

冶金工业部科学技术情报产品标准研究所

锆和铪的 冶金分析

(内部资料)

科学出版社

75.251
248.3

鋳和鉛の冶金分析

冶金工業部科学技术情報產品標準研究所

(内部資料・注意保存)

248.3

科学出版社

1956 248.3

内 容 简 介

本书叙述了金属锆、锆和铪的氧化物、锆英石和其他中间产品的分析方法。金属及氧化物的分析,除使用化学分析法外,也使用光谱分析法和极谱分析法。金属锆的分析方法是按照核级锆的技术指标制订的。

本书可供科学研究机关和产业部门从事锆、铪分析工作人员参考,也可供有关高等院校和中等专业学校分析化学教学参考之用。

锆 和 铪 的 冶 金 分 析

冶金工业部科学技术情报产品标准研究所

*

科学出版社出版

北京朝阳门内大街 137 号

北京市书刊出版业营业许可証出字第 061 号

中国科学院印刷厂印刷

科学出版社发行

*

1966 年 4 月 第 一 版 开本: 850×1168 1/32

1966 年 4 月 第一次印刷 印张: 3 3/4

印数: 0001—1,650 字数: 96,000

统一书号: 13031·2294

本社书号: 3475·13—4

定 价: 0.75 元

前 言

几年来,随着我国科学技术的飞跃发展,分析工作也有了相应的提高。原子能、半导体、电子技术、航空等领域的进展,对稀有金属的冶金、加工和半导体材料的制取等方面提出了越来越高的要求,这就必须有更多更好的分析方法与之相适应。而目前在國內却很少看到这方面的成套资料。有鉴于此,我们将日常分析工作中所使用的一些方法加以整理,分成六册出版,希望达到总结工作、交流经验、共同提高的目的。这六册书是:

- (1) 锂和铍的冶金分析;
- (2) 钛的冶金分析;
- (3) 锆和铪的冶金分析;
- (4) 铌和钽的冶金分析;
- (5) 稀有金属合金和有色金属合金的分析;
- (6) 半导体材料的分析。

为着使用上的方便,将光谱分析、极谱分析和金属中气体的分析,同有关物料的化学分析编在一起,不再另订一册。

在整理材料和编写的过程中,注意到了去粗取精的原则,舍弃了一些不够成熟的方法。但是,由于我们的工作还做得不够深入细致,在编写书刊方面也缺乏经验,书中一定还存在着不少缺点,在分析方法配套方面,也可能满足不了有关冶金分析工作者的要求。我们诚恳地希望有关单位和读者随时向我们提出宝贵的意见,帮助我们改进工作。

编 者

1965年11月于北京

目 录

化学分析部分

第一章 金属铝的分析.....	1
§ 1-1 概述	1
§ 1-2 铝的测定	3
§ 1-3 硼的测定	5
§ 1-4 钙、钾和钠的测定.....	6
§ 1-5 碳的测定	9
I. 气体容量法	9
II. 氢氧化钡容量法	12
§ 1-6 氮的测定	14
§ 1-7 铬的测定	15
§ 1-8 钴的测定	17
§ 1-9 铜的测定	19
§ 1-10 铁的测定	21
I. 磺基水杨酸比色法	21
II. 邻菲绕啉比色法	22
§ 1-11 镁的测定	23
§ 1-12 锰的测定	26
§ 1-13 钼和钨的测定	27
§ 1-14 镍的测定	30
§ 1-15 氮的测定	32
§ 1-16 磷的测定	36
§ 1-17 硅的测定	38
§ 1-18 硫的测定	39
I. 离子交换-重量法	39
II. 碱熔-重量法	41
§ 1-19 钛的测定	43

