

溴酸钾电位滴定法测定锑

鄢国强 刘瑾 孙乃仁

(机械工业部上海材料研究所 200437)

摘要 研究在室温下, $1.0 \sim 3.2 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$ 盐酸介质中, 用溴酸钾标准溶液氧化 Sb(III) 至 Sb(V) , 以电位滴定确定终点的新方法, 应用于巴氏轴承合金中锑含量的测定, 方法简便、快速, 结果准确可靠。

关键词 巴氏轴承合金 锑 溴酸钾 电位滴定法

POTENTIOMETRIC TITRATION OF ANTIMONY WITH POTASSIUM BROMATE

Yan Guoqiang, Lin Jin and Sun Nairen

(Shanghai Research Institute for Materials MMBI 200437)

Abstract A method for potentiometric titration of Sb^{3+} with BrO_3^- in $1.0 \sim 3.2 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$ HCl at ambient temperature is reported in this paper. The method is simple and rapid without the need of expensive equipment. It has been used for the determination of antimony in white metal bearing alloys with satisfactory results.

Keywords White metal bearing alloys Antimony Potassium bromate Potentiometric titration

用溴酸钾标准溶液滴定 Sb(III) 是测定锑含量最常用的分析方法^[1~4]。目前普遍采用的指示剂如甲基橙等并非氧化还原指示剂, 而是不可逆指示剂, 并要求在热溶液 ($80 \sim 90^\circ\text{C}$) 中进行滴定, 滴定终点难于辨别, 影响分析结果的可靠性。有人^[5]对几种用于溴酸钾滴定的可逆指示剂, 包括 α -萘黄酮、对乙氧基柯衣定、品红、阿朴吗啡进行详细研究, 但未见有实用性文献报道。

本文研究了室温下, 在 $1.0 \sim 3.2 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$ 盐酸介质中, 用溴酸钾标准溶液氧化 Sb(III) 至 Sb(V) , 以电位滴定确定终点的方法。用于巴氏合金中锑的准确测定, 迄今尚未见文献报道。

1 试验部分

1.1 主要试剂与仪器

溴酸钾标准溶液: $0.02500 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$, 在 180°C 烘干结晶溴酸钾至恒量, 溶解溴酸钾 1.3917 g 于水中, 移入 2000 ml 量瓶中, 用水稀释至刻度, 混匀。

pHS-3C 酸度计(上海第二分析仪器厂)

213 型铂指示电极(上海电子光学技术研究所)

217 型饱和甘汞电极(上海电光器件厂)

JB-1 型搅拌器(上海雷磁仪器厂)

1.2 分析方法

称取试样 $0.4500 \sim 1.0000 \text{ g}$ 置于 400 ml 烧杯中, 加入浓硫酸 20 ml , 硫酸氢钾 5 g , 开始时缓缓加热, 然后逐渐升温使其分解完全, 继续冒烟 10 min , 以除去二氧化硫。放冷后, 加水 50 ml , 摇动使硫酸水化, 再冷却, 加入盐酸 25 ml , 缓缓煮沸 5 min ^[2], 加水稀释至约 150 ml , 冷却至室温, 往试液中放入磁力棒和电极, 启动搅拌器

搅拌溶液 $0.5 \sim 1 \text{ min}$, 在搅拌下用溴酸钾标准溶液滴定(当电位达 -700 mV 时, 应减慢滴定速度), 记录标准溶液的滴定体积和电位值, 绘制滴定曲线, 找出滴定终点。

按下式计算锑质量分数:

$$\text{Sb}(\%) = \frac{C \cdot V \cdot \frac{60.88}{1000}}{m_s} \times 100$$

式中 C ——溴酸钾标准溶液浓度, $\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}$

V ——滴定至终点时溴酸钾标准溶液体积, ml

60.88 —— $\frac{1}{2}\text{Sb}$ 的摩尔质量, $\text{g} \cdot \text{mol}^{-1}$

m_s ——称样量, g

2 结果与讨论

2.1 滴定曲线

称取纯锑 ($>99.99\%$) 或铅基合金和锡基合金标样, 按分析方法操作, 将电位值对相应的体积作图, 滴定曲线见图。可见, 用 $0.02500 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$ 的溴酸钾标准溶液滴定的终点突跃比用 $0.05000 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$ 更明显, 滴定误差更小。本文选用 $0.02500 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$ 溴酸钾标准溶液作滴定剂, 滴定终点突跃十分明显, 无论是采用曲线法还是直接观测法, 确定的滴定终点均与理论终点一致, 因此可用观测法直接确定滴定终点, 即在搅拌下用溴酸钾标准溶液滴定至溶液最大电位变化时的体积即为滴定终点体积。

