

表 方法的准确度与精密度的试验结果

标 样	标准值 (ppm)	本 法 测 定 值 (ppm)			
		单次值	平均值 ($n=10$)	标准偏差	变异系数 (%)
GSD-1	920	915, 920	918	7.1	0.78
GSD-2	240	250, 255			
GSD-3	400	400, 405			
GSD-4	825	845, 800			
GSD-5	1160	1150, 1155			
GSD-6	970	960, 960			
GSD-7	690	690, 685	685	12	1.8
GSD-8	335	330, 335			

收稿日期: 1984年9月13日

络合滴定法测定 银钯焊料中钯

鄢国强

(上海材料研究所)

文献[1-4]报导了在纯溶液中或在铂族金属存在下,用络合直接滴定或返滴定法测定钯。Raoot^[5]提出,用硫脲作掩蔽剂选择性络合滴定测定钯的方法,并应用于铜钯、钯钯、镍钯、钴钯合金以及其它合金中钯的测定。本文提出,大量银存在下的银钯焊料中钯的络合滴定法。方法简便、快速、准确,用于实际试样分析,结果满意。

一、主要试剂

钯标准溶液 称取0.1000克纯钯粉,溶于最少量硝酸中,以水定容至100毫升,摇匀。此溶液1毫升含1毫克钯。

硝酸锌标准溶液 (0.02M) 称取0.8138克基准氧化锌,溶于少量硝酸中,加水至200毫升,用40%乙酸钠溶液调至约pH5.8(用精密pH试纸检查),以水定容至500毫升。按下述步骤操作求出浓度换算因数。

移取20毫升硝酸锌标准溶液于250毫升烧杯中,

加入15毫升EDTA标准溶液,用40%乙酸钠溶液调至约pH5.8,滴加2滴二甲酚橙指示剂(控制体积约100毫升),用硝酸锌标准溶液滴定至溶液呈红色,再用EDTA标准溶液滴定至溶液恰变黄色即为终点。按下式计算硝酸锌标准溶液与EDTA标准溶液的浓度换算因数 f 。

$$f = \frac{V_1}{V_2}$$

式中 V_1 —EDTA标准溶液消耗量(毫升);

V_2 —硝酸锌标准溶液消耗量(毫升)。

EDTA标准溶液 (0.02M) 按下述步骤操作求出对钯的滴定度 T 。

移取10毫升钯标准溶液于250毫升烧杯中,加入15毫升EDTA标准溶液,以下操作同浓度换算因数步骤。按下式计算EDTA标准溶液对钯的滴定度 T (毫克/毫升钯)。

$$T = \frac{10.00}{V_1 - fV_2}$$

二、分析步骤

称取0.1000—0.2000克试样于烧杯中,用少量硝酸加热至完全分解,移入100毫升容量瓶中,以水定容,摇匀。分取部分试液(含5—20毫克钯)于250毫升烧杯中,加入相当量EDTA标准溶液并过量10毫升,加水至约100毫升,以下操作同浓度换算因数步骤。按下式计算试样中钯含量。

$$\text{Pd}(\%) = \frac{(V_1 - fV_2) \cdot T}{G} \times 100$$

式中 G —称样量(毫克)。

三、结果与讨论

1. **滴定方式的选择** 以二甲酚橙作指示剂,用金属离子滴定剂进行返滴定时,终点突跃不够敏锐,滴定误差较大。而钯与EDTA形成的螯合物很稳定^[6,7],所以我们确定了上述滴定方式,终点敏锐,结果满意。加入过量EDTA标准溶液后,如加热后再滴定,则终点得不到稳定的红色,为此,加EDTA标准溶液前须将试液冷却至室温。

2. **标准加料回收试验** 结果列于表1。表明,在银基中加入10毫克钯的回收率为99.6—100.3%。银钯焊料中共存元素允许含量甚微,所以仅就银共允量进行了试验,银共存量少于300毫克时无影响;大于300毫克时出现乙酸银沉淀,对终点稍有影响。由于氨能络合钯,当体系中有铵盐存在时结果偏低。

表1 标准加料回收试验结果
($T = 2.132\text{mg/mL EDTAPd}$, $f = 0.9928$)

Ag加入量(mg)	Pd加入量(mg)	EDTA标准溶液消耗量(mL)	硝酸锌标准溶液消耗量(mL)	Pd测得量(mg)	回收率(%)
—	5.00	10.55	8.25	5.03	100.6
—	10.00	15.16	10.55	9.99	99.9
—	20.00	20.48	11.20	19.96	99.8
100	10.00	15.10	10.50	9.96	99.6
200	10.00	15.10	10.48	10.01	100.1
300	10.00	15.20	10.57	10.03	100.3

