

文章编号:1673-9981(2010)03-0231-04

EDTA 络合滴定法测定锡铋铟合金中的铟

许洁瑜, 麦丽碧, 陈晓东

(广州有色金属研究院分析测试中心, 广东 广州 510650)

摘 要:先用乙酸乙酯萃取,再用稀盐酸反萃,可将铟与合金中的锡和铋等干扰元素分离,最后用 EDTA 标准溶液进行络合滴定,可测得锡铋铟合金样品中铟含量。用该法测铟的回收率在 99.62%~100.50% 之间,标准偏差小于 1%,变异系数为 0.42。

关键词:铟; 锡铋铟合金; EDTA; 络合滴定

中图分类号: O655.25

文献标识码: A

铟在地壳中的含量为千万分之一,没有独立的矿物,广泛分布于闪锌矿中,含量低于 0.1%。铟主要作为包复层或制成合金以增强金属材料的耐腐蚀性,特别是在发动机轴承中可以减轻油的腐蚀,提高润滑性。铟具有优良的反射性能,可用来制作反射镜。铟合金可作为反应堆控制棒,其低熔合金可用于玻璃与玻璃、玻璃与金属的封界^[1]。

对于含铟量低的样品,通常用丁基罗丹明 B、结晶紫、罗丹明 B 和乙基紫等作显色剂,采用光度法测定,或者采用原子吸收法测定^[2]。对于含铟量较高的样品,通常采用 EDTA 络合滴定法测定^[3]。对于锡铋铟合金样品,用 EDTA 络合滴定法测定铟时,锡和铋的存在会严重干扰测定。因此,本文采用萃取法先把铟与锡、铋分离,再用 EDTA 络合滴定的方法测定铟。

1 实验部分

1.1 试剂

所用试剂盐酸、硝酸、硫酸、碘化钾、乙酸乙酯、抗坏血酸、氨水、乳酸、冰乙酸、硫脲和二甲基橙均为分析纯。二次蒸馏水;纯金属铟,纯金属锡,纯金属铋。

1.5mol/L KI—0.75mol/L H₂SO₄ 溶液:称取 25 g KI 溶于 90 mL 水中,加入 0.2~0.3 g 抗坏血酸,再加入 8.4 mL H₂SO₄(1+1),搅拌均匀后稀释至 100 mL(用时现配)。

EDTA 标准液的配制:称取 9.7 g 左右的 EDTA 溶于 1000 mL 蒸馏水中,用纯金属铟标定其准确浓度。

EDTA 溶液的标定:称取 0.1000 g 纯金属铟,用少许水润湿后加盐酸 10 mL,微热溶解,再加硝酸 10 mL,溶解完全后取下,加硫酸(1+1)4 mL,然后加热蒸发至剩 1~2 mL,取下冷却,加水至 20 mL 左右,煮沸。加乳酸 5 mL,摇匀,加冰乙酸 2 mL,用水稀释至体积约 150 mL,以氨水和盐酸小心调节到 pH2.5~3.0,加 2 滴 0.1% 二甲酚橙溶液,用 EDTA 标准溶液滴定终点由红色变为亮黄色。

EDTA 标准液的浓度按以下公式计算:

$$C = \frac{W_1}{M_1 \times V_1} \times 1000 \quad (1)$$

式(1)中:C—EDTA 标准溶液的浓度, mol/L; W₁—纯金属铟的质量, g; M₁—EDTA 的摩尔质量, 372.24 g/mol; V₁—标定时,消耗 EDTA 的体积, mL。

