

MIA-4 型微机硫醇硫测定仪说明书

一、仪器简介及使用范围

滴定分析法是常规化实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。MIA-4 型微机硫醇硫测定仪（下称 MIA-4）由 MIA-4 型微机硫醇硫测定仪主机、PC 机及应用软件三部分组成。滴定仪能实现自动滴定、自动计算出含量。MIA-4 的结构简洁、外形美观、自动化程度高、分析结果精确，是各石化实验室、分析室及科研部门必备的一种理想的智能仪器。因此该滴定仪对评价喷气燃料、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。

（一）仪器的主要特点：

- 1、Windows 操作系统，操作采用人机对话方式，简便、易懂。
- 2、滴定装置主机性能稳定可靠，测定精度高。
- 3、自动清洗、自动补液、定值加液、光机电一体化。
- 4、多参数设定与修正，使得不同种类的样品分析变得简便、快捷、分析时间更短，结果更精确。
- 5、终点自动判断，无需指示剂，适合于石化产品中多种浅色、深色油的碱性氮的分析，滴定结果及数据可存贮、或打印，并能提供完整的滴定图谱输出，供分析研究用。
- 6、双高阻输入，三电极系统，电极电位更加稳定、可靠。

（二）仪器正常使用条件：

- 1、环境温度：5℃~35℃
- 2、相对湿度：不大于 80%
- 3、工作电源：交流(220±11)V，频率 50±1Hz
- 4、环境无强烈腐蚀性气体存在。
- 5、除地球磁场外，无显著的电磁场场干扰。

二、主要技术指标

- 1、电位测量范围：(0 ~ ±1999.5) mV；
- 2、电子单元基本误差：满读数的 0.1%±0.5mV；
- 3、输入阻抗： $R_i \geq 1 \times 10^{12} \Omega$ ；
- 4、滴定管体积：10ml（可累加）；
- 5、滴定管精度：±0.01mL；
- 6、滴定管滴液时间：(60±10)秒（F·S）；
- 7、准确度：与国标 GB/T 1792-88 规定相符；
- 8、精密度：与国标 GB/T 1792-88 规定相符；
- 9、仪器外形尺寸：L×B×H，mm：230×125×220；
- 10、仪器重量(主机)：4Kg；
- 11、仪器功能：自动终判别；可删除假终点；边滴定边绘曲线、滴定曲线图谱与测定结果能

存盘或打印；参数设定与修正；定值加液。

三、仪器的组成

JXD-2 由传感器、双高阻放大器、A/D 转换器、I/O 接口、控制电路、滴定装置、PC 机、打印机和应用软件等组成。仪器外形如图 1 所示。

四、安装

(一) 硬件的安装

- 1、将 PC 机的 Com1 (或 Com2) 口 (串行通讯口) 与 MIA-4 主机的通讯口插座用仪器提供的专用连接线 (9 芯) 连接起来。
- 2、打印机与 PC 机用打印专用电缆 (25 芯) 连接起来。将电极架固定电极架上, 用专用线将磁力搅拌器与主机联接好。
- 3、将硫醇硫电极接到指示电极插口上, pH 玻璃电极接到参比电极插口上, 溶液地电极 (铂电极) 接到辅助电极接线柱上。
- 4、关于 PC 机的主机、显示器、键盘和鼠标的连接请参阅 PC 机有关资料。

(注: 上述连接操作均必须在切断电源的情况下进行, 否则由此所造成的一切事故责任由用户自负)

(二) 软件安装

- 1、提供 MIA-4 应用软件光盘一片。将光盘放入光驱中, 运行“MIA-4 应用软件”文件夹中的“setup.exe”, 按屏幕提示将应用软件程序装入计算机中;
- 2、若要启动 MIA-4 应用程序, 则单击桌面上“MIA-4 型硫醇硫测定仪”即可, 所有操作完全视窗化。

五、仪器后面板上各功能件的名称与作用

JXD-2 后面板示意图如图二所示:

- 1、指示电极 (I.E.) 插座, 此端与硫醇硫电极接头相连;
- 2、参比电极 (R.E.) 插座, 此端与玻璃 pH 接头相连;
- 3、辅助电极 (A.E.) 接线柱, 此端与 902 铂电极相连;
- 4、串行通讯口, 此端与计算机串行口相连;
- 5、电源插座, 此端用专用电源线与交流 220V/50Hz 市电相连;