3. 试样分析结果 见表2

表2 试样分析结果
($f = 0.9928$; $T = 2.132\text{mg/mL EDTAPd}$)

试样	称样量(mg)	EDTA标准溶液消耗量(mL)	硝酸锌标准溶液消耗量(mL)	Pd测得量(mg)	含量(%)
银钨焊料—4—867	206.6	15.90	11.38	9.81	4.75
	207.2	15.05	10.50	9.86	4.76
	207.8	15.25	10.70	9.86	4.75
	207.1	15.11	10.58	9.82	4.74

参考文献

- [1] W. F. Harrie, T. R. Sweet, Anal. Chem., 26, 1649 (1954)
- [2] W. M. MacNevin, O. H. Kriege, Anal. Chem., 27, 535 (1955)
- [3] J. Kinnunen, B. Merikanto, Chemist-Analyst, 47, 11 (1958)
- [4] H. Khalifa, M. M. Khater, Z. Anal. Chem., 191, 399 (1962)
- [5] K. N. Raoot, S. Raoot, Talanta, 28, 327 (1981)
- [6] W. M. MacNevin, O. H. Kriege, Anal. Chem., 26, 1768 (1954)
- [7] W. M. MacNevin, O. H. Kriege, J. Am. Chem. Soc., 77, 6149 (1955)

收稿日期: 1984年9月5日

酸不溶炉渣中总铁、氧化锰、二氧化钛量的比色测定

印德俊

(长城钢厂四分厂)

炉渣的成份一般说来均较复杂且波动也大。普通钢及低合金钢炉渣多数可用酸分解, 但酸性炉渣及一些高合金钢炉渣则不易溶于酸而必须经过熔融才能达到试样完全分解的目的。由于炉渣成份多而杂, 在测定某一元素时, 常常会受到其它元素的干扰, 鉴于这种情况, 要求分析方法必须适应炉渣成份的特点, 并尽可能找出一些快、准、操作又简便的方法。本文以酸不溶炉渣为例进行试验, 结果表明, 用硼酸-碳酸钠熔融、盐酸浸取制备试液, 分取试液用硫氰酸盐比色法测定总铁量; 以甲醛肟比色法测定氧化锰; 以二安替吡啉甲烷比色法测定二氧化钛。方法再现性及准确性均较好, 并可节省时间和试剂。

主要试剂 混合熔剂: 2份无水碳酸钠和1份硼酸充分研细混匀; 甲醛肟溶液: 10毫升甲醛和27.5克盐酸羟胺溶于100毫升沸水中, 冷后用水稀至500毫升; 5%二安替吡啉甲烷(1N盐酸溶液); 铁、氧化锰、二氧化钛标准溶液: 浓度均为10微克/毫升。

分析步骤 称取0.1000克试样于盛有2克硼酸-碳酸钠混合溶剂的铂坩埚中, 用细玻璃棒搅匀, 再覆盖0.5克混合熔剂, 加盖后于1000℃马弗炉中熔融45分钟。取出冷却, 用水吹洗坩埚外壁后放入150毫升烧杯中, 加入30毫升沸水及10毫升盐酸, 低温加热至熔块溶解。取下冷却, 溶液移入100毫升容量瓶中, 以水定容, 摇匀。分取试液分别进行铁、氧化锰、二氧化钛的测定。

1. 总铁量的测定 分取两份一定量试液(总铁含量为0—1%时取10毫升; 1—5%时取2毫升; 5—10%时取1毫升)分别置于50毫升容量瓶中, 其中一份加入5毫升硝酸(1+3)、5毫升20%硫氰酸钠溶液, 用水稀至刻度, 摇匀, 此溶液作为显色液; 另一份试液中只加5毫升硝酸(1+3), 以水定容, 作为参比液。用3厘米吸收池, 在分光光度计上于500nm处测量吸光度。于一组50毫升容量瓶中, 分别加入0, 20, 40, 60, 80, 100微克铁标准溶液, 以下按显色试液操作。以零微克为参比, 测量吸光度, 绘制

这篇论文是鄢国强参加工作后撰写的第一篇论文，成稿于1984年8月工作一周年之际，曾在全国贵金属分析测试学术会议（1985年6月，昆明）上宣读。



会议代表合影留念