

## (NJ-1 或 SJ-1)、TUFFTRIDE TF1 盐浴成分分析方法

下面介绍的方法与检查 TUFFTRIDE 一般盐浴的方法相同,即使没有化学实验室,甚至先前对化学知识一无所知,也能很快学会该方法,可以在不到 20 分钟内学会,且具有足够的准确度。

绝大多数化学实验室都能提供所需设备,也可以从本公司购买。

1. 500 毫升锥形烧瓶、漏斗
2. 天平、检查砝码、刷和匙
3. 250 毫升长颈量瓶
4. 蒸馏水塑料挤瓶
5. 100 毫升量筒
6. A 溶液, 1000ml 磨口瓶
7. B 溶液, 1000ml 棕色磨口瓶
8. 25 和 50 毫升, 中间鼓个包的移液管 各 1 支
9. 300 毫升锥形烧瓶 (滴定)
10. 指示剂 1, 50ml 棕色磨口瓶
11. B 溶液棕色酸性滴定管 50 ml
12. 滴定管支架
13. 装指示剂 2, 50ml 磨口瓶
14. 瓶刷 牛角勺
15. 定性滤纸
16. 50 毫升橡胶球头吸量管 (吸 B 溶液)
17. 蒸馏水 (蒸馏水发生器)
18. 吸耳球



- I. Pestle and mortar for crushing the sample
- II. Balance, check weight, brush and spoon
- III. Volumetric flask, 250 ml
- IV. Squeeze bottle for distilled water
- V. Graduated cylinder, 50 ml
- VI. Calcium nitrate solution, Solution A
- VII. Erlenmeyer flask, 500 ml., with funnel
- VIII. 25 ml. pipette with rubber bulb
- IX. Erlenmeyer flask, 300 ml
- X. Bottle, with dropper, containing Indicator 1
- XI. Burette containing Solution B
- XII. Bottle, with dropper, containing Indicator 2
- XIII. Bottle brush
- XIV. Fluted filter

## 遵守事项

1. 用于分析的玻璃器必须经常保持清洁,干燥,无残渣。
2. 只能用中性的、无氯的蒸馏水溶解和添加,玻璃器皿在完成分析后,应用刷子彻底刷干净。
3. 显示滴定的颜色变化,只要良好的光线条件下观察,因此,滴定应在光线充足的阳光或氙灯光下进行。
4. 在测量滴定 25 毫升氮化盐溶液的时候,滴定管不能放入嘴里,可用橡胶球头。滴定后剩盐和溶液不应倒入排水系统。

## A. 取样

1. 应从完全熔化的盐浴槽中取样。绝对不能从凝固的盐取样,因为熔盐在凝固过程中成分会发生偏折,这样取样,分析结果是不准确的。
2. 取样后应尽快在研钵里碾碎。
3. 碎后的样品马上分析,否则应将样品保存在密封的干燥器里。

## B. 准备分析

- 1.用砝码检查天平的精度，精确称取最后碾碎的盐样 5 克并放入 250 毫升的容量瓶，样品须始终储存在干燥、无尘的地方。
- 2.容量瓶装入半瓶蒸馏水（IV），不断摇晃，直至样品完全溶解。
- 3.用量筒（V）添加 50~70 毫升溶液（VI）溶液里会形成白色沉淀。然后稀释到刻度位置上，并充分摇匀，一直等到白色沉淀物沉到瓶底。正常温度沉淀一般要 3 分钟，如果溶液很冷，白色冷凝物沉到瓶底需要 20 分钟，如果不等那么长时间，就会如 C 章 1 款说明，颜色就不能由红变成无色。
- 4.容量瓶里的溶液必须用波纹滤纸过滤到大烧瓶（容量瓶 500 毫升）。开始的溶液可用于洗涤依氏烧瓶，然后倒掉。
- 5.用带刻度的吸管精确吸取 25 毫升清澈透明溶液放入预先用蒸馏水彻底清洗的小型三角烧瓶（容量 300 毫升（IX））里。

