



实 验

铜合金中铜含量的测定



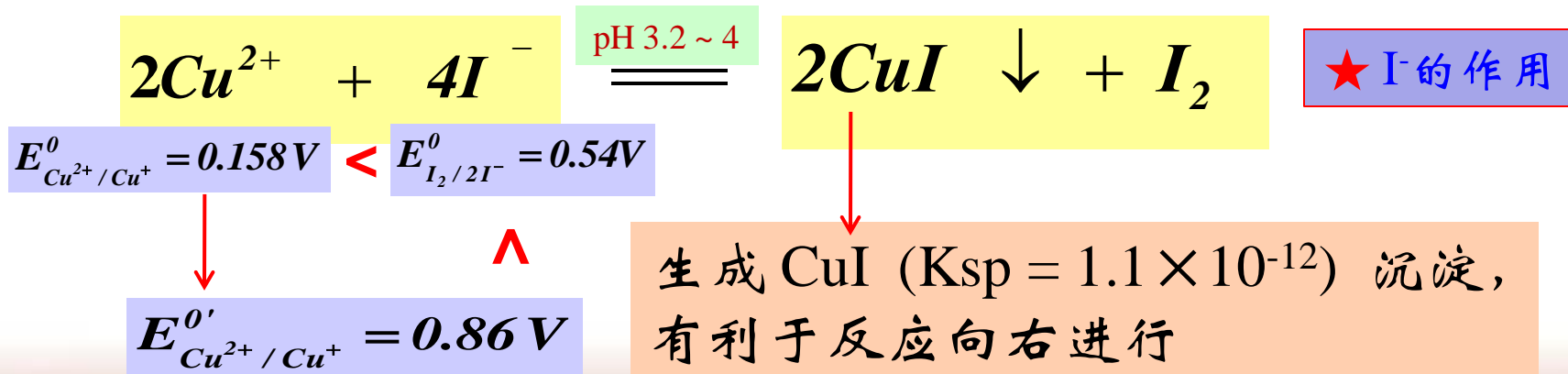
一、实验目的

1. 学会铜合金试样的溶解和碘量法测铜的原理和方法；
2. 了解反应条件（浓度、酸度、温度等）对氧化还原滴定的影响

二、实验原理

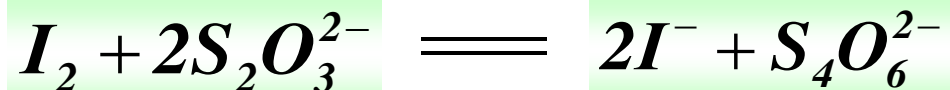
铜合金的种类很多，主要有黄铜和各种青铜等。
铜合金中铜的测定，生产上一般采用碘量法。

将试样用硝酸溶解，除去干扰，在弱酸性溶液中，有以下反应：





析出的 I_2 以淀粉为指示剂，用 $Na_2S_2O_3$ 标准溶液滴定：



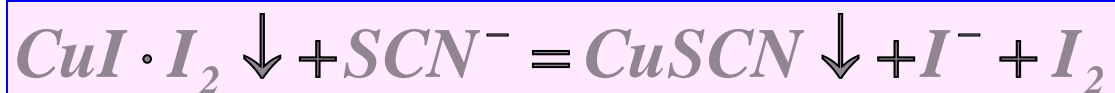
计算公式如下：

$$Cu (\%) = \frac{C_{Na_2S_2O_3} \times V_{Na_2S_2O_3} \times Ar_{Cu}}{W_{\text{样品}} \times 1000} \times 100\% \quad Ar_{Cu} = 63.55$$

Cu^{2+} 与 I^- 之间的反应是可逆的，任何引起 Cu^{2+} 浓度减少（如形成络合物等）或引起 CuI 溶解增加的因素均使反应不完全，所以要加入过量的 KI ，使 Cu^{2+} 的还原趋于完全。



由于CuI沉淀强烈地吸附I₂，使测定结果偏低，故加入SCN⁻，使CuI (K_{sp} = 1.1 × 10⁻¹²) 转化为溶解度更小的CuSCN (K_{sp} = 4.8 × 10⁻¹⁵)，释放出被吸附的I₂，并使反应更趋于完全。



但SCN⁻只能在接近终点时加入，否则有可能直接还原二价铜离子，使结果偏低。



溶液pH一般控制在3~4之间，酸度过低，由于二价离子的水解，使反应不完全，结果偏低，而且反应速度慢，终点拖长；酸度过高，则I⁻被空气中的氧氧化为I₂ (Cu²⁺催化此反应)，使结果偏高。Fe³⁺能氧化I⁻，故对测定有干扰，可用NH₄HF₂掩蔽。



三、实验步骤

★贴名字标签

★不能离开





四、注意事项

1. 用 HNO_3 溶解铜样时，有大量 NO_2 棕色气体产生，故应在通风柜中进行，并不时轻摇，铜样溶解完全后应稍冷，然后再加入1:1 H_2SO_4 赶剩余的 HNO_3 ，待大量白色 SO_3 烟雾冒出，说明 H_2SO_4 已大部分分解，放置一边冷却后再取出处理。
2. 溶液的pH控制在3~4，可先滴加1:1氨水至沉淀产生，此时pH约为5，再加入1:1 HAc 和20 % NH_4HF_2 两种缓冲溶液，使溶液pH控制在3~4范围。
3. 加入 NH_4HF_2 既可掩蔽 Fe^{3+} 的干扰，又起到控制酸度的作用。
4. 加入 KI 溶液，轻轻摇匀后要立即滴定，防止碘的挥发。滴定的开始阶段，滴定速度可以快些，但不能太剧烈地摇动。



5. 滴定要一份一份做，不能三份同时加KI溶液后才逐份滴定。
6. 实验结束，立即洗涤锥形瓶，因为HF对玻璃有腐蚀作用。
7. 每做完一份样品，要及时洗净量筒，洗掉剩余的KSCN，防止KSCN与 Cu^{2+} 反应，导致下一份实验失败。





准备实验1: 配制 KMnO_4 标准溶液 400 mL

台秤称取 $\sim 1.3\text{g}$ KMnO_4 固体于干净的 400 mL 烧杯中，加入 400 mL 水，溶解，盖上表面皿，入柜。

准备实验2:

准确称取三份 $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$ 基准物 $0.14 \sim 0.18\text{g}$ 于 250 mL 锥形瓶中，盖上纸，入柜，下周使用。

预习

KMnO_4 标准溶液浓度的标定 p51

-----直接把实验报告写好，当场处理数据后上交