§ 1-20 钒的测定	44
§ 1-21 锌的测定	45
§ 1-22 镉的测定	47
I. 离子交换-方波极谱法	47
II. 萃取-汞齐极谱法	49
§ 1-23 铀的极谱测定	51
§ 1-24 铜、铅、镍和锌的离子交换富集和极谱测定	52
§ 1-25 氢和氧的真空熔化微压法测定	54
§ 1-26 总铅量和活性铅的测定	57
第二章 四氯化锆的分析	58
§ 2-1 概述	58
§ 2-2 锆的测定	59
§ 2-3 铁的测定	60
§ 2-4 钛的测定	61
§ 2-5 铝的测定	62
§ 2-6 锰的测定	62
§ 2-7 铬的测定	62
§ 2-8 镁的测定	63
§ 2-9 硅的测定	63
第三章 团块的分析	65
§ 3-1 概述	65
§ 3-2 锆的测定	65
§ 3-3 铁、钛、铝和锰的测定	65
§ 3-4 硅的测定	66
第四章 二氧化锆的分析	67
§ 4-1 概述	67
§ 4-2 锆的测定	68
§ 4-3 杂质的测定	68
第五章 氟锆酸钾和电解质的分析	71
§ 5-1 概述	71
§ 5-2 锆的测定	71
§ 5-3 氟的测定	72
§ 5-4 钾和钠的测定	74

§ 5-5	硅的测定	74
§ 5-6	氯的测定	75
	I. 比浊法	75
	II. 容量法	76
§ 5-7	铁、钛、铝和锰的测定	77
第六章 锆英石的分析		78
§ 6-1	概述	78
§ 6-2	水分的测定	78
§ 6-3	灼减量的测定	78
§ 6-4	二氧化硅的测定	79
§ 6-5	测定锆、铁和钛的试样溶液的制备	80
§ 6-6	二氧化锆的测定	81
§ 6-7	氧化铁的测定	82
§ 6-8	二氧化钛的测定	83
§ 6-9	氧化铝的测定	84
§ 6-10	二氧化锡的测定	85
§ 6-11	钍和稀土氧化物总量的测定	86
§ 6-12	磷的测定	88

光谱分析部分

§ 1	金属锆中微量杂质的光谱测定	91
§ 2	金属锆中痕量锂的光谱测定	93
§ 3	金属锆中痕量硼的光谱测定	95
§ 4	金属锆中稀土元素(钐、铈、钐、铈)的化学光谱测定	97
§ 5	氧化锆中氧化铪的光谱测定	100
§ 6	氧化铪中杂质的光谱测定	102
§ 7	氧化铪中痕量硼的光谱测定	104
§ 8	锆、铪混合氧化物中氧化铪和氧化锆的光谱测定	106
§ 9	氧化铪中氧化锆的光谱测定	111
§ 10	锆-铪对比的荧光X射线光谱测定	113

化学分析部分

第一章 金属锆的分析

§ 1-1 概 述

金属锆依其生产和加工方法的不同,有海绵锆、锆粉、锆丝以及锆锭等多种形式。

虽然金属锆可以用硫酸与硫酸铵(或硫酸钾)的混合物溶解,但对于纯金属锆的分析,溶解样品最常用的溶剂还是氢氟酸。因为用氢氟酸溶解金属锆的速度快,并可避免引入大量盐类。

近代技术对金属锆的纯度有严格的要求,本分析方法是按“核级”锆的技术指标而制订的,同时,也包括了少数在技术指标中没有明确要求的杂质元素的测定方法。一部分元素的测定采用化学法,其他一些元素的测定则采用光谱法或其他方法;一些元素的测定既可用化学法,也可用光谱法。

表 1 列出了“核级”锆的技术指标,以及本书中各杂质元素测定方法的灵敏度。

表 1 分析方法灵敏度与“核级”锆技术指标

杂质元素	技术指标 ¹⁾ (小于,%)	方 法 灵 敏 度, %		
		化 学 法	光 谱 法 ²⁾	其 他 方 法
Al	7.5×10^{-3}	5×10^{-4}	1×10^{-3}	—
B	5×10^{-5}	5×10^{-5}	2×10^{-5}	—
Cd	5×10^{-5}	5×10^{-5}	3×10^{-3}	—
Ca	3×10^{-3}	—	—	1×10^{-3} ³⁾
C	5×10^{-2}	—	—	3×10^{-3} ⁴⁾
Cl	6×10^{-2}	5×10^{-3}	—	—
Cr	2×10^{-2}	1×10^{-3}	1×10^{-3}	—

