

滴定碘法测定铁矿石中全铁的研究

王宪生 (商洛学院化学系, 陕西商洛 726000)

摘要 采用无汞盐的滴定碘法测定铁矿石中的含铁量。试样溶解后, 在 pH 值为 3~4 的酸性溶液中, 加入过量的 KI 溶液, 生成的 I₂ 以淀粉为指示剂, 用 Na₂S₂O₃ 标准溶液进行滴定。结果表明, 改进后的方法, 操作简单, 测定快速, 测定结果的 RSD < 2.5%, 可用于学生实验。滴定碘法不使用有毒的 HgCl₂ 和 K₂Cr₂O₇, 能保护环境、防止污染。

关键词 滴定碘; 无汞盐; 铁测定

中图分类号 O655.23 文献标识码 A 文章编号 0517-6611(2007)10-02841-01

铁矿石中全铁的测定有多种方法^[1-4], 但都存在不足。笔者采用滴定碘法来测定铁矿石中的铁含量, 该方法操作简单、测定快速, 且不使用有毒的 HgCl₂ 和 K₂Cr₂O₇ 试剂, 用于学生实验后, 收到了良好的效果。

1 材料与方 法

1.1 主要试剂 K₂Cr₂O₇ 标准溶液: 0.02 mol/L, 准确称取在 140~150 °C 烘干 2 h 的 K₂Cr₂O₇ 基准试剂 1.4~1.5 g 溶于少量去离子水后, 用水定容于 250 mL 容量瓶中, 摇匀, 计算其准确浓度; Na₂S₂O₃ 标准溶液: 0.10 mol/L, 称取 12.5 g Na₂S₂O₃·5H₂O (AR), 溶于 500 mL 新煮沸的冷去离子水中, 加入 0.2 g Na₂CO₃ 固体, 贮于棕色试剂瓶中, 在暗处放置 7~14 d 再标定; KI 溶液 100 g/L (新鲜配制)、过氧化氢溶液 300 g/L、HCl 溶液 1:1、氨水溶液 1:1、HAc 溶液 1:2、淀粉指示剂 5 g/L。以上试剂均为分析纯或基准试剂, 所用水为二次去离子水。

1.2 Na₂S₂O₃ 标准溶液浓度的标定 移取 K₂Cr₂O₇ 标准溶液 25.00 mL 于 250 mL 碘量瓶中, 加 1:1 HCl 溶液 5.0 mL, KI 溶液 10.0 mL, 盖上瓶盖, 在暗处放置 5 min, 加水 100 mL 后, 用 Na₂S₂O₃ 标准溶液滴定至溶液变为浅黄绿色, 加淀粉指示剂 2.0 mL, 继续用 Na₂S₂O₃ 滴至绿色, 即为终点。并按下式计算其 Na₂S₂O₃ 的浓度: $C_1 V_1 = C_2 V_2$, 式中: C₁、V₁ 分别表示 Na₂S₂O₃ 标准溶液的浓度 (mol/L) 和滴定时消耗的体积 (mL); C₂、V₂ 分别表示 K₂Cr₂O₇ 的浓度 (mol/L) 和移取的体积 (mL)。

1.3 试样分析 准确称取铁矿石 0.20~0.30 g (准确至 0.0001) 于 250 mL 碘量瓶中, 用少量水润湿后, 加入 10.0 mL 浓盐酸, 低温加热至完全溶解, 稍冷后, 加 3~5 滴 H₂O₂ 溶液, 煮沸 2 min 以分解除去过量的 H₂O₂ (开始冒大气泡), 冷却后加水 10 mL, 小心滴加 1:1 氨水至刚有沉淀产生, 用 1:2 HAc 溶液调至 pH 值为 3.0~4.0, 加入 10.0 mL KI 溶液, 摇匀后盖上瓶盖, 在暗处放置 5~8 min, 加水 90 mL 后, 立即用 Na₂S₂O₃ 标准溶液滴定至浅黄色, 加 2.0 mL 淀粉指示剂, 继续用 Na₂S₂O₃ 滴至蓝色恰好消失, 即为终点。

1.4 铁含量计算 可按下式计算铁矿石中铁的质量分数 (%) / Fe (%) = $(C V \times 10^{-3} \times M_{Fe}) / m_s \times 100$; 式中: C、V 分别表示 Na₂S₂O₃ 标准溶液的浓度 (mol/L) 和滴定用去的体积 (mL); M_{Fe} 为铁的摩尔质量; m_s 为试样的质量 (g)。

