

岩石、矿物和已知含 Cu 量的标准矿样的 Cu, 我们根据所得的数据可以看到(表 3) α -联糠脲 Cu 的测定方法和其他分析方法所得到的结果是一致的。

表三

样号 №	样品特性	得到 Cu%		
		二硫脲方 法 (5)	极谱法 (6)	α -联糠脲 光度法
17/18		0.0075	0.0072	0.0078
21/52		0.0105	0.0108	0.0108
111 ^a /52		0.0038	0.0035	0.0041
324 ^b		—	0.016	0.0018
316 ^c		—	0.031	0.0035
705-4		—	0.0050	0.0054
178 ^B		—	0.022	0.028
1103/54		0.0099	0.0090	0.0100
184	标准混合矿样液 (Cu 0.94%)	—	0.92	0.93

結 論

这个新的测定 Cu 的光度法主要是根据 Cu

和 α -联糠脲络合物在氯仿萃取液中的光密度而测定的。

使 Cu 全部被氯仿萃取成有色络合物后再用稀 H_2SO_4 反萃取出来而与 Co、Ni 分离。

方法曾用于测定硅酸盐岩石, 矿石和其他矿物中的 Cu。

文 献

1. Butto. P. G., Gohler. A. R. Mellon. M. G. Metal Finishing 49 50 (1951)
2. Gahler. A. R., Mitchell. A. M. Mellon. M. G., Analgt. Chem 23 500 (1951)
3. Моррисон. А. Ж., Фрейзер Г. Экстракция в аналитической химии Изд-во инстр лит. м., 1960.
4. Пемкова. В. М, Боскова В. М. Научные докл, высшей школы. Химия и химтехнол №1. 62(1958)
5. Jaulor C. G., Analyst 81 369 (1956)
6. Лодочникова Н. В., инф, сб. Всес. н-и. геол. им-та вып 3. 1956. стр 116—127.

[李鸿生译自 Ж. А. Х. 18 1322~1325(1963)]

有机抽提物中硫的簡易快速微量測定三角瓶接触燃烧法

中心实验室 瀝青組

原 理

样品在充满氧气的三角瓶中, 以白金絲为接触剂进行燃烧分解, 用含有 H_2O_2 的水溶液为吸收液, 燃烧时, 有机硫转变为硫的氧化物(SO_2 或 SO_3), 溶于水中生成 H_2SO_4 和 H_2SO_3 , H_2SO_3 经 H_2O_2 氧化亦成 H_2SO_4 。煮沸除去 CO_2 , 以甲基红-次甲基蓝作为指示剂, 用 NaOH 滴定。

仪器及试剂

1. 300~500 毫升容积的硬质三角瓶, 三角瓶上配有一空心磨口塞子, 瓶塞下端焊接一根粗白金絲, 一般以直径在 0.5~0.8 厘米左右者为宜, 过分细的白金絲在燃烧时极易熔断,

故不宜采用。白金絲长短依三角瓶大小而异, 一般伸到瓶的中央地位即可, 白金絲的下端弯成“J”形。

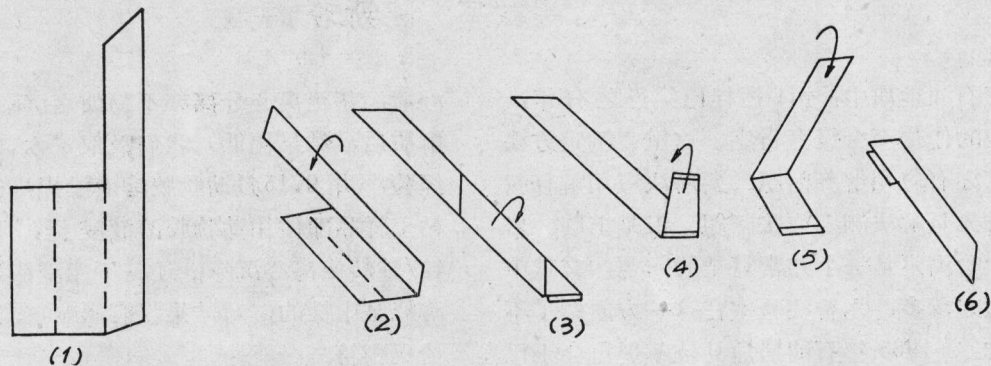
2. 甲基红-次甲基蓝混合指示剂, 一份 0.2% 甲基红乙醇溶液和一份 0.1% 次甲基蓝乙醇溶液混合, 该指示剂过渡区为 $pH \approx 5.2$ 时红紫色, $pH \approx 5.4$ 时暗蓝色, $pH \approx 5.6$ 时为暗绿色。