续 表 1

杂质元素	技术指标 ¹⁾ (小于, %)	方法灵敏度, %		
		化学法	光谱法 ²⁾	其他方法
Co	2×10^{-3}	1×10^{-4}	2×10^{-3}	—
Cu	5×10^{-3}	5×10^{-4}	—	—
Hf	1×10^{-2}	—	1×10^{-2}	—
H	1.5×10^{-2}	—	—	5×10^{-4} 5)
Fe	1.5×10^{-1}	1×10^{-3}	1×10^{-3}	—
Pb	1×10^{-2}	—	3×10^{-3}	—
Li	1×10^{-4}	—	5×10^{-5}	—
Mg	6×10^{-2}	5×10^{-4}	1×10^{-3}	—
Mn	5×10^{-3}	2×10^{-3}	5×10^{-4}	—
Mo	5×10^{-3}	2×10^{-4}	—	—
Ni	7×10^{-3}	1×10^{-4}	5×10^{-4}	—
N	5×10^{-3}	5×10^{-4}	—	—
O	1.4×10^{-1}	—	—	2×10^{-3} 5)
P	1×10^{-2}	1×10^{-4}	—	—
ΣR.E.	1.5×10^{-3}	—	1×10^{-4} 6)	—
Si	1×10^{-2}	1×10^{-3}	—	—
Na	5×10^{-3}	—	—	1×10^{-3} 3)
Ti	5×10^{-3}	5×10^{-3}	3×10^{-3}	—
Sn	2×10^{-2}	—	1×10^{-3}	—
U	3.5×10^{-4}	3×10^{-4}	—	—
U ²³⁵	2.5×10^{-6}	—	—	—
V	5×10^{-3}	3×10^{-4}	1×10^{-3}	—
W	5×10^{-3}	2×10^{-4}	—	—
Zn	1×10^{-2}	5×10^{-4}	—	—
K	—	—	—	2×10^{-3} 3)
Bi	—	—	5×10^{-4}	—
Sb	—	—	1×10^{-3}	—
S	—	5×10^{-2}	—	—

1) 技术指标见文献[后藤英二、小山隆, チタニウムジルコニウム, No. 5, 90—96 (1962)]中所载美国原子能委员会的标准。

2) 光谱法灵敏度系按二氧化锆计算的。

3) 钙、钾和钠用火焰光度法测定。

4) 碘用燃烧法测定。

5) 氢和氧用真空熔融法测定。

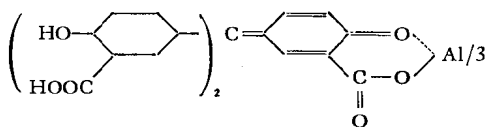
6) 稀土只测定 Sm, Eu, Gd, Dy, 灵敏度均为 1×10^{-4} %。

由表 1 可知, 本书中的金属锆中各杂质元素测定方法的灵敏度, 都超过了“核级”锆的技术指标。因此, 若金属锆样品中杂质含量较高, 使用本方法时可适当减少取样量。

§ 1-2 铝 的 测 定

方法要点

在微酸性溶液中, 铝离子与铝试剂形成组成为 1:3 的红色内络盐



铝浓度在一定范围内, 溶液颜色的深度与铝浓度成正比, 借此进行铝的比色测定。为了使铝和锆基体分离, 用铜铁试剂-氯仿溶液从稀硫酸溶液中将锆萃取除去。

本方法的灵敏度为 $5 \times 10^{-4}\%$ 。

试剂与仪器

- (1) 氢氟酸: 一级品。
- (2) 硫酸: 一级品。
- (3) 氯仿: 二级品, 重蒸馏。

(4) 铜铁试剂-氯仿溶液: 将 9 克铜铁试剂溶于 100 毫升冷水中, 过滤, 得到 9% 的铜铁试剂水溶液。在 200 毫升分液漏斗中加入 80 毫升 1.5N 硫酸, 40 毫升 9% 铜铁试剂水溶液, 80 毫升氯仿, 振荡 1—2 分钟, 分层后弃去水层, 有机层即可使用。

- (5) 硝酸: 重蒸馏。
- (6) 盐酸: 1:9; 1:99。
- (7) 抗坏血酸: 1% 水溶液, 用时配制。
- (8) 对硝基酚指示剂: 0.1% 水溶液。
- (9) 氨水: 重蒸馏, 1M 溶液。

(10) 醋酸缓冲溶液: 溶解 50 克醋酸铵于 1000 毫升水中, 用盐酸和氨水调节 pH 至 4.7. 用 pH 计校正.

