

新型无机材料分析

中国科学院上海硅酸盐化学与工学研究所

前 言

为了适应我国新型无机材料发展对分析工作的需要，我们遵照伟大领袖毛主席“要认真总结经验”的教导，在所党委的领导与关怀下，发动群众，狠批了刘少奇一类骗子所散布的唯心论的“先验论”和修正主义的“洋奴哲学”、“爬行主义”等黑货，以辩证唯物论的认识论为指针，对我所近年来所使用的分析方法进行了初步的总结。继编写“新型无机材料原料分析”之后，又整理了“新型无机材料分析”一册。

本资料主要介绍了特种陶瓷、电子陶瓷、玻璃、晶体、涂层、化合物半导体的成分分析。分化学分析、仪器分析两篇。

为了力求做到分析方法准确、快速、易于掌握，在整理过程中曾对某些方法进行鉴定与校正。但由于我们学习马列主义与毛主席著作不够，加上实践的局限性，因此缺点错误在所难免，我们热切期望在交流中能得到兄弟单位的批评和帮助。

中国科学院上海硅酸盐化学与工学研究所

1972.7.1

zk547/18

第 一 篇

化 学 分 析

毛主席语录

领导我们事业的核心力量是中国共产党。

指导我们思想的理论基础是马克思列宁主义。

人类总得不断地总结经验，有所发现，有所发明，有所创造，有所前进。停止的论点，悲观的论点，无所作为和骄傲自满的论点，都是错误的。

一个正确的认识，往往需要经过由物质到精神，由精神到物质，即由实践到认识，由认识到实践这样多次的反复，才能够完成。这就是马克思主义的认识论，就是辩证唯物论的认识论。

目 录

第一篇 化学分析

第一部分 陶 瓷

第 一 章 国瓷中彩的分析.....	1
第 一 节 二氧化硅的测定(盐酸二次脱水重量法)	2
第 二 节 氧化铅的测定(铬酸铅沉淀后氧化还原法测定)	2
第 三 节 氧化铜的测定(铜试剂比色法)	4
第 四 节 混合氧化物的测定(重量法)	5
第 五 节 氧化铁的测定(硫代甘醇酸比色法)	5
第 六 节 氧化钛的测定(过氧化氢比色法)	6
第 七 节 氧化锰的测定(高锰酸比色法)	7
第 八 节 氧化铝的测定(差减法)	7
第 九 节 氧化钴的测定(亚硝基R盐比色法)	7
第 十 节 氧化钙的测定(重量法)	8
第十一节 氧化镁的测定(重量法)	9
第十二节 氧化钾和氧化钠的测定(火焰光度法)	9
第 二 章 电瓷的分析.....	11
第 一 节 二氧化硅的测定(氟硅酸钾容量法)	11
第 二 节 氧化铝的测定(络合滴定法)	12
第 三 节 氧化铁的测定(硫代甘醇酸比色法)	13
第 四 节 氧化钛的测定(过氧化氢比色法)	14
第 五 节 氧化钙的测定(萃取分离后络合滴定)	14
第 六 节 氧化镁的测定(地旦黄比色法)	15
第 七 节 氧化钾和氧化钠的测定.....	16
第 三 章 95%氧化铝瓷的分析.....	17
第 一 节 氧化铝的测定(络合滴定法)	17
第 二 节 二氧化硅的测定(硅钼蓝比色法)	18
第 三 节 氧化铁的测定(邻二氮菲比色法)	19
第 四 节 氧化钛的测定(钛铁试剂比色法)	20
第 五 节 氧化钙的测定(络合滴定法)	20

