

电位滴定法溴化钠中溴含量

1 前言

在工业生产溴化钠中，其含量作为生产中的基本指标，是衡量产品品质的基本要求之一，本方法采用硝酸银在硝酸酸性条件下滴定溴化物中的溴，使之生成沉淀，进而计算出溴含量。

本方法根据 HG/T3811-2006 中的仲裁法进行实验，数据重复性良好，能够明显的找到滴定终点，并且数据结果准确，是一个安全高效的方法。

2 仪器和试剂

2.1 仪器

T960 全自动电位滴定仪 复合银电极、

10mL 滴定管



2.2 试剂

硝酸银标准溶液（0.1028mol/L），硝酸（1+4）和（2+3）。

3 实验方法

3.1 实验步骤

3.1.1 氯离子含量测定

精确称取 0.1g 左右样品，精确至 0.001g。加入硝酸（2+3）50mL，放置在通风橱内 80℃ 水浴加热，直至溶液黄色消失。少量水清洗杯壁，冷却至室温，再加入 10mL 硝酸（1+4），用硝酸银标准溶液（0.1mol/L）滴定至终点，记下终点体积。同时做空白实验。

3.1.2 溴离子含量测定

精确称取 0.1g 左右样品，精确至 0.001g。加入一级水 50mL 溶解，再加入硝酸（1+4）10mL，用硝酸银标准溶液（0.1mol/L）滴定至终点，记下终点体积。同时做空白实验。

3.2 仪器参数

3.2.1 氯离子含量测定

滴定模式：	动态滴定	最小添加体积	0.02mL
电极平衡时间：	4s	预搅拌时间：	10s
电极平衡电位：	1mv	滴定速度：	标准
结束体积：	10mL	预滴定添加体积	0mL
电位突跃量：	150	滴定前平衡电位：	10mv
预控 mv 值:	无	相关系数：	3.55

3.2.1 溴离子含量测定

滴定模式：	动态滴定	最小添加体积	0.02mL
电极平衡时间：	4s	预搅拌时间：	10s
电极平衡电位：	1mv	滴定速度：	标准
结束体积：	10mL	预滴定添加体积	0mL
电位突跃量：	150	滴定前平衡电位：	10mv
预控 mv 值:	无	相关系数：	7.99

4 结果与讨论

4.1 实验数据

4.1.1 溴含量测定

样品名称	滴定液浓度 (mol/L)	取样量 (g)	滴定体积 (mL)	溴离子+氯离 子含量 (%)	平均值 (%)	溴离子含量 (%)
溴化钠	0.1028	0.40355	28.777	58.450	58.344	31.498
		0.12879	9.223	58.433		
		0.12224	8.714	58.149		

4.1.2 氯离子含量

样品名称	滴定液浓度 (mol/L)	取样量 (g)	滴定体积 (mL)	氯离子含量 (%)	平均含量 (%)
溴化钠	0.1028	0.12279	3.734	11.276	11.928
		0.10509	3.421	11.671	
		0.13616	4.850	12.838	

4.2 计算公式

4.2.1 溴含量计算公式：
$$W_1 = \frac{VcM}{m} \times 100 - KW_2$$

式中： W_1 ---试样的溴含量，单位为 (%)；

V ---试样消耗硝酸银标准滴定溶液体积，单位为毫升 (ml)；

M ---溴化物的摩尔质量，单位为 (g/mol);

C ---硝酸银标准滴定的实际浓度，单位为摩尔每升 (mol/L);

m ---试样质量，单位为克 (g);

K ---氯化物换成溴化物的系数;

W_2 ---氯化物的含量，单位 (%)。

4.2.2 氯化物含量计算公式：
$$W_2 = \frac{VcM}{m} \times 100$$

式中： W_2 ---氯化物的含量，单位 (%);

V ---试样消耗硝酸银标准滴定溶液体积，单位为毫升 (ml);

