

电位滴定法测定硝酸、氢氟酸混酸中各组分含量

一、前言

在一些化工生产和实验室试验中常常使用很多酸类，用于反应和消解，这些酸类常常都会有反应剩余，剩下的废液由于酸含量不明或不足，无法再补充使用，本方案提供了一种硝酸、氢氟酸含量测试的方法，用以检测其剩余含量。

本方法采用分部滴定方法，先利用酸碱滴定的方法测定硝酸和氢氟酸总量，然后利用硝酸镧滴定氟离子确定氢氟酸含量，进而确定硝酸含量。

二、仪器与试剂

2.1、仪器

T960 全自动滴定仪，PH 复合电极，氟离子选择电极，分析天平

2.2、试剂

硝酸（分析纯），氢氧化钠标准溶液（0.1mol/L），硝酸镧标准溶液（0.1mol/L），纯化水。

三、实验方法

3.1、分析步骤

3.1.1、总酸测试：

准确移取样品 0.2ml 于滴定杯中，加入 50mL 纯化水，搅拌均匀后用氢氧化钠（0.1mol/L）滴定至终点，记下消耗的氢氧化钠溶液体积。

3.1.2、氢氟酸含量测定：

用总酸中滴定过的溶液，用硝酸（0.1mol/L）调 PH 到 6.7，然后用硝酸镧（0.1mol/L）标准溶液滴定至电位突跃终点，记下终点体积。

总酸测定设定滴定仪参数如表 1 所示：

表 1 滴定参数设置

滴定类型：	动态滴定	方法名：	总酸含量测定
滴定管体积：	10mL	样品计量单位：	g
工作电极：	PH 复合电极	参比电极：	无

搅拌速度:	8	预搅拌时间:	5s
显示单位:	mv	结束体积:	15mL
电极平衡时间:	4s	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:	0.05mL
电位突跃量:	200	预控 mv 值:	无
相关系数:	1	结果单位:	mol/L
滴定剂名称:	氢氧化钠标准溶液	理论浓度:	0.1(标定的浓度)

氢氟酸测定设定滴定仪参数如表 2 所示:

表 2 滴定参数设置

滴定类型:	动态滴定	方法名:	氢氟酸含量测定
滴定管体积:	10mL	样品计量单位:	g
工作电极:	氟离子选择电极	参比电极:	无
搅拌速度:	8	预搅拌时间:	5s
显示单位:	mv	结束体积:	15mL
电极平衡时间:	4s	电极平衡电位:	1mv
滴定速度:	慢	滴定前平衡电位:	10mv
预滴定添加体积:	0	最小添加体积:	0.02mL
电位突跃量:	200	预控 mv 值:	无
相关系数:	1	结果单位:	mol/L
滴定剂名称:	硝酸镧标准溶液	理论浓度:	0.1(标定的浓度)

3. 、测试图谱示例

图一 (总酸)

数据平滑	设为终点	终点序号	体积(mL)	滴定剂浓度	空白体积(mL)	样品量	相关系数	结果
		1	3.617	0.11mol/L	0.3405	0.2mL	1	1.802075g/mL
		2	3.758	0.11	0.3405	0.2mL		0.000000
		3	3.898	0.11	0.3405	0.2mL		0.000000

