电位滴定法测定银

摘要

本报告阐述用电位滴定法测定纯银、银合金及银镀液中银含量。样品硝酸消解后，用溴化钾滴定，以银电极（AgBr 涂层）为指示电极。

仪器与附件

- Titrando 系列 809 或 808 或 835 或 836 自动电位滴定仪
- Titrino plus 系列 848 或 877 型自动电位滴定仪
- 2.801.0040 磁力搅拌滴定台
- 交换单元 或加液单元
- 6.0430.100 Ag Titrode 带 AgBr 涂层(配 6.2104.020 电极电缆)

试剂

- 滴定剂：溴化钾溶液，c(KBr) = 0.1 mol/L
- 硝酸，w(HNO_3) = 65%
- 保护胶体：2%聚乙烯醇水溶液。如 Merck No.114266(溶于热蒸馏水中)

溴化钾溶液标定

消解必须在通风柜中进行！！！
称取 500mg 纯银（称量准确度 0.02mg），在玻璃烧杯中用 20ml 硝酸（65%）溶解，加热沸腾除去氮氧化物，冷却后加蒸馏水至约 250 ml，然后加入 5ml 保护胶体，用溴化钾溶液（c(KBr) = 0.1 mol/L）滴定。预加体积 40ml。

样品前处理

A)纯银和银合金
消解必须在通风柜中进行！！！
称取约含 500mg 银的样品，称量准确度 0.02mg，在玻璃烧杯中用 20ml 硝酸（65%）溶解，加热沸腾除去氮氧化物，冷却后加蒸馏水至约 250 ml。
B)银镀液
消解必须在通风柜中进行！！！
根据银含量，移取 1.0-10.0 ml 镀液到玻璃烧杯中，用蒸馏水稀释至约 50 ml。小心加入 5-10ml 硝酸，加热沸腾至体积减半，冷却补充蒸馏水至约 100 ml。

分析方法

在经过前处理的样品溶液中加入 5 ml 保护胶体。用溴化钾溶液（c(KBr) = 0.1 mol/L）滴定，预加体积为 40ml（银镀液样品无须预加）

电