

AB-CN(CC)-00799-03-859-102017

温度滴定法测定硝酸钾肥中氧化钾的含量

温度滴定应用报告 AB-CN(CC)-00799-03-859-102017

温度滴定法测定硝酸钾肥中氧化钾的含量

应用领域

化工行业

关键词

温度滴定法，859，硝酸钾肥，氧化钾

摘要

四苯硼酸钠与钾离子生成四苯硼酸钾沉淀,是明显的放热化学反应,所以采用温度滴定法对硝酸钾肥料的含量进行测定。

样品

硝酸钾肥料，1个，客户提供。

仪器



859 Titrothem	2.859.1010
802 Stirrer	2.802.0010
800 Dosino	2.800.0000
10mL Dosing Unit	6.3032.210
50mL Dosing Unit	6.3032.250
804 Ti Stand	2.804.0010
Themoprobe	6.9011.020
Titration vessle 10~90mLI	6.1415.210

试剂

氯化钾	基准试剂
四苯硼酸钠	分析纯
硝酸钾	分析纯
六水合氯化镁	分析纯
氢氧化钠	分析纯
超纯水	resistivity >10 MΩ·cm (25 °C)

前期准备

将固体基准氯化钾置于 85°C 的烘箱中烘干 4h，存放于干燥器中备用。

溶液

0.2mol/L四苯硼酸钠 滴定剂	称取 70g 四苯硼酸钠溶解于约 800 mL水中,加 7.3mL 饱和氢氧化钠溶液和 91.3mL氯化镁溶液，搅拌15min，静置后用定量滤纸过滤并定容至1L，该溶液贮存在棕色瓶或塑料瓶中。
氯化钾基准溶液	0.2mol/L
六水合氯化镁溶液	100g/L
氢氧化钠溶液	10mol/L

四苯硼酸钠滴定剂的标定

取1mL，2mL，4mL，6mL，8mL氯化钾基准溶液,加入2mL的10mol/L氢氧化钠,加入25mL超纯水，用未知准确浓度的四苯硼酸钠溶液滴定至终点。

用所取5个氯化钾溶液的mmol(X轴)对滴定剂消耗体积mL(Y轴)做线性回归，并绘图。绘制方程 $y=ax+b$ 的曲线，滴定剂四苯硼酸钠的摩尔浓度c是“ $1/a$ ”。

样品分析

空白体积的测定

称取约1.5g试样(精确至0.0002g)，置于100mL烧杯中，加入100mL水溶解，移入250mL容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀后干过滤，弃除最初几毫升滤液，滤液待测。

AB-CN(CC)-00799-03-859-102017

温度滴定法测定硝酸钾肥中氧化钾的含量

取5mL,10mL,15mL,20mL,25mL样品溶液,加入2mL 10mol/L氢氧化钠,加入20mL纯水,用经标定后的四苯硼酸钠溶液滴定至终点。

用所取5个分析样的体积mL (X轴) 对滴定剂消耗体积mL (Y轴) 做线性回归,并绘图。绘制方程 $y=a_1x+b_1$ 的曲线,方法空白值就是截距“b1”。

样品溶液的滴定

取 15mL 的待测硝酸钾肥料样品溶液,加入 2mL 10 mol/L 氢氧化钠,加入 20mL 纯水,用经标定后的四苯硼酸钠溶液滴定至终点。

仪器参数

TET滴定模式	
Start conditions	
pause time	20s
Titration parameters	
Dosing rate	2mL/min
Filter factor	50
Stirrer rate	12
Stop Conditioning	
Stop volume	10mL
Additional volume after stop	0 mL
evaluation	
Reaction type	exothermic
EP criterion	-5
Evaluation start	0.5mL

样品计算公式

硝酸钾计算公式

$$\omega = \frac{M \times (V_1 - V_0) \times 0.25 \times c}{2m \times V} \times 100$$

ω : 氧化钾的含量, ω_2 氯化钾的含量, 单位为%

C : 滴定剂的浓度, 单位为 mol/L

V_1 : 样品滴定终点的体积的数值, 单位为 mL

V_0 : 方法空白体积的数值, 单位为 mL

m : 试样的质量的数值, 单位为 g

M : 氧化钾 (硝酸钾以氧化钾计, 94.196) 的摩尔质量, 单位为 g/mol

V : 移取待分析样品的体积数值, 单位为 mL

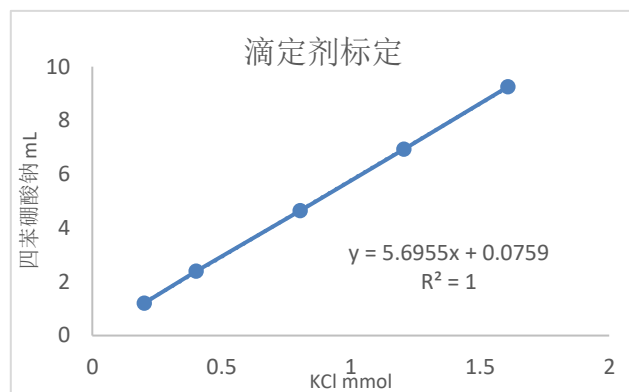
数据及结果

四苯硼酸钠滴定剂的滴定

氯化钾 mmol	四苯硼酸钠消耗量 mL
0.201	1.2067
0.402	2.3967
0.804	4.6433
1.206	6.9233
1.608	9.2500