(11) 铝试剂显色液: i) 溶解 0.1 克铝试剂于水中, 加入 10 毫升 10% 苯甲酸的甲醇溶液, 用水稀释至 100 毫升; ii) 溶解 1 克阿拉伯胶于热水中, 加入 10 毫升 10% 苯甲酸的甲醇溶液, 用水稀释至 100 毫升; iii) 混合 542 毫升再制氨水 (13M) 和 430 毫升 98% 的冰醋酸, 冷至室温, 用水稀释至 1 升. 将以上三种溶液等体积混合, 过滤, 放置 24 小时后使用.

(12) 铝标准溶液: 称取 0.1000 克金属铝, 溶于 10 毫升盐酸 (1:1) 中, 在容量瓶中用水稀释至 1 升, 1 毫升相当于 0.1 毫克铝. 取 50 毫升此贮备液, 在容量瓶中用 0.1N 盐酸准确稀释至 500 毫升, 1 毫升相当于 10 微克铝.

(13) 光电比色计.

分析步骤

称取 0.2 克金属锆试样置于铂坩埚中, 加入少许蒸馏水后缓缓滴入 1 毫升氢氟酸, 使试样溶解. 加入 2 毫升浓硫酸, 加热蒸发至冒硫酸白烟, 冷却后用水吹洗坩埚壁, 再蒸发至冒白烟. 冷却, 加入 15 毫升水, 加热使盐类完全溶解¹⁾. 冷却后将溶液移入 100 毫升分液漏斗中, 加入 20 毫升铜铁试剂-氯仿溶液, 剧烈振荡 2 分钟, 静置后放出并弃去有机层. 再加入 20 毫升铜铁试剂-氯仿溶液重覆萃取, 如此总共萃取 3—4 次, 直至将锆萃取完全. 用氯仿洗涤水层两次, 每次用 10 毫升氯仿.

将水层溶液放入 50 毫升烧杯中, 加入 5 毫升浓硝酸, 摇匀后在电炉上缓缓蒸发至干, 彻底破坏有机物²⁾, 并继续蒸发至不再出现硫酸白烟, 把硫酸驱尽. 冷却, 加 0.25 毫升盐酸 (1:9) 和 2—3 毫升水, 微热, 使铝盐溶解. 冷却后将溶液移入带磨口塞的 25 毫

1) 因为固体的硫酸锆不能用铜铁试剂-氯仿溶液萃取除去, 所以一定要使盐类完全溶解, 否则将影响下一步的测定.

2) 破坏有机物时不要使用双氧水.

升比色管中,加入 0.1 毫升(2 滴)抗坏血酸溶液,2 滴对硝基酚指示剂。用 1M 氨水和盐酸(1:99)调整溶液酸度,至加入 1 滴盐酸(1:99)恰巧使溶液的黄色褪去。加入 2 毫升缓冲溶液,2 毫升铝试剂显色液,用水稀释至 10 毫升,混匀。在沸水浴中放置 5 分钟(放入比色管后,水浴不要再加热)。取出用冷水冷却¹⁾,在光电比色计上用绿色滤光片、2 厘米液槽测量光密度,从工作曲线上查得铝的含量。

在分析试样的同时,以同样手续做空白试验。

工作曲线的绘制: 将 0.0, 0.3, 0.6, 0.9, 1.2, 1.5 毫升铝标准溶液(1 毫升相当于 10 微克铝)分别放入带磨口塞的 25 毫升比色管中,加水稀释至约 2 毫升,加入 0.1 毫升抗坏血酸溶液,2 滴对硝基酚指示剂。按照上述手续调整 pH, 显色, 测量光密度。以光密度对铝浓度作图。

§ 1-3 硼 的 测 定

方法要点

用硫酸和硫酸铵分解试样,在硫酸-醋酸介质中加入姜黄素-乙醇试剂,生成难溶性硼-姜黄素橙色络合物。将沉淀溶于乙醇后用分光光度计在 550 毫微米处测量光密度。本方法的灵敏度为 $5 \times 10^{-5}\%$ 。