图 1

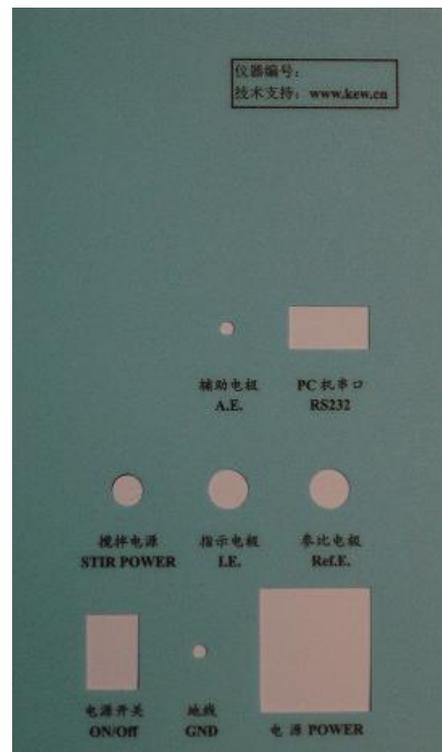


图 2 MIA-4 后面板示意图

- 6、接地柱，此端应与大地可靠相连，确保安全；
- 7、电源开关，完成主机电源的接通与切断；
(注：以上连接均应牢实可靠，确保信号稳定及人身安全)

六、工具栏中几个符号的含义

-  运行 (Run)
-  停止 (Stop)
-  联机 (On Line)
-  继续滴定 (Continuous Titration)
-  显示滴定及导数曲线 (Display Titration Curve And Differential Curve)
-  显示滴定曲线 (Display Titration Curve)
-  剔除假终点
-  添加终点 (Add End Point)
-  网格 (Grid)
-  字体 (Font)

注：以上所有界面视图及操作仅供参考，实际使用中如有变动，恕不另行通知，并以实际界面为准。

七、分析方法及分析步骤

(一) 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。

(二) 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。

(三) 分析步骤:

1、准备:

(1) 将硫醇硫电极的插头接到主机后面板上的指示电极插座上；敏感端固定到电极架上。

(2) 将浸泡好的玻璃 pH 电极的插头接到主机后面板的参比电极插座上；敏感端固定到电极架上。

(3) 将 902 型铂电极的连接头连接到主机后面板上的辅助电极接线柱；敏感端固定到电极架上。

(4) 将滴定头固定到电极架上；并在滴定头下放一只装废液的烧杯。

(5) 将配制好的 0.1mol/L 硝酸银醇标准溶液注入专用试剂瓶（棕色）中，并将吸液管插入专用试剂瓶（棕色）中。

(6) 先将主机与计算机之间用 RS-232 专用线连接好，主机与搅拌器用专用三连接起来。打开电源，启动应用软件，单接工具栏中“仪器”再单击下拉菜单中“硬件”“滴定测试”，如图 3 所示，输入体积数（20~30mL），按“确定”使整个管路充满标准滴定液（个别的小气泡赶不出来，不影响测定结果）。

（特别提示滴定管精度的校正！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：在主菜单中单击【滴定测试】，在分菜单中设置一个蒸馏水发送值，如 8ml，然后发送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 8.12ml。然后将原菜单中的滴定管比例系数如 1190，则可将该系数改为 1172.4137（也即 $1190 \times 8 \div 8.12$ ）就可以了。）

(7) 移去废液杯，用滤纸吸干滴定头，调整滴定头及电极高度，使下端基本平齐。

(8) 取若干只干净烧杯（100mL），备用。

2、测试步骤:

(1) 吸取或称取无硫化氢试样 10-25mL，置于装有 50ml 滴定溶剂的 100mL 烧杯中，立即将烧

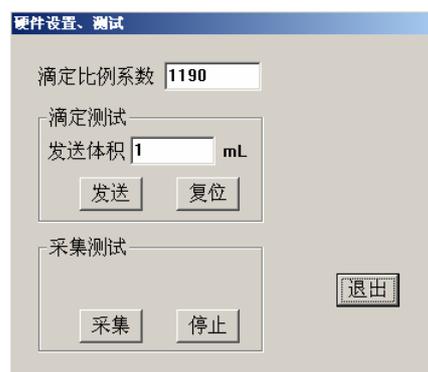


图 3

杯放置在电磁搅拌器上，插入电极，使电极端部浸入溶剂中，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）。