第 六 节	氧化镁的测定 (地旦黄比色法)	21
第 七 节	氧化硼的测定 (中和法)	21
第 八 节	氧化钨的测定	22
第 四 章	含锶、钡、铈的锆钛酸铅陶瓷的分析	23
第 一 节	总铅的测定 (络合滴定法)	23
第 二 节	游离氧化铅的测定 (络合滴定法)	24
第 三 节	总锆的测定 (络合滴定法)	25
第 四 节	游离氧化锆的测定 (络合滴定法)	26
第 五 节	总钛的测定 (过氧化氢比色法)	27
第 六 节	游离氧化钛的测定 (过氧化氢比色法)	27
第 七 节	锶的测定 (Zeiss III型火焰光度法)	28
第 八 节	钡的测定 (偶氮胂 III 比色法)	29
第 九 节	铈的测定 (硫氰酸盐比色法)	30
第 十 节	铝的测定 (羊毛铬青 R 比色法)	31
第十一节	铁的测定 (邻二氮菲比色法)	32
第 五 章	含铋、锰、锑的锆钛酸铅陶瓷的分析	33
第 一 节	总铅的测定	33
第 二 节	总锆的测定 (络合滴定法)	33
第 三 节	总钛的测定	33
第 四 节	锑的测定	34
第 五 节	铋的测定 (硫脲比色法)	34
第 六 节	锰的测定	34
第 七 节	铁的测定	34
第 六 章	含锡、铋、锰、钡的锆钛酸铅陶瓷的分析	35
第 一 节	总铅的测定	35
第 二 节	总锆的测定	35
第 三 节	总钛的测定	35
第 四 节	钡的测定	35
第 五 节	铁的测定	35
第 六 节	铋的测定	35
第 七 节	锰的测定	35
第 八 节	结合锡的测定 (氧化还原法)	35
第 九 节	游离氧化锡的测定 (氧化还原法)	36
第 七 章	含铋、钡的锆钛酸铅陶瓷的分析	38
第 一 节	总铅的测定	38
第 二 节	总锆的测定	38
第 三 节	总钛的测定	38
第 四 节	氧化铋的测定	38
第 五 节	氧化钡的测定 (重量法)	38

第六节	氧化镁的测定	39
第八章	钛酸钡的分析	40
第一节	氧化钛的测定 (络合滴定法)	40
第二节	氧化钡的测定 (重量法)	41
第三节	氧化锂的测定 (火焰光度法)	41
第四节	氧化钴的测定 (亚硝基 R 盐比色法)	42
第五节	氧化铝的测定 (羊毛铬青 R 比色法)	43
第九章	碳化硅的分析	45
第一节	总碳的测定 (非水滴定法)	45
第二节	游离碳的测定	47
第三节	总硅的测定 (氟硅酸钾容量法)	47
第四节	游离硅的测定 (硅钼蓝比色法)	48
第五节	游离二氧化硅的测定 (重量法)	49
第六节	氧化铝的测定 (羊毛铬青 R 比色法)	49
第七节	氧化铁的测定	50
第八节	氧化钙的测定 (偶氮胂 I 比色法)	50
第十章	碳化硼的分析	52
第一节	总碳的测定 (气体吸收容量法)	52
第二节	游离碳的测定	53
第三节	总硼的测定 (中和法)	53
第四节	游离氧化硼的测定 (中和法)	53
第五节	游离硼的测定 (中和法)	54
第六节	氧化铝的测定	55
第七节	氧化铁的测定	55
第八节	氧化钙的测定	55
第九节	氧化硅的测定	55
第十一章	氮化硼的分析	56
第一节	氮的测定 (中和法)	56
第二节	总硼的测定 (中和法)	57
第三节	氧化铝的测定	57
第四节	氧化铁的测定	57
第五节	氧化钙的测定	57
第十二章	氮化硅的分析	58
第一节	总硅的测定	58
第二节	游离硅的测定 (硅钼蓝比色法)	58
第三节	氧化铝的测定	59
第四节	氧化铁的测定	59
第五节	氧化钙的测定	59
第六节	氮的测定 (中和法)	60

第十三章 硼化锆的分析	62
第一节 总硼的测定	62
第二节 游离氧化硼的测定	62
第三节 游离硼的测定	62
第四节 总锆的测定(络合滴定法)	62
第五节 二氧化硅的测定(硅钼蓝比色法)	63
第六节 氧化铁的测定(邻二氮菲比色法)	64
第七节 氧化钨的测定(极谱法)	64