氯化钾基准溶液浓度为:

0.2012 mol/L (7.5022g 定容至 500mL)



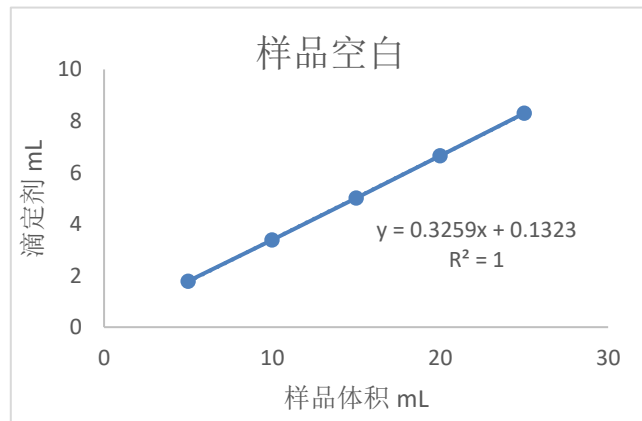
四苯硼酸钠滴定剂的浓度

$C=1/a=1/5.6955=0.1756\text{mol/L}$

硝酸钾样品

样品空白测定 (m=1.5062g)

进样体积 mL	滴定剂体积 mL	空白方程	空白 mL
5	1.7833	$y=0.3259x + 0.1323$	0.1323
10	3.3767		
15	5.0033		
20	6.6467		
25	8.2967		



AB-CN(CC)-00799-03-859-102017
温度滴定法测定硝酸钾肥中氧化钾的含量

样品测定及重复性 (m=1.5062g)

样品名称	进样体积 mL	滴定剂体积 mL	氧化钾含量 %
硝酸钾	15	4.9933	44.49
		4.9867	44.42
		4.9800	44.36
		4.9933	44.49
		4.9800	44.36
		4.9967	44.52
		4.9733	44.30
平均值 %			44.42
RSD %			0.083

注意事项

1. 硝酸钾样品使用称样量 2g，定容至 250mL 时，当空白测定选用 25mL 样品加入量时，滴定剂体积会超出 10mL 量程，对于温度滴定不适合。
2. 滴定中，加纯水是为了保证试样溶液可以浸没过电极，但不宜过多，过多会稀释反应中的热效应，使滴定终点不明显，建议试样加水后体积在 25~40mL 左右。
3. 滴定剂四苯硼酸钠尽量选用国药或者分析纯以上规格，否则滴定剂即使按照标准方法配置，但标定后浓度会有所下降， $<0.2\text{mol/L}$ 。

报告人

吴英良

CClab of CCM

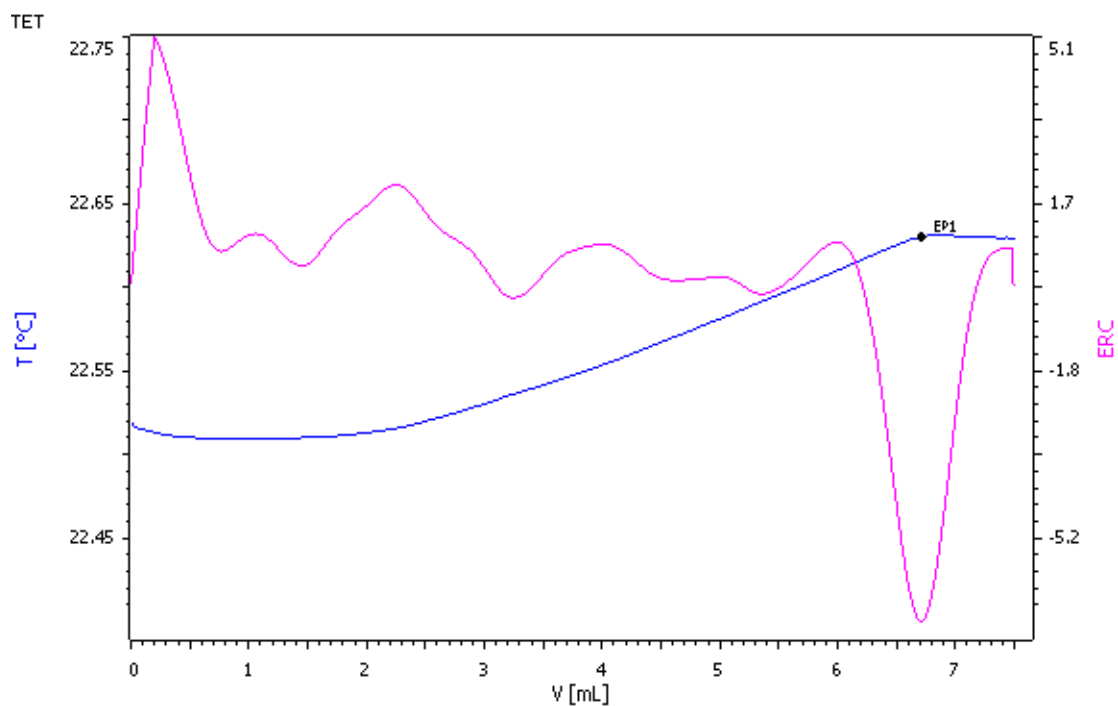
瑞士万通 中国

日期

2017-10-17

附录

四苯硼酸钠滴定剂的标定



硝酸钾肥料样品谱图

