

文章编号: 1001- 227X(2000) 04- 0041- 02

分析测试

一种新的测量碱性镀锡液中锡酸钠含量的方法

杨敬娥

(广州市二轻研究所, 广东 广州 510170)

摘要: 提出了| 种新的测量碱性镀锡液中锡酸钠含量的方法。阐述了该方法的原理及分析步骤。该方法操作简便、终点变色明显、准确度高、应用效果好。

关键词: 镀锡; 碱性; 锡酸钠

中图分类号: TG 115. 313; TQ 153. 13

文献标识码: B

A new method for the determination of sodium stannate in alkaline tin plating baths

YANG Jing- e

(Lab. of Surface treatment, Guangzhou 2nd Light Ind. Inst. of Sci. and Tech. , Guangzhou 510170, China)

Abstract: A new method for the determination of sodium stannate in alkaline tin plating baths was advanced. The fundamental as well as procedures of this method was described. This method has strengths such as easy to operate, obvious end point, high accuracy and good application results.

Keywords: tin plating; alkaline; sodium stannate

1 前言

碱性镀锡溶液中锡酸钠的测定, 过去采用的分析方法操作过程比较烦琐, 终点不好判断, 而且计算出的结果偏低。经过反复实验, 我们找到了一种操作简便, 终点明显, 结果准确的分析方法。

2 测定原理

在微酸性溶液中, 四价锡和 EDTA 生成

络合物, 加入过量的氟化铵后, 锡和氟离子生成更稳定的络合物而定量地释放出 EDTA。在溶液中加入盐酸使锡酸钠转变成四氯化锡, 加入几滴双氧水以氧化镀液中可能存在的二价锡, 加入过量的 EDTA, 加热煮沸, 以络合全部的四氯化锡, 用六次甲基四胺将溶液的 pH 值调至 5~ 6, 在二甲苯酚橙指示剂存在下, 以标准锌溶液滴定游离的 EDTA。加入氟化铵, 可以破坏四价锡与 EDTA 的络合物, 使 EDTA 释放出来, 但氟化铵不会破坏二价锌与 EDTA 的络合物, 用标准锌溶液滴定释放出的 EDTA, 根据标准锌溶液的消耗量计算出与四价锡络合的 EDTA 的数量, 也就是锡酸钠的含量。

3 实验

3.1 试剂

- ①1:1(体积比)的盐酸溶液
- ②30%(质量分数)过氧化氢溶液
- ③30%(质量分数)六次甲基四胺溶液
- ④二甲苯酚橙指示剂(固体)
- ⑤氟化铵(固体)
- ⑥0.05 mol/L EDTA 标准溶液

⑦0.05 mol/L 锌标准溶液:称取纯锌 3.2685 g,溶于 1:1(体积比)的盐酸中;转移至 1 000 mL 容量瓶中,稀释至刻度或称取硫酸锌 14.4 g 加水溶解,稀释至 1 000 mL。

标定:用移液管吸取 0.05 mol/L 的锌标准溶液 20 mL 于 250 mL 锥形瓶中,加水 50 mL,以氨水调 pH 值至 10 左右,用已标定的 0.05 mol/L EDTA 标准溶液滴定至由红色变蓝色即为终点。

$$C_{Zn^{2+}} = \frac{0.05 \times V}{20}$$

式中

$C_{Zn^{2+}}$ ——标准锌溶液的摩尔浓度

V ——耗用标准 EDTA 溶液的体积(mL)

3.2 分析步骤

①用移液管吸取镀液 1 mL 于 250 mL 的锥形瓶中,加 1:1(体积比)的盐酸 8 mL,加 5~6 滴双氧水,加纯水 60 mL,加 0.05 mol/L EDTA 标准溶液 20 mL,加热煮沸 2~3 min,冷却至室温。

②加入 30%(质量分数)六次甲基四胺溶液 35 mL,调 pH 值至 5~6,加入二甲苯酚橙指示剂少许,此时溶液呈黄色,以 0.05 mol/L 锌标准滴定至由黄色变红色(快到终点时要慢慢滴)为终点,不计数。

③即刻向溶液中加入氟化铵 3~4 g,摇动使其溶解,静置 5 min,此时溶液由红色转回黄色。

④用 0.05 mol/L 锌标准溶液滴定至由黄色转红色(到终点前要一滴一滴地加,否则易过量)为终点,记耗用锌标准溶液的体积 V 。

⑤计算

$$\text{锡酸钠含量} = \frac{C_{Zn^{2+}} \cdot V \times 266.7}{l} \text{ (g/L)}$$

式中

$C_{Zn^{2+}}$ ——标准锌溶液的摩尔浓度;

V ——耗用标准锌溶液的体积(mL)

l ——镀液的体积(1 mL)

266.7——锡酸钠的分子量

(上接第 40 页)

(1000), Cu^{2+} (500), Fe^{3+} (350), Cr^{3+} (210), Cd^{2+} (175), Fe^{2+} (142), Zn^{2+} (10) 不影响实验。

3.5 镀镍液样品测定

分别采用上述方法和 EDTA 滴定法测定镀镍液中的镍含量,结果见表 1。

表 1 镀镍液样品的测定

样品	平均测得值(g/L)	EDTA 测得值(g/L)
镀镍液	20.39	20.25

4 结论

利用传统方法测定镀镍中镍含量时,难

以消除共存组分的干扰。而采用方波伏安法,操作简单、快速、准确度高、灵敏度高,具有较好的选择性,能够满足生产需求。

参考文献:

- [1] 徐盘明,赵祥大.实用金属材料分析方法[M].合肥:中国科学技术大学出版社,1990. 689.
- [2] 王明.[J].理化检验-化学分册,2000,36(3):135.
- [3] 邱山,丘星初,何伟民等.锡镍镀液中镍的光度法测定[J].电镀与环保,2000,20(1):31.
- [4] 高小霞.极谱催化波[M].北京:科学出版社,1994.401.