

库仑络合滴定

Ⅱ. 微量钛(Ⅳ)的库仑络合滴定

莫金垣 吴梅英*

(化学系)

钛的库仑滴定大多是将钛还原为亚钛后进行。显然,未经预先还原钛(Ⅳ)的库仑滴定可简化测定手续,但这方面的研究仅见用电生铬(Ⅰ)滴定钛(Ⅳ)^[1]。本文鉴于乳酸对钛(Ⅳ)有较强的络合能力和选择性^[2],提出用汞阳极电生汞(Ⅰ)来滴定经乳酸置换出与钛(Ⅳ)络合的EDTA的库仑络合滴定微量钛(Ⅳ)的方法。

实 验

一、仪器和试剂:恒电流源,计时器,电解池,双极化汞指示电极等。试剂皆为分析纯。

二、测定步骤:于电解池阳极室中加入15%六次甲基四胺缓冲溶液1毫升,0.08M Hg(Ⅰ)-EDTA溶液一滴和一定量含有过量EDTA的标准钛(Ⅳ)溶液,开动电磁搅拌器,接通指示电路,记下此时pH计所示的电位差,断续接通恒电流和计时器,用汞阳极电生的汞(Ⅰ)回滴过量的EDTA,并同时记下电解时间和相应的指示电极间的电位差,直至终点电位突跃,然后加入一定量10%乳酸,待指示电极间的电位差升至最高,重复上述步骤,直至第二个终点电位突跃,画出两电位差—时间曲线,按第Ⅰ报方法^[3],于两曲线突跃平行部分中间,求得电解时间,根据法拉第电解定律计算钛(Ⅳ)量。

结 果 和 讨 论

一、pH的影响: pH于5.0~5.5范围内,钛能得到100%的回收率。

二、乳酸用量的影响: 乳酸的适宜用量为乳酸与钛(Ⅳ)的克分子比(M乳/M钛)245~2450。

三、电流密度对电流效率的影响: 电流密度小于2.5毫安/厘米²时,电流效率能达100%。

*张铄同志参加部分工作

收稿日期: 1979年2月

四、温度的影响: 温度在13℃~18℃时, 钽(V)的回收率达最大值并能定量回收。

五、共存离子的影响: Ca^{2+} 、 Mg^{2+} 、 Zn^{2+} 、 Cd^{2+} 、 Ni^{2+} 、 Co^{2+} 、 Cu^{2+} 、 Pb^{2+} 、 Al^{3+} 、 Cr^{3+} 、 Fe^{3+} 、 Bi^{3+} 、 Zr^{4+} 等许多离子不干扰钽(V)的测定, 稀土元素则严重干扰。铝(Ⅲ)的存在使预滴定和测定的曲线都较一般的斜, 等量的氯离子干扰不大, 但大于此量则严重干扰, 并在电极上生成不溶的氯化亚汞, 使指示电极不稳定, 电解池中存在大量的 SO_4^{2-} (0.2毫克/毫升) 不干扰测定。

六、精密度和准确度: 对于10.86微克的钽(V)6次测定的相对平均偏差为0.4%, 对于4~35微克钽(V)测定的相对误差为0.1~0.4%。

七、钽铁合金中钽的测定: 钽铁合金溶解后, 不经分离, 直接测定钽(V), 对于含钽40.24%和38.80%的二种标样六次测定的平均结果, 前者为40.35%, 后者为28.82%。

参 考 文 献

- [1] C. Sheytanov, M. Noshkova, *Anal. Chim. Acta*, 52 (1970), 455.
 [2] 陈永兆、李焕然, 化学学报, 31 (1965), 397.
 [3] 莫金垣, 化学学报, 38 (1980), 313.

IV. 微量钽及铈、钽连续库仑络合滴定

莫金垣 林植青 吴梅英 何永斌 汤风庆
 (化学系)

现有钽(V)^(1,2)和铈(Ⅲ)⁽³⁾的库仑络合滴定是用电生的EDTA或Fe(Ⅱ)-EDTA来滴定, 但选择性不高。本文研究了用电生汞(Ⅰ)滴定被柠檬酸置换出与钽络合的EDTA和用苹果酸置换出铈(Ⅲ)络合的EDTA, 实现了铈(Ⅲ)、钽(V)连续库仑络合滴定。

实 验

一、仪器和试剂:

恒电流源, 计时器, 电解池, 双极化汞电极及pH计等^(3,4)。所用试剂全部为分析纯。