(2) 菜单中输入各种参数：

(1) 键入操作者姓名（英、中或拼音），单击【确定】。如图 4 所示



图 4

图 5

(2) 测量设置如图 5 所示。测量方式→单次或循环（不选择）；采样方式→平衡或瞬时（通常选取平衡）；平衡时间→输入平衡时间，如 1 秒；电位误差→输入允许测量值的跳动范围，如 1mV。单击【确定】。

(3) 单击工具栏中“▶”开始测量→如图 6 所示→输入样品号（如果是空白样品，则选择空白样品），输入样品重量，滴定剂浓度，从键盘输入初始体积数（通常为 0.01~0.05ml），从键盘输入间隔体积数（通常为 0.01~0.05ml），从键盘输入最大滴定型体积数（通常为 10~50ml），单击【滴定】。软件边滴定边绘制滴定曲线，到达终点后自动停止滴定，或单击“■”中止滴定。自动确定滴定终点，自动显示测量结果和滴定曲线。

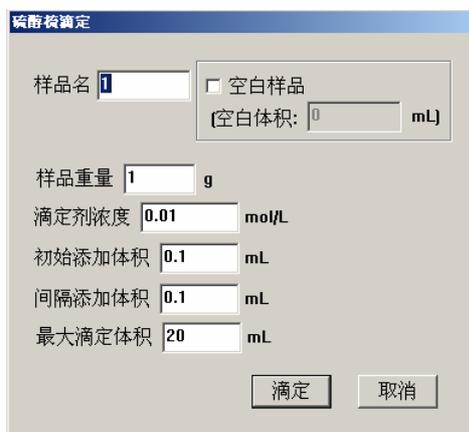


图 6

(4) 单击“文件”中“保存”钮可对当前测定结果进行保存。单击“文件”中“保存数据”钮可对当前滴定图谱进行保存。

(5) 为确定分析结果的可靠性，对同一样品可进行两次或两次以上滴定分析，取其平均值作为滴定结果。

(6) 分析完成后，首先确保滴定注射器在起始位置，如果不在起始位置，则点击“硬件”中“滴定管复位”钮使滴定管复位。然后关电源，并清洗电极及滴定头，再用去离子水清洗，再将指示电极浸泡在去离子水中，为下次实验备用。如长期不用可不浸泡，但在下次使用前仍需在去离子水中浸泡 24 小时以上。

八、正常维护及常见故障排除

(一) 维护：

- 1、电极按电极说明书维护；
- 2、仪器维护须符合“仪器的正常使用条件”

3. 如何清洗滴定管、旋转三通阀与管道？

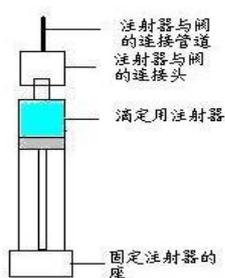
使用完毕后，如不再使用时（如果管道与注射器中的溶液为稀酸，不一定需要清洗），或更换滴定剂溶液时，必须清洗管道与注射器。千万不能用拆卸注射器的方法来清洗，必须用清洗注射器（附件）来清洗，具体方法为：

(1) 自动清洗法

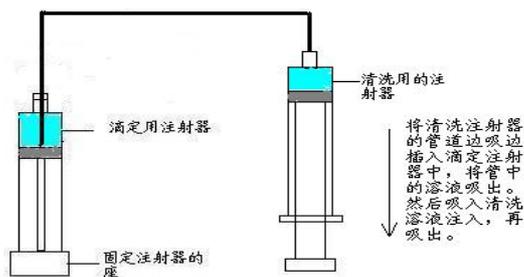
将吸液管插入新的滴定剂或蒸馏水中，用滴定测试功能，发送 30mL 以上的滴定剂或蒸馏水，自动将管道、滴定注射器、及阀清洗干净。