第二部分 玻 璃

第一章 硼玻璃的分析	65
第一节 二氧化硅的测定(氟硅酸钾容量法)	65
第二节 氧化硼的测定(中和法)	66
第三节 氧化铁的测定(邻二氮菲比色法)(硫代甘醇酸比色法)	67
第四节 氧化铝的测定(络合滴定法)	68
第五节 氧化钙的测定(络合滴定法)(偶氮胂 I 比色法)	69
第六节 氧化镁的测定(络合滴定法)(地旦黄比色法)	70
第七节 氧化钠的测定(重量法)	72
第八节 氧化钾的测定	72
第二章 杜瓦瓶玻璃的分析	73
第一节 二氧化硅的测定	73
第二节 氧化硼的测定	73
第三节 氧化钡的测定(重量法)	73
第四节 氧化铝的测定	74
第五节 氧化铁的测定	74
第六节 氧化镁的测定	74
第七节 氧化钾、氧化钠、氧化锂的测定	74
第三章 高硅氟玻璃的分析	75
第一节 二氧化硅的测定(氢氟酸冒烟重量法)	75
第二节 氧化硼的测定	75
第三节 氧化铝的测定(三乙醇胺掩蔽铁, 羊毛铬青 R 比色)	75
第四节 氧化铁的测定	76
第五节 氧化钾的测定	76
第四章 钛玻璃的分析	77
第一节 二氧化硅的测定	77
第二节 氧化铝的测定(络合滴定法)	77
第三节 氧化钛的测定(过氧化氢比色法)	78
第四节 氧化铁的测定	79

第五节	氧化钙、氧化镁的测定	79
第六节	氧化钾、氧化钠的测定	80
第七节	氧化砷的测定	80
第五章	铅、钡玻璃的分析	81
第一节	氧化铅的测定(硫化氢分离后络合滴定)	81
第二节	氧化钡的测定(两次沉淀重量法)	82
第三节	氧化钙的测定(氧化还原法)	83
第四节	氧化硼的测定	83
第五节	二氧化硅的测定(氟硅酸钾容量法)	83
第六节	氧化钼的测定	84
第七节	氧化铝的测定(络合滴定法)	84
第八节	氧化钾、氧化钠、氧化锂的测定	85
第六章	碲、铅、锌、铝、硼、铜玻璃的分析	86
第一节	二氧化硅的测定	86
第二节	氧化碲的测定(氧化还原法)	86
第三节	氧化铅的测定(硫酸铅沉淀-醋酸铵溶解-EDTA容量法)(硫化铅沉淀-硝酸溶解-EDTA容量法)	87
第四节	氧化锌、氧化铝的测定(络合滴定法)	88
第五节	氧化硼的测定(中和法)	88
第六节	氧化铜的测定	89
第七章	硅、硼、镧、钡、锆、铝玻璃的分析	90
第一节	二氧化硅的测定	90
第二节	氧化硼的测定	90
第三节	氧化镧的测定(重量法)	90
第四节	氧化钡的测定(重量法)	91
第五节	氧化铝的测定(络合滴定法)	91
第六节	氧化锆的测定(络合滴定法)	92
第八章	钡冕玻璃的分析	93
第一节	二氧化硅的测定	93
第二节	氧化钡的测定	93
第三节	氧化钾的测定(高氯酸钾重量法)	93
第四节	氧化钠的测定	94
第五节	氧化铯的测定(氧化还原法)	94
第六节	氧化硼的测定	94
第七节	氧化锰的测定	94
第九章	硅、硼、铝、钠、氟、氯、镉、银、铜玻璃的分析	95
第一节	二氧化硅的测定	95
第二节	氧化硼的测定	95
第三节	氧化铝的测定	95