试剂与仪器

- (1) 硫酸: 用石英蒸馏器提纯。
- (2) 冰醋酸: 一级品。
- (3) 硫酸铵: 二级品。
- (4) 姜黄素-乙醇试剂: 0.125% 姜黄素的无水乙醇溶液。
- (5) 无水乙醇: 用石英蒸馏器提纯一次。

1) 同一批试样显色时所有比色管(包括试样、标准、空白)应同时放入水浴中加热,同时取出冷却,以保持加热时间和温度一致。

(6) 盐酸: 2:1.

(7) 氢氧化钠: 10%水溶液.

(8) 硼标准溶液: 称取 0.5715 克硼酸溶于水中, 准确稀释至 1 升, 1 毫升相当于 0.1 毫克硼, 贮存于塑料瓶中. 使用前用水稀释, 使 1 毫升相当于 1 微克硼.

(9) 分光光度计.

分析步骤

称取 1 克试样置于石英分解瓶中¹⁾, 加入 5 克硫酸铵和 15 毫升浓硫酸, 装上回流冷凝管, 用酒精灯加热溶解. 试样溶解后, 用 10 毫升浓硫酸将溶液洗入 30 毫升石英坩锅中 (坩锅中预先加入 3 毫升冰醋酸), 摇动, 使沉淀溶解. 加 3 毫升姜黄素-乙醇试剂. 盖上坩锅盖, 将坩锅置于 $45 \pm 2^\circ\text{C}$ 的甘油浴中放置 40 分钟, 用铺有石棉层的瓷漏斗 (直径 4 厘米) 抽气过滤, 用 5 毫升盐酸 (2:1) 洗涤一次, 用水洗净盐酸, 最后用乙醚洗涤. 将沉淀用 15 毫升乙醇分两次溶解于带磨口塞的比色管中, 混匀. 在分光光度计上 550 毫微米处, 用 2 厘米液槽, 以乙醇作参比液, 测量光密度, 由工作曲线求得硼的含量. 以同样手续作空白试验.

工作曲线的绘制: 于五个 30 毫升石英坩锅中分别加入 0.00, 0.04, 0.07, 0.10, 0.15 毫升硼标准溶液 (1 毫升相当于 1 微克硼), 各加入 3 滴 10% 氢氧化钠溶液, 在蒸汽浴上蒸干, 加 3 毫升冰醋酸及 2.5 毫升硫酸 (用 5 克硫酸铵及 15 毫升硫酸按分解试样手续同样处理, 并用浓硫酸稀释至 25 毫升制成). 混匀后, 加入 3 毫升姜黄素-乙醇试剂, 充分混匀. 在 $45 \pm 2^\circ\text{C}$ 甘油浴上放置 40 分钟. 以下按试样分析手续进行. 以光密度对硼浓度作图.

§ 1-4 钙、钾和钠的测定

方法要点

锆的存在严重干扰钙的火焰光度测定, 对钾和钠的测定也有

1) 若试样中硼含量 $> 5 \times 10^{-4}\%$, 亦可取 0.5 克试样进行分析.

影响。为了使微量的钙、钾和钠与锆主体分离,在氢氟酸介质中进行阳离子交换。此时,以氟锆酸络阴离子 ZrF_6^{2-} 形式存在的锆不被阳离子交换树脂吸附,随溶液流出交换柱,而以阳离子形式存在的 Ca^{2+} , K^+ 和 Na^+ 则被吸附于柱上。用盐酸将钙、钾和钠从柱上洗脱后,进行火焰光度测定。

本方法的灵敏度,对于钙和钠为 $1 \times 10^{-3}\%$, 对于钾为 $2 \times 10^{-3}\%$, 相对误差均为 $\pm 15\%$ 。

试剂与仪器

(1) 氢氟酸: 一级品,重蒸馏,约 18N。

(2) 盐酸: 一级品,重蒸馏,约 7.5N; 用水稀释成 5N 溶液。

(3) 钙标准溶液: 将 1.245 克碳酸钙置于烧杯中,用 20 毫升水淹没后逐渐加入 10 毫升再制盐酸使其溶解,煮沸驱除二氧化碳,冷却后用水准确稀释至 500 毫升,此溶液 1 毫升相当于 1 毫克钙。取 50 毫升此溶液用水稀释至 500 毫升,1 毫升相当于 0.1 毫克钙。

