

基于自动电位滴定法测定钯银、钯银铜合金中的银含量

黄思敏 郭云鹏

(山西省科技资源与大型仪器开放共享中心, 山西 太原 030006)

摘要 目前,对于各种物质之中银含量的测定主要是通过电位滴定法进行对应的处理。为了展开针对性的研究,本文基于自动电位滴定法对于钯银、钯银铜合金中的银含量进行具体的测定分析。基于硝酸溶解样品,对于外来离子产生的干扰影响加以分析与讨论,并且利用过量 EDTA 掩蔽钯的添加,就可以直接消除钯的干扰。希望通过本文的研究,能够对今后的深入分析和探索起到一定的借鉴作用。

关键词 钯银 钯银铜合金 自动电位滴定法

中图分类号: O657

文献标识码: A

文章编号: 1007-0745(2022)05-0028-03

所谓钯银合金,实际上就是将钯作为基本添加银的二元合金。对于银和钯之间,可以满足相互无限制的融合,这样就可以形成固溶体。钯银合金带有极强的选择性透氢能力与吸氢能力,通过过滤的氢纯度能够达到 99.9999%,属于极好的高纯氢净化材料。另外,钯银合金本身还可以直接用于精密电阻丝、弱电接点、电子工业等一系列的应用。钯银铜合金本身可以满足滑动接点材料、电位器绕组材料、饰品材料等中的应用。

1 自动电位滴定仪与电位法分析

自动电位滴定仪主要是基于电位法的基本原理设计,从而用于分析容量的一种常见的分析仪器。

电位法的基本原理是:通过指示电极以及参比电极的合理选择,从而直接将其与被测溶液构建成一个工作电池,伴随着滴定剂的加入,通过化学反应之后,其被测离子的浓度就会出现对应的变化,这样就会导致指示电极出现对应的变化。在滴定终点的位置上,被测离子的浓度会出现突变,这样就会导致电极电位突跃情况的出现。所以,基于电极电位的突跃,最终就可以将滴定的终点加以明确。

对于仪器分电计以及滴定系统而言,电计本身主要是通过电子放大控制线路的方式,这样就可以让指示电极与参比电极之间的点位能够与预先设置好的某一个终点电位进行相互的比较,两个信号的差值在经过放大之后,就可以实现滴定系统滴液速度的有效控制。在达到终点的预设电位之后,就会直接自动的停止滴定。仪器作为微机控制滴加量,其对应的结构包含了电计与滴定两个系统。

2 银基合金中银的测定

对于银基合金之中的银的具体测定,主要是选择直接将氯化钠作为滴定剂从而进行对应处理的电位滴定法,这属于标准的分析方法,实现镍氰化钾置换、EDTA 络合滴定法和电位滴定法的具体使用^[1]。目前,在国际标准之中选择电位滴定法,因为钯会对测定产生一定的干扰,所以需要直接分离出银沉淀的氯化银,之后选择氨水溶解氯化银,当其处于氨性介质中,就可以选择银-碘化银电极为指示电极,从而进行相应的碘化钾溶液滴定,饱和甘汞电极则直接成为参比电极。在本方法的实际使用之中,工作电极选择为复合银电极,氯化钠溶液作为滴定剂。通过选择硝酸溶解的样品,然后添加过量 EDTA 掩蔽钯,直接将钯的干扰消除,从而进行针对性的处理^[2]。

3 方法分析

第一,仪器。在仪器方面,主要是选择复合银电极以及梅特勒 T5 型号的自动电位滴定仪。

第二,试剂。在试剂方面,主要是选择硝酸、EDTA、氯化钠以及金属银(99.99%)。

第三,试验操作。选择一定量的样品,将其直接添加到 150mL 的烧杯之中,然后添加 5mL 硝酸(1:1),通过低温加热溶解,煮沸之后直接将氮氧化物去除。之后取下将其冷却到室温,通过过量 50% 的 EDTA 溶液的添加,然后补充水到 100mL。放磁子,直接插入复合银电极,让电位滴定仪直接滴定到终点,同时做好氧化钠体积的记录,利用滴定度就可以实现对样品之中银含量的计算。

表1 称样量

含银量 (%)	10-30	30-50	50-70	70-90
称样量 (g)	0.4	0.2	0.15	0.1

表2 EDTA 加入量

称样量 (g)	0.4	0.2	0.15	0.1
EDTA 量 (mL)	60	30	25	15

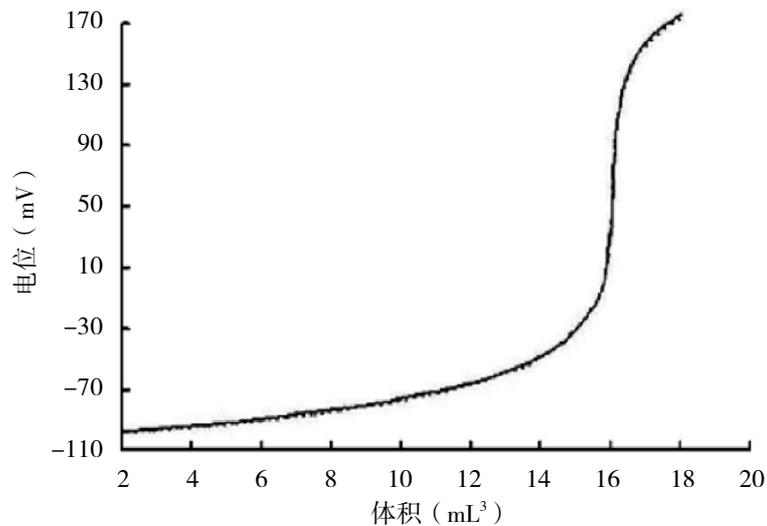


图1 滴定曲线

4 结果与讨论分析

4.1 硝酸介质酸度

合理的调整与改善介质之中的硝酸浓度(1.25%~10%),滴定的起始电位存在一定的差异,但是终点电位本身是基本不变的。考虑到实际的酸度较高的问题,就会导致银电极遭受到一定的腐蚀,所以可以考虑到2%的硝酸介质的使用。