第四节	氧化钠的测定	95
第五节	氟的测定(比色法)	95
第六节	氯的测定(硫氰酸盐比色法)	97
第七节	银的测定	98
第八节	镉的测定	98
第九节	铜的测定	98
第十章	微晶玻璃的分析	99
第一节	二氧化硅的测定	99
第二节	氧化锆的测定(络合滴定法)	99
第三节	氧化铝的测定(络合滴定法)	100
第四节	氧化铁的测定	101
第五节	氧化钛的测定	101
第六节	五氧化二磷的测定(磷钒钼酸盐比色法)	101
第七节	氧化镁的测定	102
第八节	氧化钾、氧化锂的测定	102
第九节	氧化砷、氧化锑的测定	102
第十一章	磷砷玻璃的分析	103
第一节	五氧化二磷的测定(中和法)	103
第二节	氧化铈的测定(氧化还原法)	104
第三节	氧化钡的测定(重量法)	105
第四节	氧化铝的测定(络合滴定法)	105
第五节	氧化铁的测定	106
第六节	氧化钾的测定	106

第三部分 其 他

第一章	氟金云母的分析	107
第一节	二氧化硅的测定	107
第二节	氧化铁的测定(硫化甘醇酸的比色法)	107
第三节	氧化铝的测定(络合滴定法)	108
第四节	氧化钙、氧化镁的测定(络合滴定法)	108
第五节	氧化钾的测定(高氯酸钾重量法)	109
第六节	氟的测定(容量法)	109
第二章	含铬、铍涂层的分析	111
第一节	二氧化硅的测定	111
第二节	氧化钡的测定(重量法)	111
第三节	氧化钙的测定(氧化还原法)	112
第四节	氧化锌的测定(络合滴定法)	113
第五节	氧化铝的测定(络合滴定法)	114

第六节	氧化铍的测定(重量法).....	115
第七节	氧化钼的测定(硫氰酸钼比色法).....	115
第八节	氧化铬的测定(氧化还原法).....	116

第二篇 仪器分析

第一部分 原子吸收及火焰分光光度法

第一章	原子吸收及火焰分光光度法测定的一些说明.....	119
第一节	原子吸收分光光度法测定的几点说明.....	119
第二节	火焰分光光度法测定的几点说明.....	122
第二章	锆钛酸铅陶瓷的分析.....	123
第一节	氧化镍和氧化锑的测定.....	123
第二节	氧化银的测定.....	123
第三节	氧化钙和氧化镁的测定.....	123
第四节	氧化钠的测定.....	124
第三章	硫化锌中铅、镉、铁、镍、铜、锰、钙等微量杂质元素的分析.....	125
第四章	硒化镉中铅、锌、铜、铁、钙、镁等微量杂质元素的分析.....	126
第五章	长石和粘土中钙、镁、铁、锰的分析.....	127
第六章	玻璃中锌、锑、钙、镁、铜、铁、锰、铅、锶的分析.....	128
第七章	硅硼铝钠氟氯镉银铜玻璃中钠和银的分析.....	129
第八章	杜瓦瓶玻璃中钾、钠、锂的分析.....	130
第九章	氧化铝中钾、钠、锂、钙、镁、铁、镍、铜、锰、铬、镉、铅、锌等微量杂质元素的分析.....	131
第十章	β - Al_2O_3 中钾、钠、锂的分析.....	132
第十一章	纯金属锆中微量钠的分析.....	133
第十二章	氯化锆中钾、钠、钙的分析.....	134
第一节	氧化钾和氧化钠的测定.....	134
第二节	氧化钙的测定.....	134
第十三章	高纯石墨中钾、钠、锂的分析.....	135

第二部分 光谱分析

第一章	溶液干渣法测定微量杂质元素.....	136
第一节	概论.....	136
第二节	高纯硅和石英中微量杂质元素的测定.....	137
第三节	高纯氧化铁中微量杂质元素的测定.....	139