(4) 钾标准溶液: 称取 0.1907 克氯化钾(预先在 105—110℃ 烘 1 小时),用水溶解,加几滴盐酸使其呈微酸性,用水准确稀释至 1 升,1 毫升相当于 0.1 毫克钾。

(5) 钠标准溶液: 称取 0.2542 克氯化钠(预先在 400—450℃ 灼烧),用水溶解,加几滴盐酸使其呈微酸性,用水准确稀释至 1 升,1 毫升相当于 0.1 毫克钠。

(6) 离子交换柱: 将内径为 10 毫米的半透明聚乙烯管拉成上端呈喇叭口状、下端尖细的管子,长约 300 毫米。下端接一段长约 50 毫米的无硫橡皮管,并附一螺旋夹以控制流速;橡皮管的另一端与直径 1—1.5 毫米、长约 500 毫米的小聚乙烯管连接,此小聚乙烯管的另一端即为交换液的流出口。按所需要的高度将小聚乙烯管系在大聚乙烯管上。交换柱的底部垫以聚乙烯丝。将上海化学试剂厂产聚苯乙烯磺酸型阳离子交换树脂(30—70 筛孔)依次用盐酸(1:1)和氢氟酸(1:9)处理,然后装入柱中至 120 毫米高。

用 5N 盐酸洗涤交换柱,直至流出液中不含钙和钠(在火焰光度计上检查),再用水洗至中性¹⁾。

(7) Zeiss III 型火焰光度计;压缩空气由小型空气压缩机供给;乙炔气筒。

分析步骤

称取 1 克金属锆试样置于带盖的聚乙烯杯中²⁾,加入 30 毫升蒸馏水,滴加 3 毫升氢氟酸使试样完全溶解³⁾。将 10 毫升氢氟酸(1:99)通过已用酸处理好、并用水洗至中性的交换柱。将试样的氢氟酸溶液注入柱中,并以每分钟 0.5—1 毫升的流速使溶液通过交换柱。然后用氢氟酸(1:99)洗涤交换柱八次(每次用 10 毫升氢氟酸),以除去残留于柱上的锆。用水洗涤 4—5 次,每次用 10 毫升,使流出液呈中性。用 5N 盐酸以每分钟 1 毫升的流速洗脱钙、钾和钠,收集 50 毫升洗出液于容量瓶中,摇匀,在火焰光度计上按下列条件分别测定钙、钾和钠的辐射强度。以 5N 盐酸校正仪器零点,每批试样分析以同样手续做空白试验。

空气压: 0.4 公斤/厘米²。

乙炔压: 80 毫米水柱。

光阑: 40。

检流计灵敏度: 1 ×。

滤光片: 钙用“Ca 63J”,钾用“K 77J”,钠用“Na 59”。

工作曲线的绘制: 将 0.5, 1.0, 1.5, 2.0, 2.5 毫升钙、钾和钠的标准溶液(1 毫升相当于 0.1 毫克钙、钾、钠)分别放入 50 毫升容量瓶中,使容量瓶中含钙、钾、钠的量依次为 0.05, 0.10, 0.15, 0.20, 0.25 毫克。于每一容量瓶中加入 33 毫升 7.5N 的再制盐酸,

- 1) 交换柱在每次使用之后,用水洗至中性。柱内的水经常保持相当的高度以使树脂浸泡于水中,下次可继续使用。若放置时间较长,再次使用前可用氢氟酸(1:9)和盐酸(5N)洗涤。新装柱的树脂,可连续使用数十次。
- 2) 可用市售塑料杯,配以有机玻璃盖。
- 3) 若金属锆中含有大量的碳,可将试样放在铂坩埚中用氢氟酸溶解,并滴加硝酸把碳氧化,然后把溶液移入塑料杯中,用水稀释至约 30 毫升,进行离子交换。