2.2 酸度的影响

现行滴定法中, 需在热溶液中进行滴定, 最佳酸度为 $1.2 \sim 3.5 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$ 盐酸^[6]。我们试验了室温下电

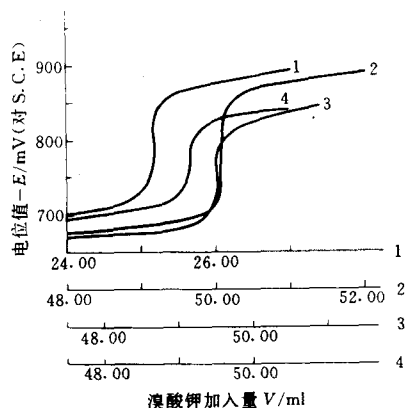


图 滴定曲线

- 曲线: 1. 纯锑(0.0765g),用 0.05000mol·L⁻¹溴酸钾标准溶液滴定
 2. 纯锑(0.0762g),用 0.02500mol·L⁻¹溴酸钾标准溶液滴定
 3. 铅基合金(含 0.0754g Sb),用 0.02500mol·L⁻¹溴酸钾标准溶液滴定
 4. 锡基合金(含 0.0748g Sb),用 0.02500mol·L⁻¹溴酸钾标准溶液滴定

位滴定法确定终点时盐酸浓度对测定结果的影响。试验现象表明,盐酸浓度大于 3.5mol·L⁻¹时,终点附近电位变化不及低浓度时稳定,终点突跃也不及低浓度时明显,而盐酸浓度小于用 1.0mol·L⁻¹,Sb(Ⅲ)容易水解。称取同一标样作不同酸度试验,结果表明,1.0~3.2mol·L⁻¹盐酸浓度时,测定结果一致,本方法中选择在盐酸浓度为 2.0mol·L⁻¹左右进行滴定。而硫酸用量在 5~20ml 对测定结果均无影响。

2.3 回收率试验

称取不同量纯锑,按分析方法操作,结果见表 1。

2.4 试样分析

应用本方法,测定了一些标准试样,结果见表 2。

试验结果表明,标准溴酸钾电位滴定法用于巴氏合金中锑的测定,方法简便,结果准确可靠,解决了长期以来受指示剂困扰的终点指示问题。

表 1 电位滴定法测定锑的回收率

溴酸钾用量 (V/ml)	理论终点 (V/ml)	称取量 (m/mg)	测得量 (m/mg)	偏差	回收率 (w/%)
15.50	15.506	23.6	23.59	-0.01	99.96
31.55	31.537	48.0	48.02	+0.02	100.04
50.18	50.197	76.4	76.37	-0.03	99.96

表 2 分析结果(w/%)

标样	标准值	测定值	平均值	SD	RSD
锡基巴氏合金 (GBW 02302)		11.715	11.713		
	11.81	11.701	11.688	11.71	0.02 0.17
		11.718	11.725		
铅基巴氏合金 (GBW 02401)		16.049	16.023		
		16.055	16.058		
		16.090	16.045		
英国铅基巴氏合金 (BCSNo 177/1)	16.09	16.071	16.040	16.04	0.03 0.19
		16.061	16.027		
		16.036	15.995		
		16.065			
英国铅基巴氏合金 (BCSNo 177/1)	10.4	10.460	10.464	10.46	

参 考 文 献

- 1 ASTM E57-60(1978)
- 2 JIS H1561-1975
- 3 GB 4103-83
- 4 鄢国强编. 工厂实用化学分析手册. 北京:机械工业出版社,1995:470
- 5 Kolthoff I M, Elving P J. Treatise on Analytical Chemistry (Part I Vol 10). New York: Interscience, 1978:300
- 6 Kolthoff I M, Elving P J. Treatise on Analytical Chemistry (Part I Vol 10). New York: Interscience, 1978:299

(收稿日期:1995.12.27)

封面广告说明

PC 1000 系列特点:

- 台式微机插板型
- 500kHz 一体化 A/D 采样
- 高光输入,低杂散光
- 全息光栅,蓝光增强型 1024 CCD 线阵接收
- 光谱范围 200~1050nm
- 谱分辨率 1~10nm

PS 1000 系列特点:

- 和笔记本式计算机连接
- 高光输入,低杂散光
- 全息光栅,蓝光增强型 1024 CCD 线阵接收
- 光谱范围 200~1050nm
- 谱分辨率 1~10nm