第四节	镓中微量杂质元素的测定	140
第五节	铋中微量杂质元素的测定	141
第六节	碘中微量杂质元素的测定	142
第七节	硫中微量杂质元素的测定	144
第二章	载体分馏法测定微量杂质元素	145
第一节	概论	145
第二节	锆中微量杂质元素的测定	148
第三节	高纯石墨中微量杂质元素的测定	150
第四节	氧化铍中微量杂质元素的测定	152
第五节	二氧化钛中微量杂质元素的测定	154

第三部分 极 谱 分 析

第一章	铜铅锌镉的分析	157
第一节	硅硼钠钛铝镁锂铌铅锌铜锰铬铁锡玻璃中微量铅锌铜的测定	157
第二节	硅硼铝钠氟氯镉银铜玻璃中铜镉的测定	157
第三节	硅铅钛钡锌镉铁玻璃中镉锌的测定	158
第四节	铬铍涂层中锌的测定	158
第五节	涂层中微量铜铅镉锌的测定	159
第六节	硅酸钾中微量铜的测定	159
第七节	硒化镉中0.2%铅的测定	159
第八节	高纯石墨中 $10^{-7}\%$ 镉的测定	160
第二章	钛的分析	162
第一节	氧化锆中少量钛的测定	162
第二节	硫酸锌中痕量钛的测定	162
第三节	氧化铝中微量钛的测定	163
第四节	碳硅硼材料中 10^{-3} 至 $10^{-4}\%$ 钛的测定	163
第三章	砷和锑的分析	164
第一节	硅酸盐材料中砷的测定	164
第二节	特种玻璃中微量砷的测定	164
第三节	硅铝钡硼钙钠钾砷锑铁玻璃中砷锑的测定	165
第四章	钼的分析	166
第一节	铌酸锂中钼的测定	166
第二节	铬铍涂层中少量钼的测定	166
第三节	铝硅钼合金中钼的测定	167
第四节	钛铍涂层中钼的测定	167
第五章	钨的分析	168
第一节	氧化铝中微量钨的测定	168
第二节	氧化铝中少量钨的测定	168

第 三 节	碳硅硼材料中钨的测定	169
第 四 节	金属硅中钨的测定	169
第 五 节	硼化锆中钨的测定	169
第 六 章	国瓷和石英中铅与锡的分析	170
第 一 节	国瓷中铅锡的同时测定	170
第 二 节	石英中铅和锡的测定	170
第 七 章	锆钛酸铅陶瓷中铋锡铌的分析	172
第 一 节	钛酸钡中铋和锡的测定	172
第 二 节	锆钛酸铅中铌的测定	172
第 八 章	硅化钼中铜和镍的分析	174
第 九 章	焊条氧化钾氯化钠氯化锡氯化镉氟化钙等混合物中锡镉的分析	175
第 十 章	镍锌铁钴合金中钴的分析	176

第四部分 红宝石的分析

第 一 章	钾、钠、钙、镁、铜、锰、镓和镍的测定	177
第 二 章	钽的光谱测定	182
第 三 章	铬的比色测定	184
第 四 章	硅的比色测定	186
第 五 章	铁的比色测定	188
第 六 章	铜、铅、钛的极谱测定	189

