

烟,用0.5g硝酸铵氧化,除氮的氧化物,自然冷却至60℃左右,加入90ml硫磷混合酸,水60ml,冷却至室温,加5.0ml指示剂,1分钟后,滴加1%亚硝酸钠10~12滴,摇匀,加2g尿素、摇溶,20分钟后可使用,用时摇匀。

## 二、分析方法

称取0.2000g试样于250ml锥形瓶中,加5ml高氯酸,加热溶解(遇难溶样可滴加氢氟酸助溶),冒烟至出现橙黄色后10~30秒,离火,稍冷,加入70ml硫磷混合酸,充分摇动(室温低时需加热助溶),加0.5ml甲醛溶液,摇匀,冷却至室温,滴加2滴指示剂或2~3ml绿色悬浊液,用0.06mol/L硫酸亚铁铵溶液滴定,近终点时,慢滴至终点。按滴定度或标定的理论值计算其结果。

用本法对含钒45.45%的标准样品进行7次测定,平均值为45.48%,相对标准偏差为0.15%。

## 异烟酸—巴比妥酸光度法测定微量氰化物的改进

孙瑞林 罗 军

(湖北省环境保护研究所,武汉)

异烟酸—巴比妥酸光度法(原法)是环境样品中微量 $CN^-$ 的高灵敏度测定方法之一。本文就显色剂中巴比妥酸浓度及显色剂pH值作了改进,将原法灵敏度提高了16.7%。

### 一、试剂

甲基红:0.1%乙醇溶液;氯胺T溶液:1%;缓冲液:磷酸二氢钾和磷酸氢二钠溶液(pH5.25);显色剂:称2.0g异烟酸和0.8g巴比妥酸溶于85ml 10.6%NaOH溶液中,用2%磷酸或氢氧化钠溶液调节至pH5.50,加水至100ml; $CN^-$ 标准液:称取0.25gKCN,用0.1%氢氧化钠溶液溶解并稀释至100ml,用常规方法标定,用前用0.1%NaOH溶液逐级稀释成含 $1.00\mu g CN^-/ml$ 的工作液。

### 二、分析步骤

移取适量 $CN^-$ 工作液或试液于25ml比色管中,加0.1%NaOH溶液至10ml,加1滴甲基红溶液,滴加1%磷酸至橙色,再加入5ml缓冲液和0.2ml氯胺T溶液,混匀。3分钟后加入5ml显色剂,加水至刻度,混匀,于25℃放置15分钟,用2cm比色皿,以水作参比,于波长600nm处测量吸光度。

改进之点是原法中巴比妥酸浓度1.0%改为0.8%,将原显色剂pH12左右改为5.50,较显著地提高了灵敏度。

用本法测定化工废水、湖泊底泥、鱼肉等环保样品中的 $CN^-$ ,获得了令人满意的结果。

## 用钽网电极替代铂网电极,在控制电位电解分析铜中的应用

刘见华 鄢国强

(江西吉安钢厂) (上海材料研究所)

本文提出了用经过氢氟酸—硫酸处理后的廉价钽网电极替代稀贵的铂网电极,采用从始析电位就开始分极调负电位,达到分级控制一定电流的分析方法。电解所得的沉积铜,光亮

致密。用高纯铜等一些标准物质进行考核,结果令人满意。

1. 钽网电极的处理:将钽网电极放入氢氟酸(1+2)中浸泡20秒后,立即浸入硫酸(1+9)中洗涤,然后置于硫酸(1+1)中处理2分钟,取出,在105℃恒温干燥箱内烘干3分钟,干燥器内冷却,最后称重。

2. 操作步骤:称试样1~2g,用10~20ml硝酸(1+1)加热溶解(必要时,可加过氧化氢(3%)数滴并煮沸破坏氮氧化物及过氧化氢),以水稀释到150ml左右,在DJS-52型控制电位电解分析仪上进行电解。先将电流调节钮旋至低位,在电解辅助档中将电位选择盘从10到1,从高至低的电位顺序旋动。当电流mA表指针开始跳动后,即可分级调负电位和分级调电流,使电流在25mA、100mA、0.4A左右各分别电解半小时,然后将电位调至-175×2mV处,电流调节0.8A,改电解档电解至溶液的蓝色退尽,按通常的方法完成测定。

### 3-(2-吡啶基)-5,6-双(4-苯磺酸)-1,2,4-三嗪 (Ferrozint, 简称亚铁嗪)与钴反应的分光光度研究

金 伟

(上海钢铁研究所测试中心)

本文系统地就钴与亚铁嗪的反应条件进行了试验,结果表明,在pH2~8范围内,2分钟内能形成红色络合物,可稳定24小时,其最大吸收位于470~530nm处,表观摩尔吸光系数 $\epsilon_{510} = 4.2 \times 10^3$ 。在该条件下,可允许存在10mgMn(II)、Al(III)、Mo(VI)、5mgTi(IV)、Nb(V)、Ta(V)、Sn(IV)(此4个元素需用5ml10%酒石酸掩蔽)、Zr(IV)、W(VI)、Zn(II)、Pb(II)、2mgCr(III)、V(IV)、Ni(II)(Ni需用5ml0.1mol/L EDTA-Zn络合掩蔽)、0.2mgCu(II)、0.08mgFe(III)。能成功地用于稀土钴(钐钴)合金工艺后所排放的废液中测定钴。

分析步骤:取5ml稀土钴废液置于100ml容量瓶中,以水稀释至刻度,摇匀。分取5~10ml此溶液于50ml容量瓶中,加10ml乙酸-乙酸钠溶液(pH5.0),6ml显色剂[0.5%乙醇(1+1)溶液],以水稀释至刻度,摇匀。放置5分钟后,用2cm比色皿,以试剂空白作参比,在波长510nm处测量吸光度。

### 亚硝基R盐光度法测定钢中钴的改进

李德纯 孙淑娟

(首钢特钢公司检验科,北京)

本文利用适量的酸碱中和所放出的热量,在pH5.5~7.5时,钴瞬间即与亚硝基R盐组成有色络合物,较好地解决了传统显色加热的问题,能确保质量,又缩短了分析时间。

操作步骤:称试样0.0200g(钴量大于2%,称0.0100g),置于50ml两用瓶中(钴量大于2%,置于100ml两用瓶中),准确加入4ml硫硝混酸(18ml硫酸,6ml硝酸,36ml水),