

1:1的4-甲基异丁基酮和异戊醇溶液配制。

分析手续:称取12.5g试样在650℃高温炉中灼烧1.5h,然后用王水(1+1)加热溶解,最后控制10%王水酸度,溶液连同沉淀经活性炭动态抽滤吸附,用5%王水洗涤沉淀后,再用5%盐酸和热水洗涤活性炭。将活性炭移入10mL瓷坩锅中,在650℃高温炉中灰化。冷却后转入干燥的10ml比色管中,加0.5mL40%盐酸和3滴过氧化氢,水浴上加热20min,冷后稀至刻度,摇匀。离心分离沉淀,定量吸取清液8mL于25mL比色管中,加混合缓冲掩蔽剂2mL,摇匀,在30℃—50℃水浴中加热5min后,加1滴100 μ g/mL氢醌溶液,同时准确加入0.8mLTMK溶液,电动振荡2min,避光放置20min后和标准系列进行目视比色,用工作曲线法计算样品中金的含量。

用本法测定大量矿样中的微量金,颜色从未出现异常,分析误差均达到要求。选取几个标样和试样,分析结果对照列于表1。

收稿日期:1988年4月30日

纯金银样品的光谱测定

徐宇兰 王在中

(南京化学试剂厂)(江苏省化工研究所,南京210024)

对于金、银样品成色的分析,通常采用重量法^(1,2)和银量法^(1,3),前者测定准确度高,但操作冗繁,后者虽然操作简便,准确,但只能测定99.90%含量以下的银,对于银纯度高的样品不适用。我们通过试验,拟定了测定金、银含量的光谱分析方法,本法以已知成色的金、银作标准,在同样条件下与样品同时处理,求出杂质总量后,以差减法或倒扣法算出金、银的成色。

仪器和试剂:盐酸(1+3),分析纯;交流电弧发生器,电流9A,曝光40秒,31WII型光栅光谱仪,三透镜成像系统,中间光栏5mm,狭缝7 μ m;下电极 Φ 3 \times 6mm,壁厚1.5mm,上电极为锥形;国产I型感光板;A+B显影液,18~20℃,显影4min;F-5定影液,定影后冲洗。

分析步骤:取金或银100mg,以盐酸(1+3)浸泡10—30min,用去离子水或蒸馏水冲洗,装入电极,摄谱,在映谱仪下观测各元素的谱线,将样品光谱与金、

银标准光谱进行比较,以差减法确定样品中金、银的含量或根据出现的杂质谱线,除去空白,以100%倒扣杂质总量,求出金银的含量⁽⁴⁾。

实验部分:采用金、银标准,分别对不同纯度的样品进行了测定,并且用银量法和重量法进行了对照分析,结果见表1。

表1 样品对照分析结果

样品 编号	银样品的分析		样品 编号	金样品的分析	
	银量法(%)	光谱法(%)		重量法(%)	光谱法(%)
1 [#]	99.50	99.45	8364	99.68	99.70
2 [#]	99.87	99.81	8365	99.97	99.99
3 [#]	99.79	99.85	84725	99.93	99.90
4 [#]	99.92	99.87	871019-2	99.92	99.87
5 [#]	99.70	99.64	87108-1	99.98	99.99

参考文献

- (1) 陈寿春,《重要无机化学反应》,上海科学技术出版社, P648 1984年
- (2) 化学工业部科技局标准处编,《化学试剂部标准汇编》,中国标准出版社, P250, 1984年
- (3) 化学工业部科技局标准处编《化学试剂国家标准汇编》,中国标准出版社, P372, 1983年
- (4) 发射光谱分析编写组,《发射光谱分析》冶金工业出版社, P236~245, 1977年

收稿日期:1988年4月25日

络合滴定法测定银镉

电接点材料中镉

鄂国强 朱福珍

(机械电子工业部上海材料研究所,上海200433)

银镉合金是一类性能良好的中型容量的电气接点材

料,其中含镉5—15%。以往采用直接络合滴定法测定镉,但由于终点突跃不够敏锐,引起测定误差。本文在大量实验的基础上,拟定了用硫脲掩蔽大量银离子,锌盐返滴定法测定银镉合金中镉的简便、快速、准确的分析方法,用于实际试样分析,结果满意。