附 录

标准溶液及指示剂的配制	191
-------------	-----

第一部分 陶 瓷

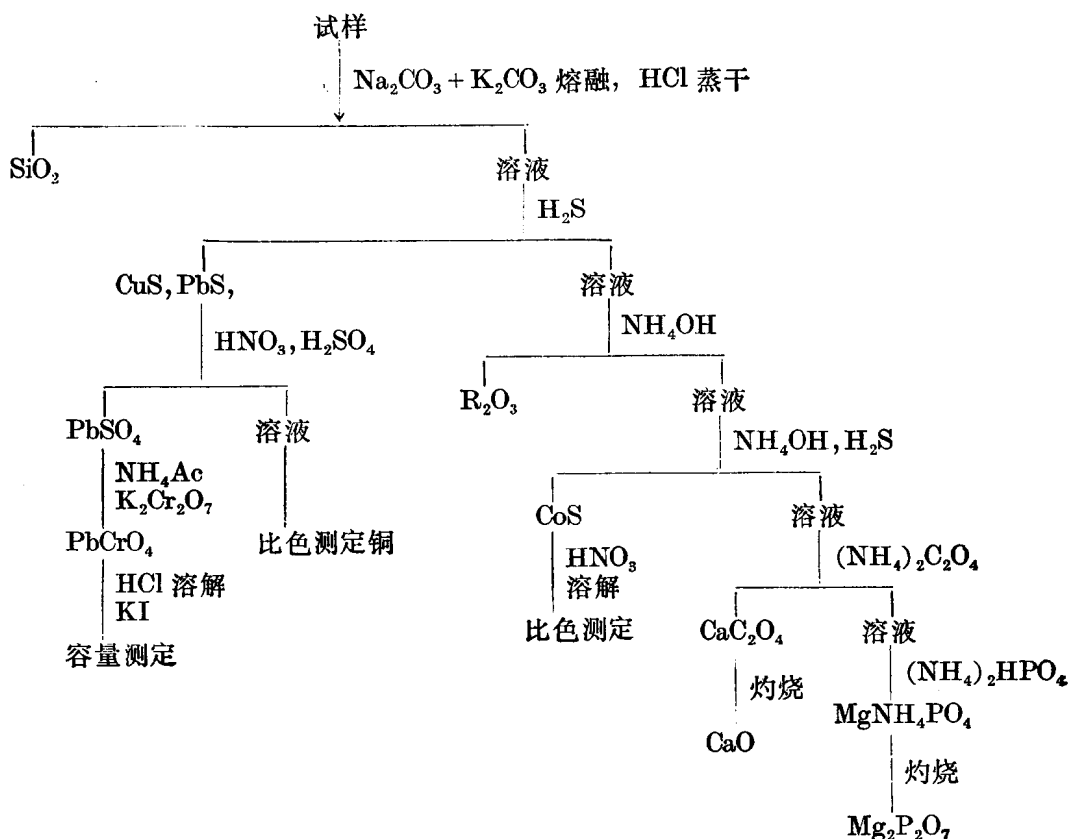
第一章 国瓷中彩的分析

国瓷中釉和彩的分析，是我所五十年代初的工作，后来也未进行该方面的工作。现代仪器分析的发展，可使其中许多测定手续简化，但在很少量样品(<0.1克)需进行全分析时，仍未失去其参考价值。

分析项目

二氧化硅的测定	氧化铅的测定	氧化铜的测定
混合氧化物的测定	氧化铁的测定	氧化钛的测定
氧化锰的测定	氧化铝的测定	氧化钴的测定
氧化钙的测定	氧化镁的测定	氧化钾和氧化钠的测定

分析流程示意图



第一节 二氧化硅的测定

一、方法提要

试样以无水碳酸钠、碳酸钾熔融,使硅转化为易溶于水的硅酸钠(钾)。熔块用盐酸处理,析出硅酸。此硅酸为含水胶体沉淀。经蒸干二次脱水 and 高温灼烧,然后,以二氧化硅形式称量至恒重,再以氢氟酸处理。氢氟酸处理前后二次重量之差,即为二氧化硅的重量。

二、试剂配制

1. 无水碳酸钠。
2. 无水碳酸钾。
3. 盐酸,比重1.19,1+1。
4. 硫酸,1+4。
5. 氢氟酸,~40%。

三、操作步骤

称取0.0X克试样置于铂坩埚中,该坩埚预先已加入1克碳酸钠和1克碳酸钾熔融,并将熔融体摇动于铂坩埚壁上。试样用1克碳酸钾和1克碳酸钠搅拌均匀,在煤气灯上加热至混合物恰好熔化,然后继续加热熔融30分钟,冷后将熔块用热水洗至瓷蒸发皿中,加25毫升盐酸(1+1),坩埚用盐酸(1+1)洗净,洗液并入蒸发皿中,将蒸发皿放在沸水浴上蒸发,蒸发至盐类析出时,经常用平头玻璃棒掀碎析出的盐类,蒸至无盐酸味时,再继续蒸发一小时,冷却,加浓盐酸10毫升,搅拌1~2分钟,加热水75~100毫升,在水浴上温热使盐类完全溶解,用快速滤纸过滤,以热水洗涤10~12次,滤液移入原蒸发皿中,蒸发至无盐酸味,放入烘箱,在105~110℃烘一小时,冷却,加5毫升盐酸,搅拌1~2分钟,加50毫升水,搅拌至盐类溶解,用中速滤纸过滤,以热水洗涤沉淀10~12次。