饱和硫脲溶液:将 15 g 硫脲溶于 100 mL 蒸馏水中(用时现配)。

收稿日期:2010-04-29

作者简介:许洁瑜(1981-),女,广东河源人,硕士。

0.1%二甲酚橙溶液:称取 0.1 g 二甲酚橙溶于 100 mL 水中。

0.24 mol/L 盐酸溶液:取 10 mL 浓盐酸用蒸馏水稀释至 500 mL。

1.2 实验方法

称取 0.2 g 锡铋合金样品置于 200 mL 烧杯中,用少许水润湿,加盐酸 10 mL,微热溶解,再加硝酸 10 mL,溶解完全后取下,加硫酸(1+1)4 mL,加热蒸发至剩 1~2 mL,取下冷却。加水至 10 mL,煮沸后移入 125 mL 分液漏斗中,加入 0.5 g 抗坏血酸,然后加入 KI-硫酸溶液 20 mL,摇匀,再加 25 mL 乙酸乙酯,萃取 1 min,弃去水相。向有机相中加入 0.24 mol/L 盐酸 50 mL 用力反萃取 1 min,水相置于 250 mL 烧杯中,弃去有机相。用蒸馏水洗涤分液漏斗 2 次,合并洗液于烧杯中,加乳酸 5 mL,摇匀,加 0.5 g 抗坏血酸、冰乙酸 2 mL,用水稀释至体积约 150 mL,以氨水和盐酸小心调节到 pH2.5~3.0,加饱和硫脲溶液 5 mL,加热至 30~50 ℃,加 2 滴 0.1%二甲酚橙溶液,用 EDTA 标准溶液滴定终点

由红色变为亮黄色。

1.3 数据处理

锡铋合金样品中铋含量按公式(2)计算:

$$w(\text{In})=\frac{CV_2\times M_2}{10\times W_2}\times 100\%$$
 (2)

式(2)中:C—EDTA 标准溶液的浓度, mol/L; V₂—滴定时,消耗 EDTA 的体积, mL; M₂—In 的摩尔质量, 114.82 g/mol; W₂—称取的试样质量, g。

2 结果与讨论

2.1 锡含量的影响

称取 0.02 g 纯锡和 0.08 g 纯铋、0.05 g 纯锡和 0.05 g 纯铋以及 0.08 g 纯锡和 0.02 g 纯铋分别置于 3 个 200 mL 烧杯中,按 1.2 实验方法的操作分析样品,实验结果列于表 1。由表 1 可知,在拟定的试验条件下,回收率在 99.91%~100.32%之间,满足常量分析要求。

表 1 锡含量对测定铋的影响

Table 1 Influence of the amount of Sn on the determination of In content

序号	锡加入量 /g	铋加入量 /g	样品中锡含量 w/%	样品中铋含量 w/%	EDTA 消耗量 /mL	实测铋含量 w/%	回收率 /%
1	0.0200	0.0799	20.02	79.98	26.59	79.91	99.91
2	0.0496	0.0500	49.80	50.20	16.71	50.36	100.32
3	0.0790	0.0208	79.16	20.84	6.95	20.90	100.29

2.2 铋含量的影响

称取 0.02 g 纯铋和 0.08 g 纯铋、0.05 g 纯铋和 0.05 g 纯铋、0.06 g 纯铋和 0.04 g 纯铋以及 0.08 g

纯锡和 0.02 g 纯铋分别置于 4 个 200 mL 烧杯中,按 1.2 实验方法的操作分析样品,实验结果列于表 2。

表 2 铋含量对测定铋的影响

Table 2 Influence of the amount of Bi on the determination of In content

序号	铋加入量 /g	锡加入量 /g	样品中铋含量 w/%	样品中锡含量 w/%	EDTA 消耗量 /mL	实测铋含量 w/%	回收率 /%
1	0.0208	0.0802	20.59	79.41	26.61	79.10	99.62
2	0.0510	0.0492	50.90	49.10	16.60	49.74	101.30
3	0.0598	0.0388	60.64	39.35	13.25	40.35	102.53
4	0.0793	0.0212	78.71	21.29	7.40	22.10	103.81

由表 2 可知,随着铋含量的增加,铟的回收率上升;在拟定的试验条件下,回收率在 99.62%~103.81%之间.合金样品中铋的质量分数低于 50%时,结果更令人满意.

