

文章编号: 1001-3849(2004) 02-0036-02 y

锡酸钠中锡的测定方法

罗新辉, 谭丽霞, 谭菲

(湖南省科学技术研究开发院, 湖南 长沙 410004)

摘要: 分别采用直接盐酸酸化、EDTA 络合、 NH_4F 置换、硝酸铅返滴定法和锡酸钠行业标准中氧化还原滴定法测定了锡酸钠中的锡, 并对这两种测定方法进行了误差分析。结果表明返滴定法较之还原滴定法具有更小的系统误差, 操作上也更为简便易行, 值得广大同行借鉴。

关键词: 锡酸钠; 锡; 返滴定法

中图分类号: TQ115.313 文献标识码: B

Determination of Tin in Sodium Stannate

LUO Xin-hui, TAN Li-xia, TAN Fei

1 前言

锡酸钠广泛应用于电镀、颜料行业, 由于该产品一般是在强碱性条件下结晶而成, 故其中含有小于 5% 的 NaOH 。在行业标准中^[1], 采用的测定方法是氧化还原滴定法, 即在样品盐酸溶液中加入铝片使锡酸盐还原为二价锡, 然后用碘标准溶液滴定。该方法存在的问题是二价锡易被空气中的氧所氧化, 在还原和滴定的整个过程中需使用盖氏漏斗和碳酸氢钠以隔绝空气, 才能得到较为准确的测定结果。作者在 Na_2SnO_3 产品的生产检验中, 参照铅锡焊料中锡的分析方法^[2], 通过大量的实验证实直接采用盐酸酸化、EDTA 络合、 NH_4F 置换、硝酸铅返滴定法测定锡酸钠中的锡可以得到理想的分析结果, 且可避免行业标准中氧化还原滴定法的繁琐操作及难以控制的缺点, 方法简便易行。

2 实验部分

2.1 主要试剂

0.1 mol/L 碘标准滴定溶液; 盐酸(1+1); 铝箔; 饱和碳酸氢钠溶液; 5 g/L 淀粉指示液; EDTA

溶液(约 0.5 mol/L); 二甲酚橙指示剂(5 g/L); 硝酸铅标准滴定溶液; 六次甲基四胺; NH_4F (以上试剂均为分析纯)。

2.2 实验方法

2.2.1 氧化还原滴定法

称取 5 g 样品(精确至 0.000 2 g), 置于 200 mL 烧杯中, 加入少量水溶解(必要时可用小火微加热), 移入 250 mL 容量瓶, 冷却, 用水稀释到刻度, 摇匀(溶液甲)。准确吸取 10 mL 溶液甲, 置于 500 mL 锥形瓶中, 加 90 mL 水和 30 mL 盐酸, 再加入 1 g 铝箔(捏成小团后加入), 用盖氏漏斗塞口, 盖氏漏斗内放适量饱和碳酸氢钠溶液, 先用小火加热, 待有黑色海绵状物析出后再逐步升高温度, 加热至沸进行还原, 待铝箔及作用析出的海绵状锡溶解完全, 溶液呈澄清时取下冷却。将盖氏漏斗中的碳酸氢钠溶液倾入锥形瓶中, 加入 3 mL 淀粉指示液(5 g/L), 立即用碘标准滴定溶液 [$c(1/2 \text{I}_2) = 0.1 \text{ mol/L}$] 滴定。

2.2.2 返滴定法

准确吸取 2.2.1 中的溶液甲 5 mL 于 250 mL 锥形瓶中, 加约 3 mL 盐酸(1+1), 使形成的沉淀刚好溶解, 加入 10 mL 约 0.5 mol/L 的 EDTA 溶液、

蒸馏水 60 mL, 加热至微沸, 冷却, 加入 15 mL 30% 的六次甲基四胺缓冲液, 3 滴二甲酚橙指示剂 (5 g/L), 用 $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$ 标准溶液滴定至溶液从黄色到红色, 然后再加入 2 g NH_4F , 放置约 10 min, 再用 $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$ 标准溶液滴定到黄色变为稳定的红色为终点。根据返滴定时消耗的 $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$ 的体积, 计算出 Sn 的含量。

3 结果与讨论

3.1 分析结果

分别采用氧化还原法和返滴定法对不同批次的 Na_2SnO_3 产品进行了测定, 其结果见表 1

表 1 两种分析方法的比较

批 次	1	2	3	4
氧化还原法测定的 Sn 的质量分数(%)	36.90	37.74	36.99	37.82
返滴定法测定的 Sn 的质量分数(%)	36.98	37.87	37.00	37.94

从表 1 可以看出, 两种方法得到的结果基本吻合, 但氧化还原法的结果普遍偏低。

3.2 系统误差分析

3.2.1 氧化还原法的误差来源

该方法的误差来源有两个, 其一是在酸化时, 锡酸钠与盐酸反应容易产生偏锡酸沉淀, 且该沉淀难以被 HCl 溶解。

该沉淀的产生, 使 Sn 离子的数量减少, 直接导

致测定结果偏低。

其二是还原后的 Sn^{2+} 在滴定时易与空气中的 O_2 反应生成 Sn^{4+} , 从而使滴定时 I_2 量的减少导致测定结果偏低。

3.2.2 返滴定法的误差来源

该方法的误差来源也有两个, 第一个与 3.2.1 中的第一个误差来源相同, 但由于滴定时 pH 值控制在 5~6, 故难以产生偏锡酸沉淀, 几乎不会影响测定结果。

第二个系统误差来源是金属离子的干扰。众所周知, 在氟化物返滴定中, 只有和 Sn^{4+} 性质类似的 Al^{3+} 与 EDTA 的络合物能够被氟化物置换, 存在严重干扰; 其它金属离子与 EDTA 的络合物则不能被氟化物置换, 因此不存在干扰, 而 Na_2SnO_3 产品中几乎不含 Al^{3+} , 所以该方法存在较小的系统误差。

4 结 论

从上述可知, 返滴定法测定的 Na_2SnO_3 中的锡, 比行业标准中氧化还原的测定方法存在更小的系统误差, 操作上也更为简便易行, 值得广大同行借鉴。

参考文献:

[1] 化工商品检验手册》编委会. 化工商品检验手册 [M]. 北京: 化学工业出版社, 1996. 453-456.
[2] 大学化学实验改革课题组. 大学化学新实验 [M]. 杭州: 浙江大学出版社, 1990. 77-79.

小辞典

次磷酸(H_3PO_2) —— 磷的含氧酸, 其中磷为正一价, 它的盐类为 $\text{M}^{\text{I}}\text{H}_2\text{PO}_2$ 、 $\text{M}^{\text{II}}(\text{H}_2\text{PO}_2)_2$ (其中 M^{I} 、 M^{II} 代表一价、二价正离子)。
亚磷酸 —— 其中磷为正三价, 有正亚磷酸 (H_3PO_3), 焦亚磷酸 ($\text{H}_4\text{P}_2\text{O}_5$) 和偏亚磷酸 (HPO_2)。
氨 (NH_3) —— 氮的氢化物。
铵 —— 从氨衍生所得的 NH_4^+ 称铵离子, 它的盐类称铵盐, 如氯化铵 (NH_4Cl), 氨与酸作用可得到相应的铵盐。
胺 —— NH_3 中部分或全部 H 被烃基取代而成的有机化合物。
酯 —— 由醇和酸相互作用失去水后生成的有机化合物。
烯 —— 指一类有机化合物, 其中碳-碳为双键结构, 如乙烯 ($\text{H}_2\text{C}=\text{CH}_2$)。