2 结果与分析

2.1 测定结果的比较 分别选用赤铁矿作试样的滴定碘法

与汞盐—重铬酸钾标准法, 同时测定样品 5 次, 测定结果如表 1 所示。

组别	标准法均值	滴定碘法均值	E _r	t	RSD
I	68.32	67.01	1.9	2.56	2.14
II	68.60	67.14	2.1	2.25	2.42
III	68.54	67.25	1.9	2.33	2.30

2.2 准确度与精密度试验 由表 1 可知, 滴定碘法与标准法测定结果基本吻合, 两种方法的相对误差 < 2.0%。同时利用 t 检验法^[5] 进行了显著性检验 (表 1), $t_{0.95,5} = 2.78$, 可见, 各 t 值均小于 $t_{0.95,5}$, 说明所测定的平均值与标准法之间未发现有显著性差异, 滴定碘法是准确可靠的, 另外, 由于测定结果的相对标准偏差值均小于 2.5%, 说明重现性好, 精密度较为理想。

2.3 溶液的酸度 试验表明, 溶液的酸度愈大, 反应速度愈快, 但酸度太大时, I⁻ 易被空气中的 O₂ 所氧化, 同时, 若酸度太大, Na₂S₂O₃ 标准溶液在滴定过程中会发生分解。为此, 滴定反应应在 pH 值 3.0~4.0 的酸性溶液中进行, 可用 1:1 的氨水和 1:2 的 HAc 溶液调节。

2.4 还原剂及用量 由于 $E_{Fe^{3+}/Fe^{2+}} = 0.771 V > E_{I_2/I^-} = 0.535 V$, 所以, 可用 I⁻ 来还原 Fe³⁺, 所以采用 KI 溶液。为了加快反应的速度和提高反应的完全程度, 应加入过量的 KI, 通常加入 KI 的量比理论值大 1.5~2 倍即可, 而滴定碘法加 100 g/L 的 KI 溶液 10.0 mL。KI 要用前新鲜配制, 否则会因时间过长部分 I⁻ 被氧化为 I₂ 而带来误差。

2.5 滴定时的温度 滴定反应要在室温下进行, 升高温度, 虽可加快反应速度, 但会降低淀粉指示剂的灵敏度、增大 I₂ 的挥发性, 同时 I⁻ 易被空气氧化而造成较大的误差。

2.6 指示剂的选择 碘量法常用淀粉作指示剂。因为淀粉与 I₂ 作用形成的蓝色配合物在弱酸性溶液中, 其灵敏度很高。若溶液的 pH < 2.0, 淀粉易水解, 遇 I₂ 显红色而降低其灵敏度。通常配置成 5 g/L, 加入 2.0 mL 即可。淀粉指示剂应在临近终点时加入, 如果加得过早, 较多的 I₂ 会被淀粉所包含, 使终点滞后。

2.7 反应速度 由于 Fe³⁺ 与 KI 的反应需一定时间才能进行的比较完全, 所以需放置 5~8 min。如果放置时间不足, 则会在滴定到终点后, 溶液又迅速变蓝, 这表明反应未定量完成, 应重做。

作者简介 王宪生 (1954-), 男, 陕西澄城人, 副教授, 从事分析化学教学与研究工作。

收稿日期 2006-01-04

(下转第 2859 页)

(上接第2841页)

3 结论

滴定碘法与汞盐—重铬酸钾法均可作为铁矿石中铁含量的测定方法。但滴定碘法更简单、快速、无污染,可用于学生实验。

参考文献

[1] 华中师范大学,东北师范大学,陕西师范大学.分析化学实验[M].北

京:高等教育出版社,2001.

[2] 武汉大学.分析化学实验[M].北京:高等教育出版社,1985.

[3] 董亦斌,束嘉秀,王素萍.硫酸铈滴定法测定铁矿中铁[J].冶金分析,2003,23(3):57-58.

[4] 四川大学化工学院,浙江大学化学系.分析化学实验[M].北京:高等教育出版社,2003.

[5] 华中师范大学,东北师范大学,陕西师范大学,等.分析化学[M].北京:高等教育出版社,2001.