

银铜锌锡合金中银铜锡的联合测定

魏崇敏, 王雪莹

(山东省冶金科学研究院, 山东 济南 250014)

摘要: 用浓硫酸和浓硝酸溶样, 分别用硫氰酸盐消定法、碘量法和络合滴定法测定银、铜和锡。实现了银、铜、锡的联合测定。

关键词: 容量法; 银、铜、锡

中图分类号: 文献标识码: B 文章编号: 1004-4620(2000)05-0001-03

The Combined Determination of Silver Copper and Tin Silver-Copper-Zinc-Tin Alloy

WEI Chong-min, WANG Xue-ying

(Shandong Metallurgical Research Institute, Jinan 250014, China)

Abstract: Used of concentrated sulphuric acid and concentrated nitric acid to dissolve sample, silver, copper and tin are respectively determined by using thiocyanate titrimetry, iodimetric method and complexometric method. The combined determination of silver, copper and tin are realized.

Keywords: volumetric method; silver; copper; tin

冶金工业部部颁标准中, 有银、铜、锌合金中铜量和锌量的测定方法以及银铜锡合金中铜量和锡量的测定方法^[1], 而没有银铜锌合金的化学分析法。银铜锌合金是一种银焊合金, 常用来焊接金属。由于该合金银量较高(50%左右), 过去银量的分析多采用重量法, 但是重量法称样量多(称2g样), 耗费试样成本高, 试验过程长, 不能满足生产单位快速分析和降低耗样成本的要求。通过多次试验发现, 称0.2000g试样, 采用浓硫酸和浓硝酸溶解, 分取母液, 分别用硫氰酸盐滴定法、碘量法和络合滴定法测银、铜和锡, 实现了样品的快速联合测定, 将该方法应用于实际样品的分析, 即降低了成本, 又提高了分析速度, 样品测定结果令人满意。

1 实验

1.1 主要试剂

硫氰酸铵标准溶液(0.02mol/L): 称取1.522g硫氰酸铵于200ml烧杯中, 加少量水溶解, 移入100ml容量瓶中, 以水定容。

硝酸铅标准溶液(0.02mol/L): 称取6.6242g硝酸铅于200ml烧杯中, 加少量水溶解, 移入100ml容量瓶中, 加一小片刚果红试纸, 用(1+1)硝酸调至刚果红呈紫红色, 以水定容。

硝酸铅标准溶液(0.003mol/L)：称取0.9936g硝酸铅，配法同上。

硫代硫酸钠标准溶液0.003mol/L)：称取7.4451g硫代硫酸钠，于200ml烧杯中，用少量水溶解，加0.1g无水碳酸钠，用煮沸冷却后的水稀释至100ml。

铜标准溶液：称取2.0000g纯铜(99.99%)置于250ml烧杯中，加(1+1)硝酸40ml，溶解后蒸发至10ml左右，移入1000ml容量瓶中定容。此溶液含铜2.00mg/L。

锡标准液：称取0.5000g纯锡(99.99%)置于250ml烧杯中，加10ml浓硫酸、10ml浓硝酸，加热溶解完全后蒸发至冒硫酸烟。冷却至室温，移入1000ml容量瓶中，用30ml硫酸(1+1)分次洗涤烧杯，洗涤液并入容量瓶中，加350ml硫酸(1+1)，400ml水，摇匀。冷却至室温，用水定容。此溶液含锡0.50 mg/ml。

锌标准溶液：称取1.0000g纯锌(99.99%)置于250ml烧杯中，加15ml浓硝酸加热溶解，移入1000ml容量瓶中，以水定容。此溶液含锌1.00mg/ml。

银标准溶液：称取0.7870g硝酸银(99.80%)溶于200ml烧杯中，加少量水溶解，移入100ml容量瓶中，以水定容。此溶液含银5.00mg/ml。

1.2 实验方法

和取0.2000g试样，置于250ml锥形烧杯中，加5ml浓硫酸，25ml浓硝酸，加热溶解后蒸发至10ml左右，冷却至室温，移入100ml容量瓶中，以水定容，摇匀。

1.2.1 银的测定分取20.00ml试液于250ml锥形烧杯中，加水稀释至50ml，加5ml硫酸高铁饱和溶液，用0.02mol/L硫氰酸铵标准溶液滴至溶液呈朱红色。