2.3 共存元素的干扰

在现有测定条件下,对于 10mg Cu,10mg Cd,10mg Fe,10mg As,10mg Zn,10mgNi,10mg Mn,10mg Sb 不干扰测定,而 Pb 和 Ag 须预先分离,再进行测定.

2.4 样品的回收率

用纯金属铟、纯金属铋和纯金属锡模拟合金样

品,按 1.2 实验方法的操作分析样品,实验结果列于表 3.由表 3 可知,样品中铟的回收率在 99.62%~100.50%之间.说明用本法测定锡铋合金样品中的铟含量,有较高的准确度.

2.5 方法的精密度

称取 0.2 g 试样,按 1.2 分析步骤分析样品的铟含量,以检查该法的精密度,实验结果列于表 4.由表 4 可知,本法标准偏差小于 1%,变异系数为 0.42,该法的精密度能够满足常量分析要求.

表 3 模拟锡铋合金样品的回收实验结果

Table 3 Results of the recovery test of Sn-Bi-In alloy imitation sample

序号	称样量 /g	铟加入量 /g	铋加入量 /g	锡加入量 /g	样品中铟含量 w/%	EDTA 消耗量 /ml	实测铟含量 w/%	回收率 /%
1	0.2018	0.0404	0.0600	0.1014	20.02	13.42	19.97	99.75
2	0.2020	0.0416	0.0596	0.1008	20.59	13.84	20.57	99.91
3	0.2004	0.0400	0.0612	0.0992	19.96	13.39	20.06	100.50
4	0.2032	0.0420	0.0610	0.1002	20.67	13.94	20.59	99.62
5	0.1992	0.0412	0.0602	0.0984	20.68	13.75	23.32	100.24

表 4 合金样品精密度的实验结果

Table 4 Test results of the precision of Sn-Bi-In alloy sample

序号	称样量 /g	EDTA 消耗量 /mL	铟含量 w/%	铟平均含量 w/%	标准偏差 S/%	变异系数 CV/%
1	0.2010	15.56	23.25	23.28	0.099	0.42
2	0.2020	15.56	23.13			
3	0.2004	15.62	23.40			
4	0.1988	15.42	23.28			
5	0.2016	15.66	23.32			

3 结 论

在一定酸度条件下,先用乙酸乙酯萃取,再用稀盐酸反萃,可将铟与合金中的锡和铋等干扰元素分离,最后用 EDTA 标准溶液进行络合滴定,可准确测得锡铋合金中的铟含量.用本法测铟的回收率

在 99.62%~100.50%之间,标准偏差小于 1%,变异系数为 0.42,能满足锡铋合金中常量铟的分析.

参考文献:

[1] 车云霞,申泮文.化学元素周期系[M].天津:南开大学出版社,1999.
[2] 雷存喜.返滴定法测定含铟溶液中铟含量[J].益阳师专

学报,1997,14(6): 61-63.

钠用量对铟分析的影响[J]. 金属矿山,2004(9): 42-43.

[3] 黎铨海,许俊强,潘柳萍,等. EDTA 滴定法中酒石酸钾

Determination of indium content in Sn-Bi-In alloy by EDTA complexometric titration

XU Jie-yu, MAI Li-bi, CHEN Xiao-dong

(Analysis and Testing Research Center, Guangzhou Research Institute of Non-ferrous Metals, Guangzhou 510650, China)

Abstract: First by extracting with ethyl acetate and then by back extracting with hydrochloric acid, indium can be separated from Sn and Bi in Sn-Bi-In alloy, finally the amount of Indium is determined by EDTA titration method. So-determined In recovery ranges from 99.62% to 100.50%, and CV is less than 0.42%, and the standard deviation less than 1%.

Key words: indium; Sn-Bi-In alloy; EDTA; complexometric titration