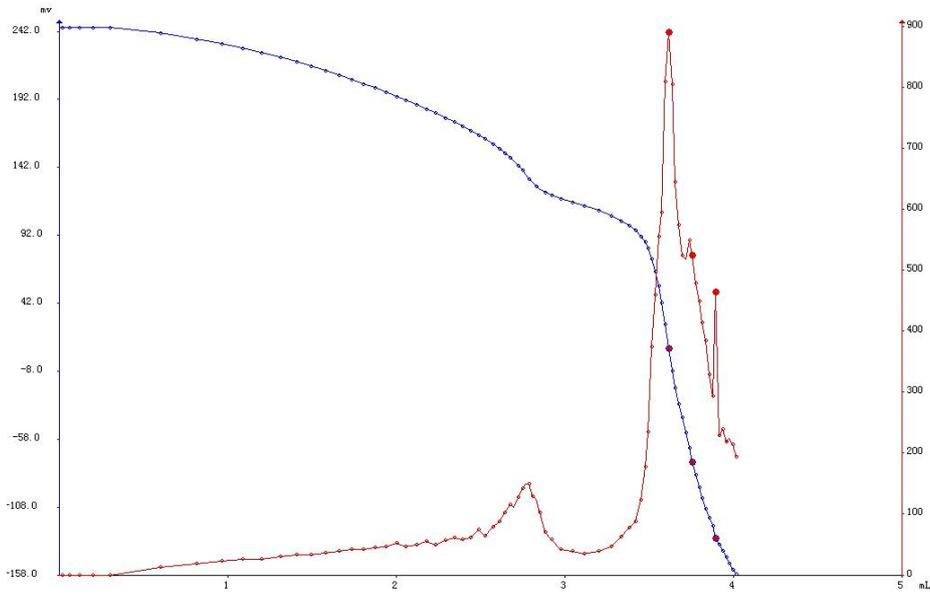
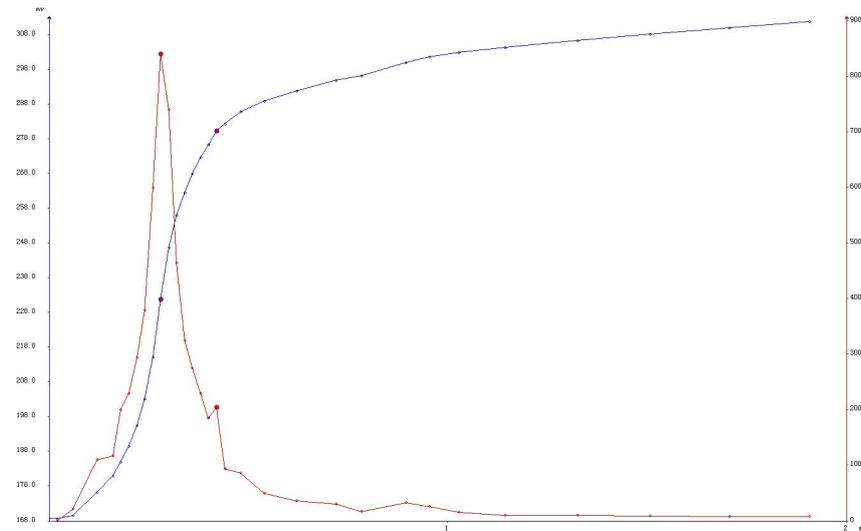


图 2 (氢氟酸)

数据平滑	设为终点	终点序号	体积(mL)	滴定剂浓度	空白体积(mL)	样品量	相关系数	结果
		1	0.280mL	0.1mol/L	0.020mL	0.3mL	1	0.130000g/mL
		2	0.420mL	0.1mol/L	0.020mL	0.3mL	1	0.200000g/mL



四、结果与讨论

4.1、实验结果

实验结果如表 2 所示：

表 2 测试结果

样品名称	滴定液浓度 (mol/L) (mol/L)	取样量 (mL)	滴定体积 (mL)	总酸含量 (mol/L)	平均数 (mol/L)	氢氟酸含量 (mol/L)	硝酸含量 (mol/L)		
1#	0.1106	0.2	3.686	2.038	2.04	0.138	1.902		
			3.503	2.032					
			3.704	2.048					
2#			0.1106	0.2	3.617	2.000	1.96	0.120	1.84
					3.585	1.982			
					3.440	1.902			

4.2、结论

该方法操作简便，检测结果重复性较好，能够反应溶液中氢氟酸和硝酸的实际含量问题，比较适合该类检测需求。