一、主要试剂

EDTA标准溶液: 0.02000mol/L, 用基准级试剂配制;

硝酸锌标准溶液: 0.02000mol/L, 称取0.8138g基准氧化锌,溶于少量硝酸中,加水至200mL,用氨水(1+1)调至约pH5.5,以水定容至500mL。

二、分析步骤

称取0.2000g试样于300mL烧杯中,加入3mL硝酸(1+1),加热至分解完全,取下冷却,用水吹洗杯壁及表面皿,加水至约50mL。加入5mL10%抗坏血酸溶液,20mL10%硫脲溶液,20mLEDTA标准溶液,两滴0.1%对硝基酚指示剂,用氨水(1+1)调节至溶液呈黄色,再用盐酸(1+1)滴至无色,并过量3滴,加入10mL30%六次甲基四胺溶液,两滴0.1%二甲酚橙指示剂,用锌标准溶液滴至呈红色为终点,并计算试样中镉的含量。

测定中必须注意: 终点pH应控制在5.0~5.5;大量硫脲存在对镉的滴定无影响;抗坏血酸加入可防止硫脲氧化。

仪器与工作条件: WP-0.75平面光栅摄谱仪,光栅刻线1800条/mm,双透镜照明,中心波长3300埃,狭缝20 μ m。2kW高频等离子体光源,自由振荡式,频率27.12MHz, $V_a=4.0$ kV, $I_a=0.65$ A, $I_c=140$ mA。低气流石英炬管,由玻璃同心雾化器和双管雾化室组成,为不去溶进样系统。冷却气Ar8-10L/min,载气压力2.0kg/cm²,流量0.3L/min,等离子气1L/min。观测高度线圈上6mm。

分析方法: 按YB147-71规定,用高纯金属以反王水为溶剂,人工合成标样。用高纯硫酸为溶剂,以高纯金属铬制备铭外加内标。称取铝青铜屑样0.2000g,置50mL烧杯中,加水稀释1倍的反王水1.6mL,低温加热溶解,赶尽NO₂,冷却,移入100mL容量瓶中,加入浓度为10mg/mL的铭标准液8mL作外加内标,用水稀释至刻度。标样与试样中基体浓度均为2mg/mL,稀释系数为500倍,内含反王水0.8%,铭内标800 μ g/mL。予燃40秒,曝光10秒,分析线对为Mn4034.49埃/Cr3919.16埃、Fe3581.195埃/Cr3919.16埃、Ni3524.54埃/Cr3919.16埃,以 $\Delta P-\log C$ 绘制校正曲线,按三标准试样法进行分析。

方法的精密度与准确度: 用国家标样和我厂生产试样进行了十三次平行测定,结果列于表1,并与其它方法的精度作了比较,结果列于表2。

表1 方法的精密度与准确度

元素	牌号与样号	推荐值 (%)	测定平均值 (%)	RSD (%)
Fe	QA110-3-1.5 135	3.80	3.85	2.14
	137	2.90	2.87	1.77
	0035	—	3.12	1.58
	QA110-4-4 147	5.09	5.25	2.76
	149	4.17	4.13	2.44
	00327	—	4.48	1.59
	QA19-4 946	3.80	3.75	3.55
Mn	948	2.10	2.27	3.75
	0311	—	3.04	2.40
	QA19-2 926	2.30	2.32	2.36
	928	1.10	1.14	2.74
	0032	—	2.25	2.76
Ni	QA110-3-1.5 135	2.80	2.88	3.17
	137	2.00	1.97	3.71
	0035	—	1.62	1.16
	QA110-4-4 147	2.80	2.80	2.17
Ni	148	5.18	5.12	1.69
	00327	—	4.61	2.14

收稿日期: 1988年5月23日

ICP-AES 测定铝类青铜

中主元素锰铁镍

梁愚铃 潘萱芝

(沈阳有色金属加工厂, 沈阳 110102)

本文用ICP-AES外加内标法,对铝类青铜中主元素Mn、Fe、Ni采用一套共用标样进行分析,校正曲线完全重合,十三次平行测定的RSD分别为: Mn2.65%, Fe2.44%, Ni2.00%,比我厂现行的高压火花摄谱法好,与辉光电直读法相近。方法的精密度与准确度已接近化学法,完全能满足生产与科研要求。