3. 0.01N 氢氧化钠滴定液, 用已知准确浓度的盐酸或硫酸溶液标定(用甲基红-次甲基蓝作指示剂) NaOH 浓度, 或用对氨基苯磺酸 ($C_6H_4(NH_2)(SO_3H)$) 作基准物, 其硫含量为 18.52%。按以下操作步骤来标定 NaOH 的滴定量, 附之做一空白。

4. 3% H_2O_2 水溶液。

操作步骤

称取 3~25 毫克样品于定量无灰滤纸的中央，无灰滤纸剪成如图所示形状。



样品准备妥当后，滤纸、白金絲随同磨口瓶塞在一起，暂时搁置一旁，吸收瓶中用滴定管准确加入 5~10 毫升 3% H_2O_2 水溶液，将连通氧气钢瓶的橡皮管伸入瓶中，压力为 0.2 公斤，通氧 2 分钟，使三角瓶中原有空气全部由氧气代替，在通氧气的最后阶段，同时取火点燃滤纸的尾部。拉出通氧气的橡皮管，插入瓶盖，紧盖磨口瓶盖，小心侧倒瓶子，手紧握瓶塞，手反背于身后，已被点燃的滤纸，此时遇到极为丰富的氧气，立即充分地燃烧起来，转瞬之间，温度上升，白金絲形成白灼状态，此时温度估计在 $1200^{\circ}C$ 左右。样品随同滤纸在氧气中获得完全的分解。在燃烧初期，瓶中压力会骤然增加，此时应握紧瓶盖，不使冲出。其后，燃烧猛烈进行，同时分解产物被吸收液所吸收，瓶中开始形成减压，瓶塞即立即被吸住。整个燃烧过程不出数秒钟即行告终。燃烧中滤纸样品应一起被彻底破坏，如果在吸收液中尚能见到滤纸碎片残存，则表示样品有的未能完全分解。

燃烧完毕后，剧烈振摇反应瓶，使瓶中烟雾消失，即分解产物全部吸收在吸收液中，最后三角瓶瓶塞四周滴入少量蒸馏水，由于内部压力较小，蒸馏水逐渐被吸收，稍待一二分钟，瓶塞可容易拔出，用少量蒸馏水冲洗瓶塞磨口及金絲部分和瓶壁加热煮沸数分钟，赶走 CO_2

一般约 2 厘米见方，尾宽 0.5 厘米，长约 2 厘米，图中虚线表示包折的地位，其折叠方向和方法如图。包折妥善后，将其折合部分紧夹于白金絲钩形处。

后，加入五滴指示剂，用已知浓度的 NaOH 溶液滴定，做样品同时做一空白试验。

$$S\% = \frac{N \times V \times 0.01603 \times 100}{H}$$

式中 N ——氢氧化钠的克当量浓度
 V ——消耗的氢氧化钠毫升数
 H ——样品重(克)

注意事项

1. 在点燃滤纸之后要立即塞进瓶中，如果动作太慢，部分样品在瓶外已经燃烧而导致结果偏低。
2. 滤纸点火部分，略长并尖一些，否则很快烧到样品。使结果偏低。
3. 三角瓶在使用前需小心观察，若有裂口，不能使用。在燃烧过程中，不宜脸朝瓶，必须用手紧握瓶，反于身后，以免瓶爆炸而受伤。
4. 用甲基红-次甲基蓝指示剂时，不能用苯二甲酸氢钾标定 NaOH，因无终点出现。
5. 抽提物中含有卤素，则不能用直接的碘液滴定法测定，在燃烧分解后，加入 90 毫升异丙醇，在 4 滴 0.2% Torin 溶液和 4 滴 0.0125% 亚甲基蓝溶液存在下，用 $Ba(ClO_4)_2$ 溶液滴定至黄橙色为止。
6. 若无白金絲可用镍铬絲代替，结果完全一致。