

岩矿中铜的交流示波极谱滴定

范斌^①

西藏地矿局第一地质大队 波密 855200

文献^[1]介绍,用微金电极时,从强酸性到弱碱性底液, Cu^{2+} 都有很灵敏的切口,可用于指示滴定终点。本文在此基础上对乙二胺四甲叉磷酸(EDTMP)滴定 Cu^{2+} 的条件进行了详细研究。所拟定的方法具有简便、准确,终点清晰、直观、敏锐,不受颜色、温度影响的优点,用于岩矿中 Cu 的测定,结果令人满意。

1 实验部分

1.1 仪器与主要试剂

LS-1型交流示波极谱滴定仪(山东电讯七厂);微金电极和铂电极; $\text{NH}_4\text{OH}-\text{NH}_4\text{Cl}$ 缓冲溶液, pH 10; 1.00mg/ml Cu 标准溶液。

1.2 实验方法

准确吸取一定量 Cu^{2+} 标准溶液于100ml烧杯中,加入10ml缓冲溶液,用水稀释至50ml。插入电极,连接线路,在电磁搅拌下不断滴加0.010mol/L标准 EDTMP 溶液,至荧光屏上铜切口消失即为终点,记下 EDTMP 用量,计算出 Cu^{2+} 量。

2 结果与讨论

2.1 底液的选择

在氨性缓冲溶液中, Cu^{2+} 在交流示波极谱图上有灵敏切口,选用 $\text{NH}_4\text{OH}-\text{NH}_4\text{Cl}$ 缓冲溶液作为底液。试验发现 NH_4Cl 浓度影响示波图形,体系中 NH_4OH 浓度在 0.1~0.3mol/L, NH_4Cl 浓度在 0.10~0.40mol/L 都可获得准确的滴定结果。本文选定 0.2mol/L $\text{NH}_3\cdot\text{H}_2\text{O}-0.2\text{mol/L}$ NH_4Cl 缓冲

溶液作为底液。

2.2 滴定 Cu^{2+} 量的范围

试验结果表明,在选定条件下 Cu^{2+} 量在 0.50~20.00mg 范围内滴定的准确度能满足分析要求。 Cu^{2+} 量 > 20.00mg 时,电极发灰,示波图形不正常,滴定终点难以准确判断; Cu^{2+} 量 < 0.50mg 时,滴定终点亦难判断。

2.3 温度的影响

在溶液温度为 5~60°C 之间,取 5.00mg Cu^{2+} 进行试验。结果表明滴定结果不受温度的影响。

2.4 共存物质的影响

在不同的金属离子存在下,按实验方法测定。结果表明,在滴定 5.00mg Cu^{2+} 时,20mg 的 Co^{2+} 、 Ni^{2+} 、 Zn^{2+} 、 Pb^{2+} , 30mg 的 Mn^{2+} 、 Cd^{2+} 、 Fe^{3+} 、 $\text{Si}(\text{IV})$, 40mg 的 Al^{3+} 、 Ca^{2+} 、 Mg^{2+} 、 $\text{Sb}(\text{III})$ 、 $\text{Sn}(\text{IV})$ 、 In^{3+} 、 Bi^{3+} 、 $\text{W}(\text{VI})$ 、 Ga^{3+} 等不干扰 Cu^{2+} 的测定。 Cl^- 、 NO_3^- 、 SO_4^{2-} 等阴离子也不影响 Cu^{2+} 的测定。

3 样品分析与标准加入回收试验

称取 0.1000~0.5000g 试样于 150ml 烧杯中,用水润湿,加入 HCl 10ml,盖上表皿,低温加热数分钟后,加 HNO_3 3ml,继续加热至样品分解完全并蒸至湿盐状。冷却后加入 $\text{NH}_3\cdot\text{H}_2\text{O}$ 15ml,搅匀,盖上表皿煮沸 1min。冷却后用 1+1 HCl 调节 pH 值为 5~6,移入 200ml 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。吸取 10ml 清液于 100ml 烧杯中,按实验方法操作,测定结果列于下表。

① 范斌 男,工程师,从事岩矿分析工作。

称取适量试样按样品分析操作,并加入 99.12%~100.83%。
5.00mg Cu²⁺标准作回收试验,其回收率为

		表 样品测定结果							$w(\text{Cu})/10^{-2}$	
试样	原结果	本 法 测 定 结 果 ^①								
		单 次 测 定 值							$\bar{x}$	RSD(%)
孔雀石		11.12	11.12	11.10	11.10	11.09	11.13	11.12	11.11	0.14
		11.11	11.09	11.09						
辉铜矿		15.03	15.06	15.03	15.06	15.04	15.04	15.04	15.04	0.08
		15.05	15.03	15.04						
黄铁矿		0.45	0.46	0.45	0.46	0.44	0.43	0.45	0.45	2.22
		0.46	0.46	0.45						
辉钼矿		1.05	1.03	1.06	1.04	1.05	1.07	1.04	1.05	1.14
		1.06	1.05	1.06						
黄铜矿		5.67	5.68	5.68	5.69	5.68	5.67	5.64	5.67	0.24
		5.67	5.66	5.67						
WPS1	17.02								17.11	0.84
SRA5	22.74								22.70	0.27
SPB10	0.27								0.29	1.89
A102	1.41								1.35	2.80
CD09	9.50								9.28	2.20

① WPS1~CD09 5个样品的平均值均由10次测定获得。

4 参考文献

- 1 向智敏,高鸿.示波极谱滴定的研究.分析化学.1985,13(11):825.

(收稿日期:1992-03-20,修回日期:1992-11-25)