

容量法测定铋过程中 pH 值的控制

林 青^①

江西铁山垅矿化实验室 342307

在用 EDTA 容量法测定矿样中 Bi 的过程中, 原方法采用在滴定前一次性调节 pH 值后 EDTA 直接滴定。这种做法一方面难以控制 pH 值的最佳范围; 另一方面随着滴定体积的增大, 会改变其 pH 值, 同时还会引起其它杂质元素的干扰, 造成终点不够敏锐清晰, 结果波动较大。为此, 笔者对原方法稍加改进, 使测定结果波动减小。

试样溶液经过滤后, 移取 10~20 ml 于 250 ml

烧杯中, 加抗坏血酸 0.2 g 左右, 待其溶解后加 0.7% 硫脲 100 ml, 用标准 EDTA 滴至淡黄色 (临近终点), 再分别以饱和 NaAc 溶液和 5% HNO₃ 溶液调 pH 值为 1.8~1.9 (经精密试纸检验), 加指示剂二甲酚橙两滴, 再用 EDTA 滴至亮黄, 其终点敏锐清晰。

对两个含 Bi 量不同的矿样用原法和改进后的方法进行测定, 结果见下表。

表 试样中 Bi 的测定结果对比

表 试样中 Bi 的测定结果对比																	%
样号	推荐值	原 法								本 法							
		分 次 测 定						$\bar{x}$	RSD%	分 次 测 定						$\bar{x}$	RSD%
1	20.93	20.68	21.13	20.80	20.68	20.74	20.81	0.90		20.94	20.92	20.96	20.94	20.94	20.94	0.07	
2	0.73	0.69	0.71	0.76	0.71	0.69	0.71	4.0		0.75	0.74	0.74	0.76	0.74	0.76	0.75	1.31

〈收稿日期: 1991-11-07, 修回日期: 1992-01-03〉

① 林青 男, 工程师, 分析化学专业。