1.2.2 铜的测定分取25.00ml试液于250ml锥形瓶中，用氨水(1+1)调至氢氧化铜沉淀出现，加0.2g氟化氢铵，使沉淀溶解(此时溶液pH在3~4)，加入2g碘化钾，立即用0.03mol/L硫代硫酸钠标准溶液滴定至黄色，加入5ml淀粉溶液(1%)，继续滴至黄色，再稍加些硫氰酸铵(固体)继续滴定至黄色为终点。

1.2.3 锡的测定分取25.00ml试液，于250ml锥形烧杯中，加入0.05mol/L EDTA溶液12ml，加热至沸保持微沸5min，冷却至室温。滴加6滴二甲酚橙溶液(0.2%)，用氨水(1+1)中和溶液至刚变成紫红色(pH在5.5~6.0)，滴加3~4滴硫酸(1+1)，加10ml六次甲基四胺溶液(40%)，用0.02mol/L硝酸铅标准溶液滴定至由草绿变成紫红色(不计数)。加入2g氟化钠，加热至沸并保持微沸10min，冷却至室温，滴加2滴硫酸(1+1)，加2滴二甲酚橙溶液，用0.003mol/L硝酸铅标准溶液滴定至溶液由草绿变成紫红色为终点。

1.2.4 结果计算

$$W\% = (C \cdot V \cdot M / 1000m \cdot f) \times 100$$

式中 W——所测元素的质量百分数；

C——标准滴定溶液的浓度，mol/L；

V——标准滴定液所消耗的体积，ml；

f——分取率;

M——所测元素的摩尔质量, g/mol。

2 结果与讨论

2.1 溶样酸度试验

由于试样中含有锡, 故在溶样时不能只用硝酸溶解, 否则偏锡酸析出, 必须采用浓硫酸和浓硝酸溶解。试验情况见表。

表1酸溶样条件试验ml

H ₂ SO ₄ 加入量	HNO ₃ 加入量	试验结果
2	10	溶解不清
4	20	速度慢, 溶清
5	25	速度快, 溶清
6	30	速度快, 溶清

通过试验发现, 采用5ml浓硫酸, 25ml浓硝酸溶解试样, 速度快样品分解完全, 溶液清亮。

2.2 回收试验

由于目前尚未有此类标样, 可配成与试样相近的合成标样, 然后算其结果。

2.2.1 Ag的回收试验 取8.80mg铜标准溶液, 6.40mg锌标准溶液, 2.00mg锡标准溶液于250ml锥形瓶中, 按表2加入一定量的银标准溶液(5.00mg/ml), 按银的实验方法操作, 结果见表2。

表2银的回收试验结果

标准溶液 加入量/ml	含量	回收含量	回收率
4.00	50.00	47.97	99.94
4.25	53.13	53.15	100.04
4.50	56.25	56.18	99.88
4.75	59.38	59.45	100.12

2.2.2 铜的回收试验 吸取28mg银标准溶液, 8.80mg锌标准溶液和2.50mg锡标准溶液于250ml锥形瓶中, 按表3加入一定量的铜标准溶液(2.00mg/ml), 按铜的实验方法操作, 结果见表3。

表3铜的回收试验结果

标准溶液 加入量/ml	含量	回收含量	回收率
4.50	18.00	17.99	99.94
5.00	20.00	20.05	100.25
5.50	22.00	22.01	100.05
6.00	24.00	24.05	100.02

2.2.3 锡的回收试验

吸取28.00mg银标准溶液，8.80mg锌标准溶液和11.00mg铜标准溶液于250ml锥形瓶中，按表4加入一定量的锡标准溶液(0.50mg/ml)，按锡的实验方法操作，结果见表4。

表4锡的回收试验结果

准溶液	加入量/ml	含量	回收含量	回收率
3.50		3.50	3.52	100.57
4.00		4.00	4.00	100.00
4.50		4.50	4.45	98.89
5.00		5.00	5.02	100.40

2.3 样品分析结果

表5样品分析结果

银铜锌 锡合金	Ag		Cu		Sn	
	重量法	容量法	原子吸收法	容量法	原子吸收法	容量法
国产1#	47.85	48.00	35.65	35.80	1.40	1.42
进口2#	55.80	55.70	22.20	22.10	4.90	4.92

参考文献

[1]中国有色金属工业总公司标准计量研究所。有色金属工业产品化学分析标准汇编(3)。北京：中国标准出版社，1992，144：148

[返回上页](#)