将二次沉淀放入铂坩埚中,加硫酸(1+1)于沉淀上,用小火灰化滤纸,灼烧至恒重,用少量水润湿已恒重的沉淀,加4滴硫酸(1+1),氢氟酸8毫升,在通风橱内蒸干,用中火赶去剩余的硫酸,灼烧10分钟,再称至恒重,二次重量之差为二氧化硅重,残渣用1克碳酸钠熔融,用盐酸溶解后并入滤液中。

四、计算

$$\text{SiO}_2\% = \frac{G_1 - G_2}{G} \times 100$$

式中: G_1 ——氢氟酸处理前坩埚及沉淀重;

G_2 ——氢氟酸处理后坩埚及残渣重;

G ——试样重。

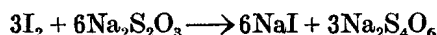
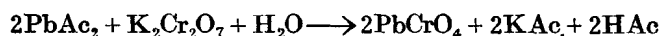
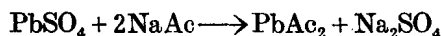
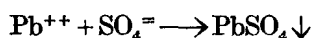
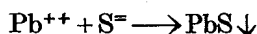
注: 熔样时温度不宜太高,因试样中铅含量高。

第二节 氧化铅的测定

一、方法提要

在酸性溶液中通硫化氢使铅、铜生成硫化物沉淀,与铝、铁、钛、钴、锰分离,将硫化

物溶于硝酸溶液并转化为硫酸铅，使之与铜分离，再将硫酸铅溶于醋酸溶液并转化为铬酸铅沉淀。铬酸铅沉淀，用盐酸溶解，加入碘化钾，放出的碘，用硫代硫酸钠滴定。



二、试剂配制

1. 盐酸, 1 + 1。
2. 硫酸。
3. 氢氧化铵, 1 + 1。
4. 硫化氢气体发生器。
5. 硝酸。
6. 重铬酸钾饱和溶液。
7. 醋酸钠抽取液：一份醋酸钠饱和溶液与二份水混合，然后每 1000 毫升溶液中加入 25 毫升冰醋酸。
8. 醋酸钠洗涤液，50 毫升醋酸钠饱和溶液用 1000 毫升水稀释。
9. 碘化钾。
10. 淀粉溶液：1% 水溶液，新鲜配制。
11. 盐酸氯化钠混合液：1000 毫升氯化钠饱和溶液加 300 毫升盐酸(1 + 1)。

三、操作步骤

以甲基红为指示剂，将测定二氧化硅后的滤液用盐酸(1 + 1)及氨水(1 + 1)调节溶液的酸度为 2.5% 盐酸溶液。加热至沸，通入硫化氢气流使铅铜沉淀，冷却，再用硫化氢饱和一刻钟，以中速滤纸过滤，沉淀用经硫化氢饱和的 1% 盐酸溶液洗涤，滤液(A)留下，用于测定混合氧化物。将沉淀及滤纸放入原烧杯中，加 15 毫升硝酸，5 毫升硫酸，加热至硫酸冒浓烟，冷却，重复加入硝酸到碳的颜色消失为止，冷却，用少量水吹洗烧杯壁，再蒸发至硫酸冒浓烟，再冷却，用冷水小心稀释溶液至 100 毫升，放置过夜，以紧密滤纸过滤沉淀，用 1% 硫酸溶液洗涤，滤液(B)留下测定铜用。

