

电位滴定法测定锡基合金中的铅

汤永铭

(盐城工学院化学工程系,盐城,224003)

摘要 报告了用铅离子选择性电极为指示电极,电位滴定法测定锡基合金中铅的新方法。在测定体系中加入过量的EDTA标准溶液络合铅,再用 $Pb(NO_3)_2$ 标准溶液滴定过量的EDTA。电位实践明显,方法简便、快速,结果准确可靠。加标回收率达99.95%~100.02%。

关键词 电位滴定法 锡基合金 锡 铅

分类号 O65

引言

锡基合金中铅的测定,通常采用比色法和容量法,但常出现指示剂封闭现象,对测定结果有影响。本法用电位测定法,不用指示剂,在pH5.5~5.8的条件下,用305型铅电极作指示电极,以酒石酸和邻二氮菲联合掩蔽干扰离子,加过量的EDTA标准溶液络合铅,再用铅标准溶液滴定过量的EDTA,电位实践明显,用二级微商法确定滴定终点并计算出终点时耗用滴定剂的体积,方法简便快速,结果准确可靠。通过对锡基合金样品的测定,结果令人满意。

1 实验部分

1.1 主要仪器与试剂

PXJ-1型数字式离子计	PHS-3型酸度计
305型铅离子选择性电极	801型双液接饱和甘汞电极
681型磁力搅拌器	$Pb(NO_3)_2$ 标准溶液 0.01000mol/L
EDTA标准溶液 0.01000mol/L	硝酸钠溶液 1mol/L 0.1mol/L
0.2%NaOH溶液	30%六次甲基四胺缓冲溶液 pH5.7
0.5%邻二氮菲溶液	20%酒石酸溶液

1.2 实验方法

1.2.1 电极的预处理

指示电极:将铅电极置于0.001mol/L $Pb(NO_3)_2$ 溶液中活化1h以上,用去离子水洗至达到规定的空白电位,即可使用。

1.2.2 实验方法

取0.01mol/L $Pb(NO_3)_2$ 标准溶液1.00ml置于50ml容量瓶中,加20%酒石酸溶液2ml、0.5%邻二氮菲溶液2ml,调pH=5.6,加30%六次甲基四胺溶液3ml,用1mol/L $NaNO_3$ 稀释

• 收稿日期:1997-05-08

至 50ml, 转入 80ml 烧杯中, 搅拌 1min, 加 0.01mol/L EDTA 标准溶液 4.00ml, 搅拌 1min, 插入电极, 用微量滴定管滴加 0.01mol/L Pb(NO₃)₂ 标准溶液滴定过量的 EDTA, 近终点时每加 0.10ml 测读一次电位值, 至电位实跃基本停止为止。然后用二极微商法确定滴定终点并计算出终点时耗用滴定剂的体积 V_x。

1.2.3 EDTA 标准溶液与 Pb(NO₃)₂ 标准溶液体积比的测定

于 50ml 容量瓶中, 加 20% 酒石酸溶液 2ml, 以下按实验方法进行。

$$K = \frac{4.00}{V_x}$$

式中: K 为每毫升 Pb(NO₃)₂ 标准溶液相当于 EDTA 标准溶液的毫升数; V_x 为滴定终点时耗用 Pb(NO₃)₂ 标准溶液的体积 (ml); 4.00 为加入 EDTA 标准溶液的体积 (ml)。

2 结果与讨论

2.1 酸度对电位实跃的影响

在 pH4、5、6、7 时按实验方法分别测出各点电位, 求出终点时的 ΔE/ΔV, 绘制在不同 pH 条件下 ΔE/ΔV-V 的滴定曲线。见图 1。由图

可知, 当 pH ≤ 4 时, 电位实跃不明显; 当 pH 5 ~ 6 时, 电位实跃最好; 当 pH > 6 时, 出现 Pb(OH)₂ ↓, 使终点延迟, 结果偏高。因此本方法选用在 pH 5.5 ~ 5.7, 用 EDTA 滴定铅 (I) 条件最佳。

2.2 样品中加标回收率的测定

按实验方法, 对已知量的标准样品中, 加入一定量的铅 (I), 测定回收率在 99.95% ~ 100.02%, 测定结果见表 1。

表 1 样品加标回收率的测定 (n=4)