4.2 称样量

利用本方法进行测定处理,氯化钠滴定剂直接选择浓度0.05mol/L,滴定管的具体溶剂为20mL。为了满足滴定准确度的进一步提高,就需要确保滴定的体积超过10mL,并且要求10~20mL的滴定体积,称样量见表1所示。

4.3 EDTA 加入量

通过本方法的使用,直接将过量50%的EDTA(0.1mol/L)溶液添加进去。具体的加入量见表2所示。

4.4 外来离子产生的影响以及对应的方法

基于氯化钠电位滴定银之后,会有 Zn^{2+} 、 Al^{3+} 、

Ni^{2+} 、 Cu^{2+} 等不干扰测定的出现^[3]。但是Pd(II)会直接地改变E-V曲线形状,从而导致滴定不能够顺利开展下去,让银电极出现表面变黑的情况。这样就直接导致溶液置换了其中的Pd(II),从而将其直接沉淀在银电极的表面,使得指示电极性质出现了改变。为了消除Pd(II)的影响,可以选择通过EDTA将Pd(II)掩蔽之后再继续进行银的测定。通过试验分析来看,对于溶液酸度的实际控制,在EDTA溶液的实际添加之后,可以将Pd(II)的干扰消除,直接让E-V滴定曲线恢复到正常的状态。对于实际的影响,具体见图1与图2分析所示。

4.5 精密度试验

在实际的试验之中,主要是针对样品开展7次的平行测定,从而对于平均值以及相对标准偏差(RSD)加以计算。具体见表3所示。

4.6 回收率试验

基于回收率试验结果进行分析,见表4所示。

4.7 小结

通过对本次选择方法的使用与分析,发现其呈现

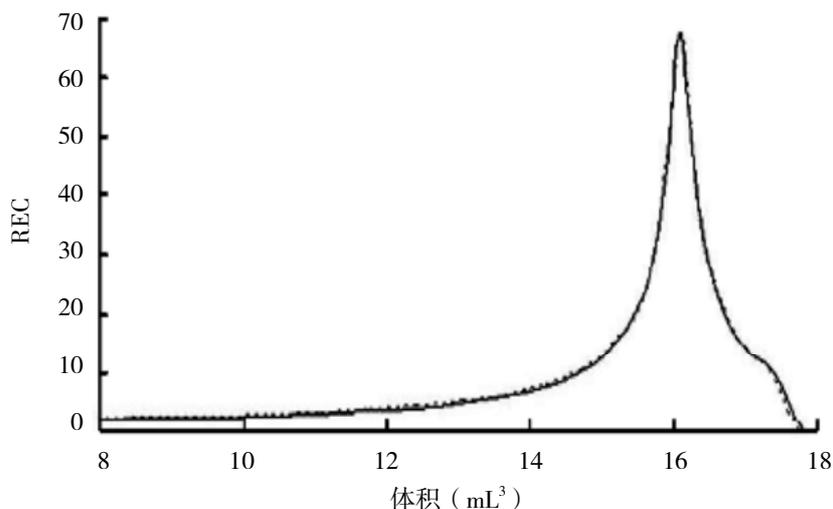


图2 一阶导数曲线

表3 精密度试验结果 (%)

编号	测得量							平均值	RSD
1	39.45	39.56	39.40	39.48	39.50	39.39	39.42	39.45	0.07
2	40.12	40.30	40.35	40.18	40.22	40.28	40.25	40.24	0.08

表4 回收率试验结果

银加入量 (mg)	测得量 (mg)	回收率 (%)
20	19.35	96.7
20	19.57	97.8
25	25.20	100.8
25	20.42	102.7
30	30.25	100.8
30	29.77	99.2

出快速、简单、准确的特点，并且不需要分离氯化银，可以有效规避误差。在测定的时候也是致力于在无氨的环境之下进行，不会对人体健康带来危害^[4]。在实际的测定之中，含银量为15%~90%。RSD < 1.0%，加标回收率在96%~103%之间，效果是非常明显的。

5 结语

总而言之，本文在实际的银含量测定之中主要是选择自动电位滴定法进行相对应的分析与处理，利用这样的方式为今后的具体测定起到良好的借鉴作用。相信在今后的试验之中还能够找到更多新的方法或者有效路径，更好地满足具体的测定要求。

参考文献:

- [1] 陈婵, 龙楚, 李雪明. 贵金属饰品检测中几类特殊样品的分析 [J]. 贵金属, 2019(02):64-68.
- [2] 谢磊. 氯化钠电位滴定法测定贵铅中银 [J]. 冶金分析, 2018(12):64-68.
- [3] 刘秋波, 肖一然, 李文莉. 硫氰酸钾电位滴定法测定铜冶炼分银渣中的银量 [J]. 中国无机分析化学, 2018(04): 47-50.
- [4] 史博洋, 王皓莹, 陈殿耿. 火试金富集-自动电位滴定法测定锡阳极泥中的银含量 [J]. 中国资源综合利用, 2017(09):32-34.