

表1 试样中铈的分析结果(%)

试样名称	本法测得结果					其他单位结果
1Cr ₁₈ Ni ₈ Ti	0.0002	0.0002	0.0003	0.0002	0.0002	<0.0001**
1Cr ₁₈ Ni ₁₂ Mo ₂ Ti*	0.0037	0.0036	0.0039	0.0038	0.0036	
1Cr ₁₈ Ni ₉ Ti	0.0006	0.0005	0.0005	0.0006	0.0007	0.0007***

* 由于含铈量高, 此批不锈钢挤压材出现裂纹; ** 冶金部钢铁研究总院结果; *** 上海机械制造工艺研究所结果。

液体积约为25ml左右后, 加1.0ml H₂SO₄ (1+1), 摇匀, 加8ml碘化钾-抗坏血酸-柠檬酸三铵混合液, 以下同分析步骤。

3. 此法中酸度对测定影响较大, 故必须仔细调节, 以确保试液中0.08mol/L的硝酸酸度。

新亚铜灵吸光光度法测定纯铝、铝合金及钢铁中铜

杨惠诚 鄢国强

(上海第一机床厂)(上海材料研究所)

2,9-二甲基-1,10-二氮菲(新亚铜灵)是吸光光度法测定铜的高选择性显色剂^[1], 已用于金属及合金中铜的萃取-光度法测定^[2], 常用的萃取剂有戊醇、异戊醇及三氯甲烷, 但操作繁琐, 且有机萃取剂对人体有害。本文提出了用新亚铜灵在水相直接测定铜的吸光光度法。实验表明, 本法操作简便、快速, 分析结果准确、可靠, 适用于纯铝、铝合金及钢铁中铜的测定。

一、仪器及试剂

72型分光光度计

柠檬酸铵溶液: 50%;

盐酸羟胺溶液: 10% (当天配制);

新亚铜灵乙醇溶液: 0.1% (AR级, 上海试剂三厂)。

二、分析方法

1. 纯铝及铝合金: 称取试样0.1~0.5g置于100ml两用瓶中, 加5ml 14%氢氧化钠溶液, 5ml水, 加热, 待试样分解后, 滴加过氧化氢(30%)数滴, 加热至无小气泡, 稍冷, 加入20ml硝酸(1+1), 使溶液酸化, 加热至盐类溶解, 加入脲少许, 使氧化氮分解, 冷却, 以水稀释至刻度, 摇匀。

分取10ml试样溶液, 置于50ml容量瓶中, 加入2ml柠檬酸铵溶液, 5ml盐酸羟胺溶液, 摇匀, 滴加氨水至刚果红试纸呈紫色(pH4左右), 加入5ml新亚铜灵溶液, 加水稀释至刻度, 摇匀。

在456nm波长处, 用1cm或2cm比色皿, 对试剂空白读测其吸光度。

2. 钢铁: 称取试样0.25~0.5g置于150ml锥形瓶中, 加20ml混合酸(盐酸+硝酸+水=3+1+8), 加热至试样溶解, 加5ml高氯酸(高铬试样, 加10ml高氯酸, 铬氧化成高价后, 滴加浓盐酸挥铬), 继续加热至冒白烟后, 稍冷, 加水约20ml, 加热至盐类溶解, 冷却, 将试液移入100ml容量瓶中, 用水稀释至刻度, 摇匀(如有不溶的石墨碳, 钨酸等, 干过滤除去)。

分取5~10ml试液, 置于50ml容量瓶中, 以下操作同1。

在456nm波长处用1cm或3cm比色皿对底液空白读测其吸光度。

三、结果与讨论

1. 试剂用量的影响: 加入2ml柠檬酸铵溶液, 5ml盐酸羟胺溶液, 5ml新亚铜灵溶

液,显色效果最佳;显色溶液中无乙醇时,溶液混浊,加入0.5ml乙醇就可使有色络合物与水互溶,增加乙醇用量不影响显色反应。

2.显色酸度的影响:在pH3~10的酸度范围内,新亚铜灵与铜(I)反应生成黄色络合物,本法用刚果红试纸作指示剂调节溶液酸度在pH4左右,利用柠檬酸铵的缓冲作用,无需再加入其他缓冲剂。

3.工作曲线:用纯铜溶液与加铝或加铁打底绘制的工作曲线基本上一致,工作曲线的回归方程为: $A = -0.0034 + 0.0020x$ 铜量($\mu\text{g}/50\text{ml}$)。

4.显色温度的影响及稳定性:室温5~35℃时,加入新亚铜灵乙醇溶液后立即呈现稳定的黄色,色泽至少可以稳定12小时。

5.准确度与精密度:用纯铝、铝合金及钢铁标准物质验证所拟分析方法,测定结果

见表1。由表1可见方法的精密度及准确度均较好。

表1 标准物质分析结果

标准物质	证书值 (%)	平均值 (n=5) (%)	相对标准偏差 (%)
纯铝 A ₃	0.115	0.113	5.04
ZL ₁₈	0.36	0.362	1.90
铝合金 ZL ₁₈	1.45	1.44	1.93
材字674	2.18	2.18	0.88
不锈钢材字239	0.080	0.081	3.43
高碳钢材字224	0.140	0.140	2.40
铸 铁材字27	0.146	0.147	3.18
低合金钢材字223	0.412	0.410	2.29

参 考 文 献

- (1) Gahler A.R., Anal. Chem., 26, 577(1954).
 (2) 潘教麦等, 显色剂及其在冶金分析中的应用, 上海科学技术出版社, 311(1981).

一个简便灵敏测定微量金的方法

丁耀炜

(武汉市环境保护科学研究所)

本文利用少量粒状活性碳的微型吸附柱动态吸附物料中微量金,拟定硫代米蚩酮(TMK)水相比色金的方法,可用于测定冶金尾矿和地质物料中ppb级的金。

一、主要试剂与仪器

金标液:按常法配制每毫升含金1mg的储备液。分取部分用5%王水逐级稀释成每毫升含金20 μg 的金标液。再用乙酸一乙酸钠缓冲液(pH3.3)配成每毫升含金2 μg 和100ng的工作液A和B;

混合掩蔽剂:1%EDTA—20%尿素—5%柠檬酸铵—7.5%吐温-85;

0.1%Fe(III)—10%KCl的5%盐酸溶液;

TMK:0.1%乙醇溶液;

乙酸一乙酸钠缓冲液(pH3.3)。

活性碳:取80目的粒状活性碳100g于塑料杯中,加200ml盐酸(1+5)、20ml氢氟酸,不时搅拌,浸泡5~7天,用盐酸(5+95)洗10余次,水洗至中性,晾干备用。

微型吸附柱(自制,略)。

721型分光光度计。

二、工作曲线的绘制

分取0、0.10、0.50、1.00、1.50、2.00 μg 金标液于10ml比色管中,加Fe(III)—KCl溶液2滴,用缓冲液定容5ml,在721型分光光度计540nm处用2cm比色皿测量吸光度,绘制工作曲线(当金量低时用目视比色)。

三、样品分析

称样10~20g于瓷皿中,放入高温炉内,从低温升至650℃灼烧1.5小时,冷却,移至250ml烧杯,加70~80ml王水(1+1),放