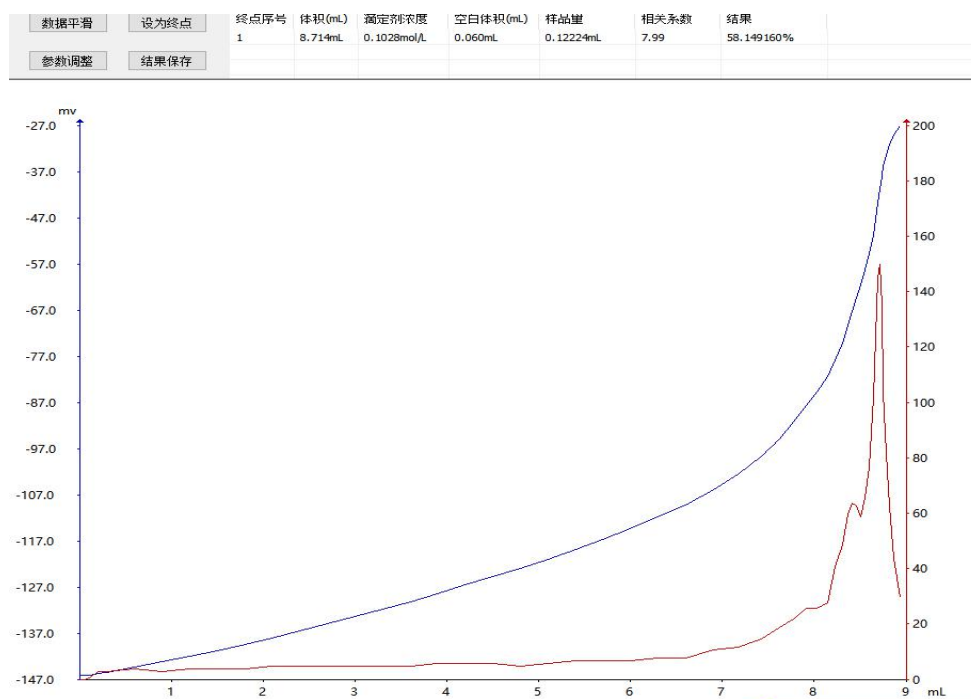
M ---氯化物的摩尔质量，单位为 (g/mol);

C ---硝酸银标准滴定的实际浓度，单位为摩尔每升 (mol/L);

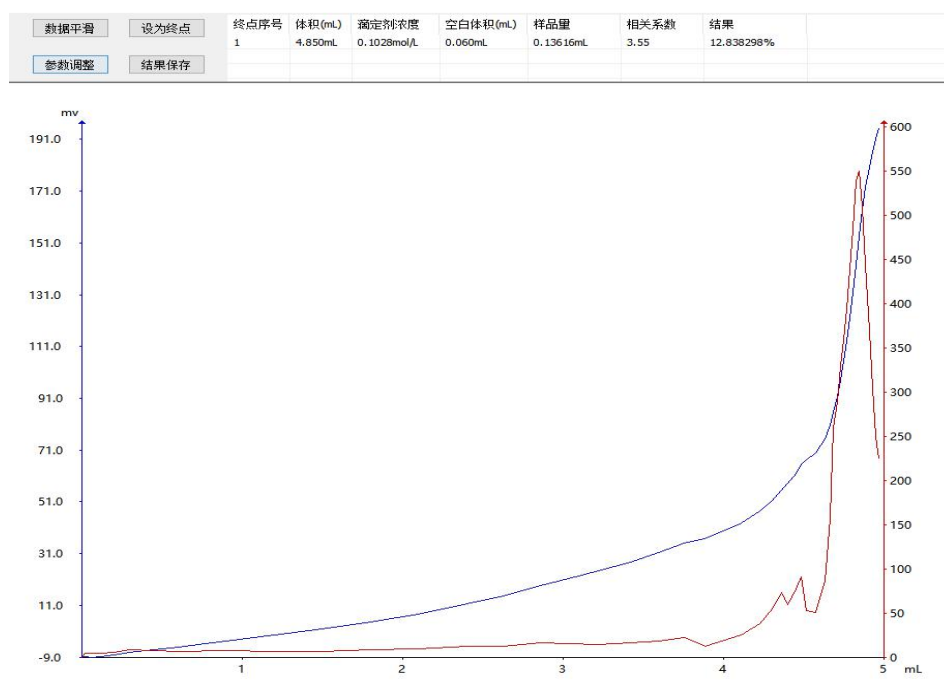
m ---试样质量，单位为克 (g)。

4.3 滴定图谱

4.3.1 溴化物含量测定:



4.3.2 氯化物：



4.4 结论

从结果可以看出，用电位滴定仪测定溴化钠中溴含量，实验结果重复性好，电位突跃明显，可以自动完成，无需手工操作，若采取自动进样器进样，可以极大程度的解放实验室监测人员双手，提高工作效率。

参考文献

[1] HG/T3811-2006 工业溴化物行业方法.[S]