

电位滴定法测定硝酸根离子的含量

1 前言

硝酸根离子是爆炸性危险物品中最必须、最常用的成分之一，目前对溶液中的硝酸根离子通常采用离子色谱法，该方法存在耗时耗力的缺点，该方案根据硝酸根离子在酸性条件下有氧化性能使亚铁离子氧化成铁离子，而自己则还原为一氧化氮。再用重铬酸钾标准溶液去滴定剩余的亚铁离子，该方法过程操作简单，尽可能减少了手工滴定带来的误差，也避免了颜色辨别终点带来的误差，实验结果重复性良好。

2 仪器与设备

2.1 仪器

T960 电位测定仪，Hamilton 复合铂环电极。

2.2 试剂

重铬酸钾滴定液（ $c(1/6K_2Cr_2O_7)=0.1\text{ mol/L}$ ）， 0.1 mol/L 硫酸亚铁标准溶液， 0.1 mol/L 钼酸铵溶液、浓硫酸，磷酸，碳酸氢钠，乙酸铵。

3 实验方法

3.1 实验步骤

(1) 试样的预处理：

用移液管准确量取待测试样（含 NO_3^- 约 30 mg ） 1 mL ，放于待橡胶塞的锥形瓶中，然后加入 25 mL 0.1 mol/L 的硫酸亚铁标准溶液， 10 mL 浓硫酸， 10 mL 磷酸溶液，后称取 3 g 碳酸氢钠以除去空气，随即盖紧塞子，用一根玻璃管把锥形瓶和一个装有 50 g 碳酸氢钠和 100 mL 水的混合悬浮液的烧杯连通，并把玻璃管的另一端浸入悬浮液中，小心加热煮沸 3 min ，然

后加入 10mL 0.1mol/L 的钼酸铵溶液，继续加热煮沸 10min。

完成上述步骤后，重新配置一个 50g 碳酸氢钠和 100mL 水的悬浮液，将锥形瓶放于冷水中冷却，并将玻璃管另一端插入新配置的碳酸氢钠悬浮液中。待冷却后，加入 5mL 磷酸和约 0.5g 乙酸铵。

(2) 滴定过程：

将处理好的试样倒入滴定杯中，置于滴定台上，保证溶液没过电极，用重铬酸钾标准溶液 (0.1mol/L) 滴定至突跃终点，记下终点体积。

3.2 参数设置

滴定模式：	动态滴定	搅拌速度：	5
电极平衡时间：	8s	预搅拌时间：	8s
电极平衡电位：	1mv	补液速度：	7
最小添加体积：	0.01mL	预滴定添加体积：	0mL
结束体积：	40mL	预滴定后搅拌时间：	2s
电位突跃量：	500	预控 mv 值：	无

4 结果与讨论

4.1 实验结果

样品名	滴定液浓度 (mol/L)	取样量 (mL)	滴定体积 (mL)	过氧化氢含量 (%)	平均值	RSD(%)
硝酸钾水 溶液	0.0999	1	11.548	28.015	28.0538	0.2982
			11.438	28.063		
			11.379	28.178		

计算公式：

$$NO_3^- (g/L) = \frac{(C_1V_1 - C_2V_2) \times 0.02067}{V \times 1000}$$

式中：

C₁: 硫酸亚铁标准溶液的浓度；

V₁: 加入硫酸亚铁标准溶液的体积，mL；

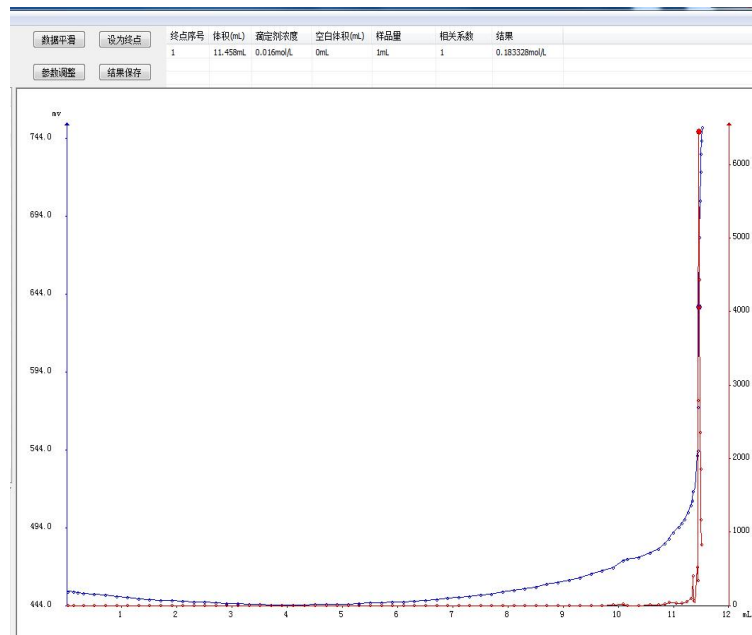
C₂ : K₂Cr₂O₇ 标准溶液的浓度；

V₂: 消耗 K₂Cr₂O₇ 标准溶液的体积，mL；

V : 称取试样的体积，mL；

0.02067 : 每毫摩 Fe²⁺ 换算成 NO₃⁻ 克数的因子

4.2 图谱



4.3 结论

在重复性条件下获得的三次独立测定结果 RSD 值为 0.2982%，符合客户的要求。

参考文献

[1] 氧化还原滴定法测定硝酸根离子，尤学武，夏永妹，化工部连云港化工设计院[S].

注意事项：

[1] 0.1mol/L 硫酸亚铁的配制：准确称取 13.651g $FeSO_4 \cdot 7H_2O$ 于 20% 的硫酸溶液中溶解，用水定容至 500mL，并加入少量铁粉。

[2] 在加热冷却时，注意先降温，防止橡胶塞崩开液体溅出。