将过滤硫酸铅的滤纸摊开，贴在 250 毫升锥形瓶口上，用尽可能少的热水将沉淀洗入锥形瓶内，将滤纸取下放入 100 毫升烧杯中，用 25 毫升热的醋酸钠溶液加热提取，并将提取液滤入锥形瓶中，用热的醋酸钠洗涤液洗涤烧杯及滤纸。加热至硫酸铅完全溶解，将溶液的体积稀释至 150 毫升，加热至沸，加入 10 毫升重铬酸钾饱和溶液，煮沸 5~10 分钟，过滤，用热的醋酸钠洗涤液洗涤烧杯 3~4 次，洗涤沉淀 10 次，每次用醋酸钠 10 毫升，用不少于 50 毫升的氯化钠盐酸混合液将沉淀从漏斗上溶解，并将溶液滤入原锥形瓶中，继续用 50 毫升冷水再洗滤纸数次，加入碘化钾溶液(1~2 克碘化钾用少量水溶解)，用硫代硫酸钠标准溶液滴定至近终点时，加入 5 毫升淀粉溶液，继续滴定至溶液呈绿色。

四、计算

$$\text{PbO}\% = \frac{N \times V \times \frac{\text{PbO}}{3}}{G} \times 100$$

式中：N——硫代硫酸钠标准溶液的当量浓度；

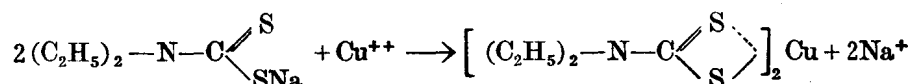
V——滴定时所消耗的硫代硫酸钠毫升数；

G——试样重，克。

第三节 氧化铜的测定

一、方法提要

在弱酸性或微碱性溶液中铜试剂和铜生成棕黄色络合物，反应式如下：



此络合物能被有机溶剂如氯仿，四氯化碳等萃取。

二、试剂配制

1. 柠檬酸铵，20%水溶液。

2. 铜试剂，1%水溶液。

3. 酚红，0.1%乙醇溶液。

4. 氢氧化铵，1+1。

5. 氯仿。

6. 铜标准溶液：

称取 3.138 克硫酸铜 ($\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$) (保证试剂) 溶于蒸馏水中，加入 5 毫升浓硫酸，移入容量瓶中，以水稀释至 1 立升，此溶液 1 毫升中含 1 毫克氧化铜，吸取上述溶液 10 毫升，于 1 升容量瓶中，加几滴浓硫酸，用水稀释至刻度 (每毫升含 0.01 毫克氧化铜)。

三、标准曲线的绘制

用滴定管准确量取 0.5、1.0、1.5、2.0、2.5、3.0、3.5 毫升铜标准溶液 (每毫升含氧化铜 0.01 毫克) 于预先放入 20 毫升水的分液漏斗中，加 10 毫升 20% 柠檬酸铵溶液，加一滴酚红指示剂，滴加氢氧化铵 (1+1) 至溶液呈深红色 (pH9.5)，加 5 毫升 1% 铜试剂，用 10 毫升氯仿进行萃取，待分层后，将氯仿层放入含有 0.5 克无水硫酸钠的 25 毫升干燥的容量瓶中，再用氯仿萃取二次 (每次用 5 毫升)，将氯仿层放入同一容量瓶中，然后用氯仿稀释至刻度，摇匀，待氯仿中水份被吸去后，于 72 型分光光度计上，用 3 厘米液槽 436 毫微米波长，以试剂空白为参比溶液，读出消光度，绘制消光度——浓度曲线。

四、操作步骤

蒸发滤液 (B)，然后移入 100 毫升容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀，吸取 20 毫升溶液 (视试样中铜的含量而定)，于 60 毫升分液漏斗内，以下按标准曲线绘制法进行萃取，比色，同时进行试剂空白试验。

五、计算

$$\text{CuO}\% = \frac{G_1 \times 5}{G \times 1000} \times 100$$