文用电位滴定仪测定二甲基胺硼烷的浓度，操作步骤简单，重复性好。

2 仪器与设备

2.1 仪器

T960 电位滴定仪、10mL 滴定管、铂复合电极



2.2 试剂

碘标准溶液 (0.1mol/L) ，盐酸水溶液 (1:1) ，硫代硫酸钠标准溶液 (0.1mol/L)

3 实验方法

3.1 实验步骤

3.1.1 空白溶液

量取 40mL 纯化水于干燥洁净的滴定杯中，准确移取碘标准溶液 20mL ，量取盐酸水溶液 (1:1) 10mL 于滴定杯中，立即用 0.1mol/L 硫代硫酸钠滴定液滴定，记录消耗体积。

3.1.2、供试品溶液

量取 40mL 纯化水于干燥洁净的滴定杯中，精密称取供试品 100mg 于滴定杯中，准确移取碘标准溶液 20mL ，量取盐酸水溶液 (1:1) 10mL 于滴定杯中，立即用 0.1mol/L 硫代硫酸钠滴定液滴定，记录消耗体积。

3.2 参数设置

滴定模式：	动态滴定	搅拌速度：	6
电极平衡时间：	6s	预搅拌时间：	5s
电极平衡电位：	1mv	滴定速度：	慢
最小添加体积：	0.02mL	预滴定添加体积：	5mL
结束体积：	30mL	预滴定搅拌时间：	6s
滴定前平衡电位：	6mV	补液速度：	5
电位突跃量：	200	相关系数：	0.982

3.3 计算公式

$$X = \frac{(V_1 - V_0) \times C \times 0.982}{m} \times 100\%$$

式中：

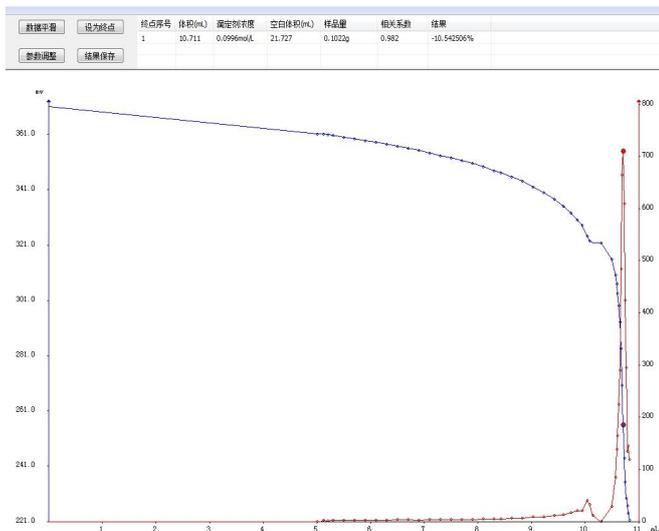
- X --二甲基胺硼烷的含量，单位是百分含量（%）；
- V₁ --滴定试样时硫代硫酸钠溶液的消耗量，单位为毫升（mL）；
- V₀ --滴定空白时硫代硫酸钠溶液的消耗量，单位为毫升（mL）；
- m --样品的质量，单位为克（g）。

4 结果与讨论

4.1 结果

样品编号	取样量 (g)	滴定液浓度 (mol/L)	空白体积 (mL)	滴定体积 (mL)	含量 (%)	平均值 (%)
1	0.1027	0.0996	21.727	10.651	10.55	10.53
2	0.1022			10.711	10.54	
3	0.1039			10.558	10.51	

4.2 图谱



4.3 结论

由结果得知，平行样的相对标准偏差是 0.20%，用电位滴定法测定二甲基胺硼烷的浓度重复性良好。电位滴定仪可自动控制滴定过程、判断终点、处理数据，具有快速、简单等特点；还可以减少与有机试剂的接触，增加了人员的安全性。

注意事项

碘标准溶液避光保存，移取碘标准溶液时需用移液管准确移取。