

电位滴定法测定样品中铁的含量（氧化还原滴定法）

张连第 方建安

（南京传滴仪器设备有限公司）

一、方法操作步骤：

用移液管吸取 25ml 待测液（首钢矿业）于 100 ml 烧杯中，加入 15 滴钨酸钠（25%），用三氯化钛溶液还原至溶液出现浅蓝色，此时所有的铁均还原成亚铁，再用重铬酸钾溶液氧化过量的三氯化钛，使蓝色刚刚褪去变成无色，然后加 20 ml 硫磷混酸，用重铬酸钾标准溶液 $c(1/6K_2Cr_2O_7)=0.0500\text{mol/L}$ 在 FJA-2 型微机控制自动滴定系统（南京传滴仪器设备有限公司产品）以铂电极为指示电极，银-氯化银电极为参比电极进行自动滴定。滴定曲线如图所示。

结果计算

$$\text{Fe}\%=(C\times V\times 0.055847\times 100\%)/m$$

式中：

C 为重铬酸钾标准溶液，mol/L；

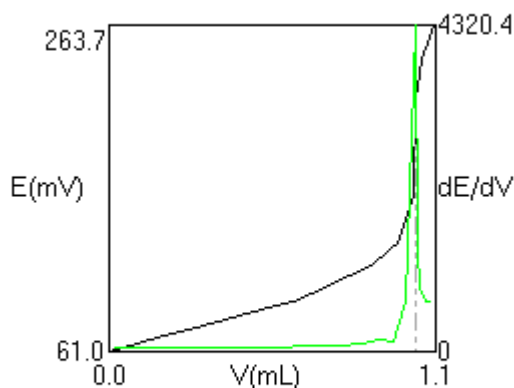
V 为重铬酸钾标准溶液耗用量，mL；

0.055847 为铁的 mmol 质量；

m 样品重量，g。

二、测定结果

样品-1 -- 滴定及其导数曲线



终点1 体积：1.026mL 电位：188.5mV
浓度：1.026e-3mol/L

用重铬酸钾标准溶液样品中铁的含量的结果

序号	滴定剂耗用量 (mL)	误差 ΔV (mL)	相对误差 (%)
1	1.014	-0.007	0.686
2	1.023	-0.002	0.196
3	1.016	-0.005	0.490
4	1.026	+0.005	0.490
5	1.026	+0.005	0.490
平均值	1.021	S=0.001024	变异系数=0.100

三讨论

- 1、电位滴定法测定样品中铁的含量（氧化还原滴定法），虽然步骤多一些，但从测定结果来看具有较好的精密度，这是该方法具有较高的锐度指数所致。
- 2、为了保证样品测定精度，除了吸取样品要正确外，这里在用重铬酸钾溶液氧化过量的三氯化钛，使蓝色刚刚褪去变成无色这一步操作是非常重要的。
- 3、多吸取一些样品量，增加滴定剂的耗用量（6 mL 左右），一方面增加化学反应的锐度指数，对提高滴定精有好处，另一方面会减小相对误差。

2009/5/26