

脲。亚硫酸钠掩蔽大量银和铜；氟化铵掩蔽一定量的铝、铁、钛、锆等元素。在 pH 6 下生成的 Ni(II)-5-Br-PADAP 络合物相当稳定，不被 EDTA、EGTA、CyDTA 络合剂分解，而其它近 20 余种金属离子的 5-Br-PADAP 络合物均能被上述络合剂分解，经实验以 CyDTA 效果最好，显色液吸光度 20 小时内不变，镍量在 0—15 微克/25 毫升范围内符合比尔定律，摩尔吸光系数为 1.21×10^5 。其它元素共存允许量(毫克)为：Ag⁺、Cu²⁺、Ca²⁺、Mg²⁺(10)，Al³⁺(5)，Zr⁴⁺(1)，Sn⁴⁺、Zn²⁺(0.5)，Fe³⁺、Mn²⁺、Nb(V)、Ti⁴⁺(0.1)，Ta(V)(0.05)，等量的钴和钒对测定干扰严重，不允许存在。

主要试剂 乙酞盐缓冲液(pH6)：200 克乙酸钠溶于水，加入 9 毫升冰乙酸，以水定容至 1 升； 1×10^{-3} mol/L 5-Br-PADAP 乙醇溶液，其余均用分析纯试剂按常法配制。

分析步骤

纯银及其合金 称取 0.2000 克试样(随同试样做试剂空白)于 100 毫升两用瓶中，加入 10 毫升硝酸(1+3)，加热至分解完全，取下冷却，以水定容，摇匀。分取 1—5 毫升试液于 25 毫升容量瓶中，加入 1 毫升 10% 氟化铵溶液、5 毫升 10% 硫脲溶液、10 滴 10% 亚硫酸钠溶液、5 毫升丙酮、2 毫升 1×10^{-3} mol/L 5-Br-PADAP 乙醇溶液、2.5 毫升乙酞盐缓冲液、2 毫升 0.1 mol/L CyDTA 溶液，以水定容，摇匀。20 分钟后用 721 型分光光度计，1 厘米吸收池，于波长 560 nm 处，以试剂空白为参比测量吸光度。用工作曲线法计算镍量。

纯铜及其合金 称取 0.2000 克试样于 100 毫升两用瓶中，加入 10 毫升盐酸(1+2)、2 毫升过氧化氢，加热至分解完全并煮沸分解过剩之过氧化氢，取下冷却，以水定容，

摇匀。分取 1—5 毫升试液于 25 毫升容量瓶中，以下步骤同银合金。

收稿日期：1986 年 6 月 6 日

工业锡酸钠中 游离碱的测定

鄢国强

(上海材料研究所)

工业锡酸钠中的游离碱(氢氧化钠)，一般含量在 $2 \pm 1\%$ ，多采用酚酞作指示剂，用硝酸标准溶液作滴定剂酸碱滴定法测定。然而，由于 Na₂SnO₃ 及空气中二氧化碳的影响，致使结果误差较大。为此，本文拟定了用氯化钡沉淀锡酸根，以百里酚酞作指示剂用盐酸标准溶液作滴定剂，酸碱滴定游离碱的方法。方法也适用于含锡电镀液中游离碱的测定。

主要试剂 氯化钡溶液(10%)，百里酚酞指示剂(1%的乙醇溶液)，盐酸标准溶液(0.1000 mol/L)。

分析步骤 称取 1.0000—5.0000 克试样，用水溶解并定容至 100 毫升。分取适量试液于 250 毫升锥形瓶中，加水至约 75 毫升，加入 20 毫升氯化钡溶液，充分摇匀，静置约 15 分钟，滴加 1—2 滴百里酚酞指示剂，用 0.1000 mol/L 盐酸标准溶液滴定至蓝色开始褪去，再加 1 滴指示剂，继续滴定至无色为终点。按下式计算试样中游离碱的含量。

$$\text{游离 NaOH}(\%) = \frac{MV \frac{40}{1000}}{G} \times 100$$

式中 M—盐酸标准溶液的浓度(mol/L)；
V—滴定时消耗的盐酸标准溶液的体积(毫升)；

G—称样量(g)。

几点说明

1. 锡酸钠为强碱弱酸盐,若直接滴定,则锡酸钠也消耗盐酸溶液,致使结果偏高,故采用氯化钡沉淀 SnO_3^{3-} (BaSnO_3 沉淀呈白色),同时二氧化碳的影响也得到消除。

2. 滴定剂不宜用硝酸标准溶液,因为 BaSnO_3 沉淀溶于硝酸介质中。

收稿日期1986年6月6日

铁基料中全铁量的测定

王振东

(山东掖县材料试验厂)

往硝酸溶液加入稍过量硫氰酸盐与铁生成稳定的红色络合物,以次甲基蓝作指示剂,用EDTA络合滴定,其终点为草绿色。方法操作简便,终点清晰。在pH 1—3 滴定铁时, Ca^{2+} 、 Mg^{2+} 、 Mn^{2+} 、 Co^{2+} 、 Zn^{2+} 、 Cd^{2+} 、 Cr^{3+} 、 Al^{3+} 及少量 Cu^{2+} 、 Ni^{2+} 均不干扰测定。

主要试剂 10%硫氰酸铵溶液、EDTA (0.02mol/L)-次甲基蓝混合标准溶液:称取7.4450克乙二醇四乙酸二钠,以少许水加热溶解,冷却至室温,加入7毫升0.25%次甲基蓝溶液,于1升容量瓶中定容,摇匀。

分析步骤 称取50毫克试样,置于200毫升烧杯中,加入10毫升硝酸(2+5)、4滴硫酸(1+1),低温溶解,驱除氮氧化物。取下,沿杯壁加入80毫升水、1毫升10%硫氰酸铵溶液,立即用EDTA-次甲基蓝混合标准溶液滴至呈透明草绿色不变即为终点。分析结果列于表1。

表1 分析结果对照(%)

试 样	原结果	本法结果
工业纯铁标样(BH1504-1)	99.34	99.46
炭素钢标样(45*)	98.07	97.79
粉末冶金铸件	98.85	98.60

收稿日期:1986年4月5日

新书架

食品分析的气相色谱法 轻工业版,[英]G.J.迪克斯等著,无锡轻工业学院译,290千字,估价4.35元,预计1987年4月出版。

本书介绍用气相色谱法分析各类食品的组分,添加剂和食品中的污染物。适用于食品分析,研究工作者及大专院校有关专业人员参考。