

# 在氧瓶測硫法中用鎳鉻絲代替鉑絲的試驗

中心實驗室 瀝青組

氧瓶燃燒測硫法，是目前在有机元素分析中使用較廣而又簡便快速的方法。但是這個方法一般都是採用鉑絲繞成圓圈或用鉑絲網做成籃子來懸掛樣品的。亦有尋找一種易得而又價廉的金屬絲，代替鉑絲具有實際意義。在有机物中，氮的測定方面曾有人使用鎳鉻絲代替鉑絲得到成功。為了推廣氧氣瓶法測硫，我們進行了用鎳鉻絲代替鉑絲的試驗。

## 實驗部分

### 1. 儀器：

(1) 氧氣瓶：用500ml紙磨口塞的硬質錐形瓶，下端焊接一根鎳鉻絲，如圖3和圖4。

(2) 微量自動滴定管：10ml，刻度0.05 ml

### 2. 試劑：

(1) 對氨基苯磺酸：分析純。

(2) 苯硫醚，分析純。

(3) 6% 过氧化氢溶液。

(4) 3% 过氧化氢溶液。

(5) 0.01N 氢氧化钠溶液。

(6) 甲基紅和次甲基藍混合指示劑：將一份0.2% 甲基紅的乙醇溶液和一份0.1% 次甲基藍的乙醇溶液相混合。其pH=5.2 時為紫色，pH=5.4 時暗藍色，pH=5.6 時為綠色。

(7) 苯甲酸或蔗糖，分析純。

(8) 氧氣：壓縮在鋼筒中的氧氣。

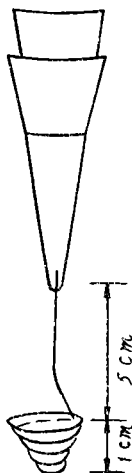


圖3 焊接形式

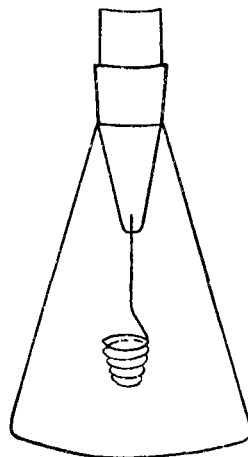


圖4 氧氣瓶內的配置

### 3. 鎳鉻絲的裝置及處理：

首先將直徑為1mm 的鎳鉻絲繞成圖1 的形狀，按照圖3 上所標尺寸的要求焊接在下端為圓錐形的玻璃磨口塞子上。其在氧氣瓶內的配置如示意圖4。然後將鎳鉻絲用6% 过氧化氢溶液淬火3~4 次，再用濾紙包好苯甲酸(或蔗糖)，按圖2 的形式放置好，在氧氣瓶中燃燒7~8 次。

### 4. 樣品的分析：

在氧氣瓶內，加入5~10 ml 3% 过氧化氢溶液，作為吸收液。稱取3~25 mg 的樣品平鋪在如圖5 的無灰濾紙中(若是固體結晶樣品必須研成粉末狀)。按A, B, C 次序折疊之後，再按1, 2, 3, 4 次序折疊之，包好樣品放入Ni-Cr 絲圈籃里。將氧氣導管伸入到接近吸收液的液面，在約0.2 kg/cm<sup>2</sup> 壓力下通入氧氣約2 分鐘。點燃濾紙的尾部，立即將瓶子塞好，按緊。



圖1 Ni-Cr 絲圈籃



圖2 樣品的放置

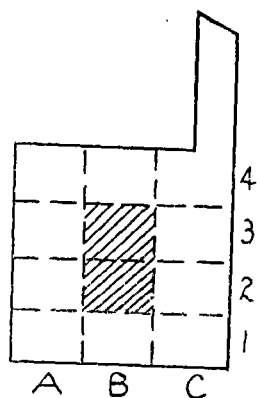


图 5

待样品燃烧完毕后，搖盪氧气瓶，直到其中的烟雾完全消失为止。然后小心旋开磨口塞放入空气。（因瓶内局部真空），同时用蒸馏水洗涤塞子及 Ni-Cr 絲圈籃。将溶液加热，煮沸约 15 分钟，放置冷却，加入 5 滴混合指示剂，用 0.01N 氢氧化钠溶液滴定，直至溶液从红紫色变至绿色时为止。

按照同样的方法进行空白分析。

### 结果及讨论

经过初步的试验，得到以下几点：

(1) Ni-Cr 絲经过处理之后，由白色转变为灰绿色。在多次(14次以上)的样品分析中，虽然再次燃烧皆达到红热的程度，但仍然保持完好，没有发生任何损坏，以及氧化物脱落的现象，说明还是耐用的。

(2) 焊接的地方不宜包着过多。如果如图

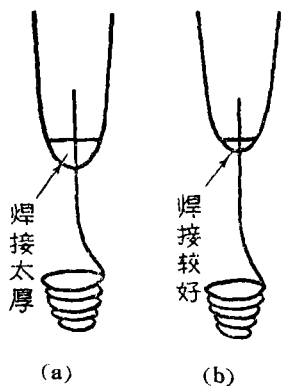


图 6

a, 则易引起散热不良，导致玻璃破裂，影响分析结果；若焊接或图 b 形状较好。另外 Ni-Cr 絲圈籃部分的圈数不宜过多。否则在样品燃烧初期，吸热过多，对分析结果有一定影响。一般是绕 5 圈即可。

(3) 由于滤纸和样品的燃烧有先后快慢的差别，（难燃的物质更如此），显然，使滤纸和样品两者同时燃烧是保证分析成功的重要环节。为了尽量作到两者几乎是同时燃烧，在操作上除了将样品在滤纸上包或有利于燃烧的形式之外，还要使滤纸在碳化之后，仍然包住最后待燃烧的样品，保留在红热的 Ni-Cr 絲圈籃之内，直至全部燃烧完毕。

(4) 表 I 是以对氨基苯磺酸为基准物质，使用铂絲和 Ni-Cr 絲进行分析的结果对比。

(5) 根据上述结果，在用氧气瓶法做有机物硫含量的测定中，可以采用 Ni-Cr 絲代替铂絲。当然，铂絲具有更耐用、可以起催化作用等优点，但价格昂贵，不易购买是其缺点；而 Ni-Cr 絲价廉，容易购买是其优点，这样就使得它带有实用和普及的意义。

表 1 使用 Ni-Cr 絲的效果比較表

	对氨基苯磺酸 S%	误差 %
计算值	18.52	
白金絲	18.46	-0.06
	18.26	-0.26
	18.56	+0.04
经过处理的 镍铬絲	18.31	-0.21
	18.65	+0.13
	18.54	+0.02

### 参考文献:

余仲建，谢奥忠，化学通报，1964(57,43)