使溶液最后的酸度为 5N。用水稀释至刻度，摇匀，在火焰光度计上分别测定钙、钾和钠的辐射强度。并分别以钙、钾和钠的辐射强度(检流计读数)对其浓度作图，得到三条工作曲线。

§ 1-5 碳 的 测 定

I. 气 体 容 量 法

方法要点

本方法适用于测定 0.05—4.00% 的碳。

本法系将金属铅放在高温管状炉中通氧气，在 1100—1200℃ 与熔剂燃烧时，全部碳氧化成二氧化碳。形成的二氧化碳和过剩的氧混合，通过冷却器冷却至室温后，进入量气管内，测定所得混合气体($\text{CO}_2 + \text{O}_2$)的体积。

然后，用平液水准瓶把混合气体压到盛有浓氢氧化钾(钠)溶液的吸收器内，吸收二氧化碳。再用平液水准瓶从吸收器内把残余的气体移回到量气管内，测量未被吸收的氧气的体积。

根据差数所得的二氧化碳的体积换算成标准压力和标准温度下的体积，并计算碳的百分含量。

方法灵敏度：0.05%。

相对误差：10%。

分析速度：每人 8 小时分析 30 个样品。

仪器

见图 1。

管状炉：用电阻棒制成，温度能升至 1350℃。

燃烧管：用瓷管，直径 18—20 毫米，长 600 毫米，管两端应伸出炉外 175 毫米以上。

瓷舟：素烧的，尺寸为 $67 \times 7 \times 8$ 毫米或 $72 \times 9 \times 9$ 毫米。使用前，瓷舟必须在 1000—1100℃ 氧气流中焙烧，然后保存在干

燥器内备用,干燥器的盖不要涂抹凡士林或油脂,以免弄污瓷舟。

温度自动控制器。

洗气瓶: 用来洗涤氧气,瓶内盛有 5% 高锰酸钾的硫酸溶液,另一个洗瓶盛固体碱石棉。

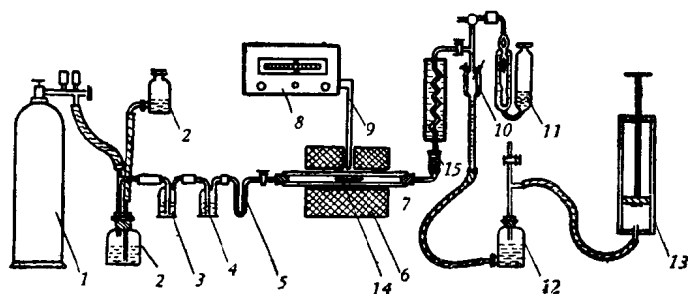


图1 气体容量法测定碳装置

1——氧气筒; 2——稳压瓶; 3,4——洗气瓶; 5——碱石棉-高氯酸镁吸收管; 6——管状炉; 7——燃烧管; 8——温度自动控制器; 9——热电偶; 10——量气管; 11——吸收器; 12——平液水准瓶; 13——打气筒; 14——瓷舟; 15——除硫管。

容量定碳装置: 装置包括以下各部分: 蛇形冷凝管, 用来冷却从炉内出来的混合气体($\text{CO}_2 + \text{O}_2$)。用活塞控制混合气体从炉内经冷却器通入量气管的速度。量气管是一个细的圆筒形容器, 上部膨大, 总容积约为 500 毫升, 有双重壁, 上部有专用孔, 由此装满冷水。量气管备有温度计, 通过橡皮塞插入管内, 可以测量气体的温度。在工作开始时测量温度, 以后每经 1—2 小时测量温度一次。

在量气管的上部有玻璃浮漂, 当溶液充满时浮漂上升, 自动关闭上部出孔。量气管的下窄部有可移动的标尺, 用来测量体积。

平液水准瓶的下部支管用橡皮管和量气管的下端连结, 瓶的上口和打气筒连接。瓶内注入 600—700 毫升饱和氯化钠溶液, 加入数滴浓硫酸和甲基红指示剂。当每次装满新溶液后, 最好进行 1—2 次含碳试样的燃烧, 以使碳酸饱和和这个溶液, 否则第一次碳的测定结果偏低。

吸收器内装有自动浮漂, 以防止碱性溶液落入量气管。吸收