样品中的铅 (I) (μg)	加入铅 (I) (μg)	测得铅 (I) (μg)	绝对误差 (μg)	相对误差 (μg)	回收率 (%)
35.10	200	235.15	+0.05	+0.02	100.20
	400	435.04	-0.06	-0.01	99.99
36.20	200	236.25	+0.05	+0.02	100.02
	400	436.00	-0.20	-0.05	99.95

2.3 干扰离子的消除

在测定体系中, 锡、锑、铜、锌、铁等离子干扰测定。经试验确定方法中用 20% 酒石酸溶液 2ml、0.5% 邻二氮菲溶液 2ml 联合掩蔽, 测定体系中共存锡 10mg、锑 2mg、铜 1mg、铁 10μg、锌 1μg 等干扰离子都能完全掩蔽, 测得满意结果。

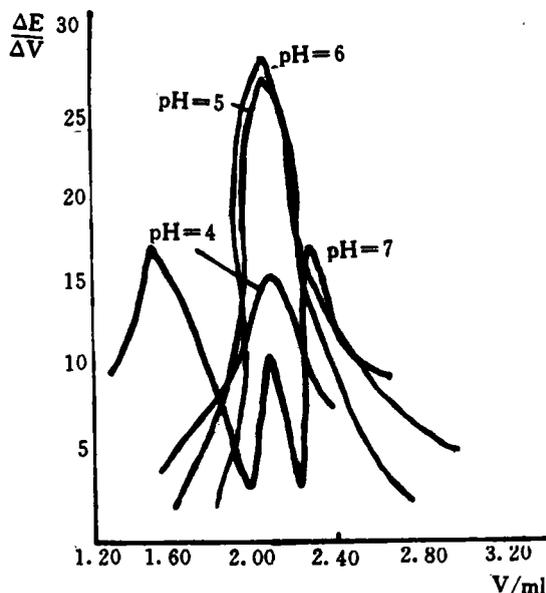


图 1 不同 pH 条件下 ΔE/ΔV-V 的滴定曲线

3 样品分析

准确称取样品 0.1000g, 置于 200ml 高型烧杯中, 加 20% 酒石酸溶液 10ml, 1+1 硝酸 10ml, 加热溶解, 若有沉淀可逐滴加入 1+2 盐酸至沉淀恰好溶解(盐酸不多加), 煮沸 1min, 使氮氧化物分解, 冷却, 移至 100ml 容量瓶中, 定容, 摇匀。

吸取上述制备溶液 10.00ml(含铅(I) 2mg 以下), 于 50ml 容量瓶中, 以下按实验方法进行。

样品中含铅量的计算

$$\text{Pb}\% = \frac{C \times (4.00 - KV_x) \times 0.2072}{G \times \frac{10}{100}} \times 100$$

式中: C 为 EDTA 标准溶液的量浓度(mol/L); K 为每毫升 $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$ 标准溶液相当于 EDTA 标准溶液的毫升数; V_x 为滴定终点时耗用 $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$ 标准溶液的体积(ml); G 为试样重(g); 4.00 为已加入 EDTA 标准溶液的体积(ml)。

对锡基合金 1#、2#、3# 样中含铅量进行了测定, 并与标准值相对照, 结果见表 2。由表 2 看出, 本法测定结果与标准值是相符的。

表 2 样品分析结果(%)

样品号	标准值	本法测定值		平均值	标准偏差
1#	18.20	18.30	18.15	18.22	0.062
		18.22	18.20		
2#	12.40	12.42	12.36	12.39	0.026
		12.40	12.38		
3#	10.65	10.60	10.65	10.64	0.026
		10.66	10.64		

参考文献

- 1 徐盘明等. 实用金属材料分析方法. 合肥: 中国科学技术出版社. 1990. 616~619
- 2 钟洪辉等. 电化学分析方法. 重庆: 重庆大学出版社. 1991. 82~83
- 3 黄德培等. 离子选择性电极的原理与应用. 北京: 新时代出版社.
- 4 汤永铭. 用铅电极测定水泥中三氧化硫. 水泥. 1994(11). 30~32

(上接第 15 页)

参考文献

- 1 李国喜. 钢材热浸镀工艺的研究与应用. 材料保护. 1993, 9
- 2 张翠兰. 我国熔剂法热浸镀工艺发展概况. 金属热处理. 1995, 1
- 3 吴元康. 钢铁材料热浸镀工艺的改进及发展. 材料保护. 1994, 1
- 4 刘邦津. 热浸镀. 化学工业出版社 1987
- 5 马臣. 稀土对喷焊层耐腐蚀性的影响机制. 中国稀土学报. 1994, 6