(2) 人工清洗法

A、拔去三通阀与注射器的连接头，这时滴定管道中的溶液全部放了。如下图



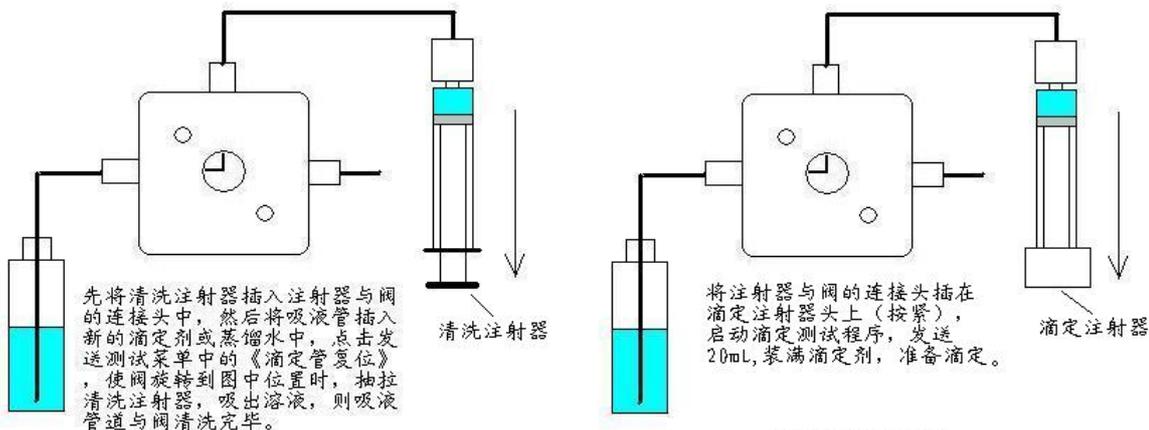
滴定管结构示意图



清洗滴定注射器的示意图

B、用带针头的清洗注射器抽去残液，再用清洗注射器吸取蒸馏水与滴定剂清洗。

C、先将吸液管从原滴定剂瓶中移出，管外壁用干净的吸水纸擦干，放入新的滴定剂溶液（或蒸馏水）中，将清洗注射器拔去针头，插在三通阀与注射器的连接头上，然后启动总菜单中【滴定测试】功能中的【滴定管复位】功能，使三通阀转到期吸液位置时，用手拉清洗注射器，将溶液吸入清洗注射器中，这时吸液管道和三通阀就清洗完毕。如下图所示。

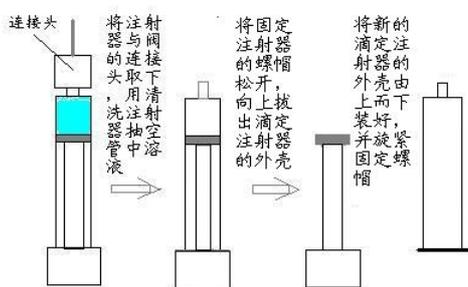


清洗吸液管道和阀的示意图

装满滴定剂示意图

D、然后将三通阀与注射器的连接头与滴定注射器接上（插紧）。启动总菜单中滴定测试功能中的【发送】功能（要发送 20mL），使滴定管与所有的管道充满溶液，就可以进行滴定了。

E、如果要换滴定注射器外壳，可按图的示意和说明更换。



更换新的滴定注射器外壳的示意图

（二）常见故障排除

故障现象	故障部位	排除方法
MIA-4 指示灯不亮	检查电源插座中的保险丝	更换保险丝
应用软件无法启动	软件本身	重安装
	串行通讯连线	重连接
电位不稳	电子单元	更换电子元件
	电极部分	更换电极

九、运输和贮存

（一）运输：

仪器由常规交通工具运输，在运输过程中防止受强烈冲击、雨淋及曝晒。

（二）贮存：

仪器应贮存于环境温度为 5~40℃，相对湿度不大于 80%的库房中，库房中不得有腐蚀性气体和腐蚀性化学药品。长期不用请用防尘罩罩好，并置于通风、干燥处。

十、注意事项

- 1、电源要求：交流 220V±11V 频率 50Hz±0.5Hz，仪器应可靠接地；
- 2、仪器后面的连线的连接应在断电状态下进行；
- 3、如发现管路及滴定头内有气泡，请用“发送”钮及时排除；
- 4、电极应妥善保护并经常判断其是否正常（观察电位是否稳定）；
- 5、其它请按屏幕提示操作，应尽量避免误操作。
- 6、仪器一旦出现故障（如阀和进样活塞不能正常运动、电极电位严重不稳、经各种处理仍无

法联机等)应立即与我公司有关人员联系,保修期内凡私自拆卸进行维修所造成的损失本公司不予承担。

7、保修期为购买之日起一年。

8、本公司保留对该产品的改进,如有改动,恕不另行通知。

注:实验用化学试剂、常用试剂瓶及烧杯等器具均由用户自备。