

化能力，就需多加试剂量或提高其溶解度。

将 $K_2Cr_2O_7$ 浓度增加到 30—50%，虽可提高氧化能力，但是，当水溶液冷至室温时重铬酸钾又复析出，若再使用必得加热，增加了操作的麻烦。但这种作法可免去由于多加试剂量而冲稀酸度之弊。

我们建议采用：以饱和重铬酸钾溶液氧化剂，加入硫酸量 40 毫升，氧化剂量 10 毫升（在 $25^{\circ}C$ — $30^{\circ}C$ 之间的饱和溶液），加热时间 10 分钟的操作流程。它完全可以代替 CrO_3 的 50% 溶液。对于有机碳含量高的样品，则建议将 $K_2Cr_2O_7$ 的浓度提高至 30%。

在湿燃法测定有机碳中试用工业级 $K_2Cr_2O_7$ 及工业级 CrO_3 代替试剂级 CrO_3 的实验

中心实验室岩化组

我们试验用工业级 $K_2Cr_2O_7$ 及工业级 CrO_3 代替试剂级 CrO_3 的动机有二：一、 CrO_3 是危险品，偏远地区，不易购置，试剂级的更成问题，必须因地制宜，从实际出发。二、试剂级 CrO_3 价格昂贵，三级品每公斤要 33 元，工业级 CrO_3 每公斤 7.25 元，工业级 $K_2Cr_2O_7$ 每公斤 3.75 元，应当贯彻勤俭办企业的精神。于是，我们在任镇章同志指导下作了下列的试验：

一、用工业级 $K_2Cr_2O_7$ 的试验

用工业级 $K_2Cr_2O_7$ 的试验在今夏开始，经过摸索，其结果与二队实验室的结论一致，即多加 $K_2Cr_2O_7$ 水溶液使酸度低于湿燃法硫酸浓度的下限 50%（20 毫升 1:8 H_2SO_4 处理碳酸盐，再加 20 毫升 $K_2Cr_2O_7$ 水溶液，30 毫升浓硫酸），使结果偏低，鉴于 $K_2Cr_2O_7$ 氧化能力不如 CrO_3 ，工业级的更差些，同时溶解度又低，无法多加，因此加入硫酸铜作催化剂（其作用原理与凯氏法测氮消煮分解有机物相同），并将 $K_2Cr_2O_7$ 、 $CuSO_4$ 、 H_2SO_4 配成混合液。试验结果，当混合液用 35 毫升时，高含量者偏低，用 50 毫升时，结果良好，无系统偏差。以下为空白、管样、及一些生产样平行试验的方法及数据。

试剂：

试剂级 CrO_3 溶液：50 克 C.P. 或 A.R. 级

CrO_3 溶于 100 毫升水中。

工业级 $K_2Cr_2O_7$ —— $K_2Cr_2O_7 + CuSO_4 + H_2SO_4$ 混合液：100 克工业级 $K_2Cr_2O_7$ 与 5 克 $CuSO_4 \cdot 5H_2O$ 加热（到将近 $80^{\circ}C$ ）溶于 100 毫升水中，小心徐徐加入 1000 毫升浓 H_2SO_4 搅匀。

分析步骤：

分析步骤按今年实验工作会议中所规定的进行。用试剂级 CrO_3 时，先加 10 毫升 CrO_3 溶液，再加入 30 毫升浓 H_2SO_4 ；用工业级 $K_2Cr_2O_7$ 时，一次加入混合液 35 毫升或 50 毫升。处理碳酸盐时都用 1:8 H_2SO_4 20 毫升。

分析结果：

1. 空白：仅例出了 50 毫升工业级 $K_2Cr_2O_7$ 混合液的试验，由一个人同时掌握六台仪器作平行试验，六台仪器的空白值为 0.3—0.6 毫克，平均值是 0.45 毫克，同一台仪器的最大最小间偏差数都在 0.4—0.5 毫克之间。

仪器号数	空白（毫克数）				取值
	第一次	第二次	第三次	第四次	
1	0.4	0.5	0.1	0.3	0.4
2	0.3	0.3	0	0.4	0.3
3	0.9	0.6	0.6	0.5	0.6
4	0.6	0.2	0.4	—	0.4
5	0.6	0.1	0.1	—	0.4
6	0.7	0.9	0.4	1.0(漏气)	0.6

2. 管样: 管样原结果为1.27%, 但现已略有变质, 用试剂级CrO₃例出的结果为1.23%及1.21%, 平均1.22%。

用35毫升工业级K₂Cr₂O₇混合液测得结果为:

1.20 1.24 1.22 1.18 1.20 1.12
1.18 1.16 1.18 1.14 1.19
平均1.18 绝对偏差-0.04%。

用50毫升工业级K₂Cr₂O₇混合液测得结果为:

1.23 1.25 1.26 1.25 1.20 1.25
1.28 1.25 1.21 1.24 1.20 1.27
1.25 1.25 1.20 1.20 1.20
平均1.235 绝对偏差+0.005%。

3. 高含量样品:

样号	仪器号	测得结果 (%)			用50毫升混合液时之偏差 (以用试剂级铬酸结果作标准)	
		用35毫升混合液	用50毫升混合液	用试剂级CrO ₃	绝对偏差	相对偏差
莫12井3号	1	11.04	11.42	11.45	-0.03	
8	2	4.28	4.52	4.48	+0.04	
17	3	11.84	12.75	12.21	+0.54	+4.4%
19	4		6.21	6.22	-0.01	
30	5	4.55	4.95	4.96	-0.01	
34	6		4.22	4.41	-0.19	-4.3%

4. 生产样: 在空白、管样、高含量样试验成功之后, 我们即用生产样作并行试验, 结果良好, 无系统偏差。(数据从略)

当用50% CrO₃ (50克工业用CrO₃溶于100毫升水中) 10毫升时, 高含量样品的结果略低, 用70%的10毫升时 (70克工业级CrO₃溶于100毫升水中) 结果很好。分析步骤不变, 以下为空白试验的数据。

二、用工业级CrO₃的试验

工业级CrO₃氧化能力较试剂级略差, 应

仪器号数	空白值 (毫克数)						
	8月17日	8月20日	8月21日	8月27日	8月30日	8月31日	9月4日
1	0.6	0.4	0.4	0.6	0.6	0.6	0.5
2	0.6	0.8	0.7	0.2	0.3	0.3	0.4
3	0.2	0.6	0.8	0.3	0	0	0.7
4	1.0	0.8	0.8	0	0.2	0.2	0.5

然后我们即用生产样成批地作了平行比较, 经近400个样品的试验证明回收良好, 没有系统偏差(数据从略)。

代替试剂级CrO₃。前者成本更低, 但是配制手续麻烦, 因此在我们的生产中业已采用工业级CrO₃。对位于供应较困难的地区的实验室, 可以采用工业级K₂Cr₂O₇。

三、结 语

工业级K₂Cr₂O₇及工业级CrO₃完全可以