### C. $\text{CN}^-$ 的测定

- 1.小烧瓶里的 25 毫升的溶液，用 50 毫升蒸馏水稀释，然后滴入大约 5 滴指示剂 1（X），盐溶液即会变成红色/紫色。用一只手摇烧瓶，同时小心滴加 B 溶液（XI），直到溶液变成无色。如果形成白色沉淀物，不是没有猛摇烧瓶，就是溶液 B 加入太快，这样就要重新滴定，否则测定值偏高。
- 2.消耗 B 溶液的毫升数量（该值称为“a”，以便后面计算），按附录一表 1，可取得  $\text{CN}^-$  的百分值。图 1 也是看消耗 B 溶液计算  $\text{CN}^-$  值。
- 3.如果颜色不能从色/紫色变成无色，这可归因于下述情况：
  - （a）在添加硝酸钙 A 溶液后没有等足够长的时间，使沉淀物变成结晶沉到瓶底。在过滤之前碳酸钙必须呈粗粒沉淀物沉淀在瓶底。
  - （b）硝酸钙 A 溶液添加不足，不能使碳酸盐全部沉淀。
  - （c）盐样被碱盐沉淀物（AB1 氧化盐）污染。这种污染的发生，可能是玻璃皿器在分析前没有彻底清洗，或者是盐样长期裸露存放在房间里，诸如 AB1 槽设备排风系统工作故障，盐样会污染。如果基盐 TF1（NJ-1）盐被硫污染，那么在氰化物滴定过程中，溶液会变成黄色或深褐色而不是无色。

### D. $\text{CNO}^-$ 的测定

- 1.在烧瓶无色溶液里，加入五滴指示剂 2（XII）指示剂，溶液即会变成黄色。滴定管不应添加而应立即用以上 B 溶液继续滴定，这时会有浓厚的沉淀物，颜色从黄色变成深褐色时，即达到滴定终点，B 溶液消耗的总毫升（以 0 毫升计算）称为“b”
2. $\text{CNO}^-$  值的计算如下：  
消耗“B”-2 倍的消耗“a”是从附录 1 表 2 和图 2 中取得值。

### E. 补充

关于分析次数和添加 REG1 还原剂，请参看有关操作说明。

### F. 溶液的成分的配制

A 溶液：硝酸钙 $[\text{Ca}(\text{NO}_3)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}]$  100 克，蒸馏水 900 毫升

B 溶液：硝酸银 $(\text{AgNO}_3)$  26.10 克，蒸馏水 1000 毫升

指示剂 1：酚酞 1 克，60%酒精 100 毫升

指示剂 2：铬酸钾 $(\text{K}_2\text{CrO}_3)$  5 克，蒸馏水 100 毫升

配制 B 溶液必须特别精确。蒸馏水必须是中性而且不含氯化物。

操作说明附录 1

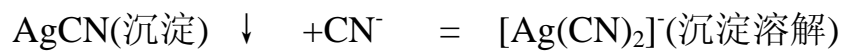
表 1: 按 B 溶液消耗 (a) 计算氰化物(CN<sup>-</sup>)的含量 (%)

B 溶液消耗量 (毫升)	% CN <sup>-</sup>	B 溶液消耗量 (毫升)	% CN <sup>-</sup>
0.1	0.16	2.6	4.16
0.2	0.32	2.7	4.32
0.3	0.48	2.8	4.48
0.4	0.64	2.9	4.63
0.5	0.80	3.0	4.80
0.6	0.96	3.1	4.96
0.7	1.12	3.2	5.12
0.8	1.28	3.3	5.28
0.9	1.41	3.4	5.44
1.0	1.60	3.5	5.60
1.1	1.76	3.6	5.76
1.2	1.92	3.7	5.92
1.3	2.08	3.8	6.08
1.4	2.21	3.9	6.24
1.5	2.40	4.0	6.40
1.6	2.56	4.1	6.56
1.7	2.72	4.2	6.72
1.8	2.88	4.3	6.88
1.9	3.01	4.4	7.04
2.0	3.20	4.5	7.20
2.1	3.36	4.6	7.36
2.2	3.52	4.7	7.52
2.3	3.68	4.8	7.68
2.4	3.81	4.9	7.84
2.5	4.00	5.0	8.00

表 2: 按 B 溶液消耗量 (“b” — 2 × “a” ) 计算氰酸根 (CNO<sup>-</sup>) 含量 (%)

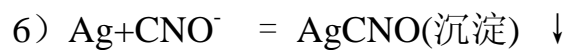
B 溶液耗量 (毫升) (b-2×a)	% 氰酸根 (CNO <sup>-</sup> )	B 溶液耗量 (毫升) (b-2×a)	% 氰酸根 (CNO <sup>-</sup> )
35	44.18	28.5	36.90
34.5	43.66	28	36.25
34	43.14	27.5	35.61
33.5	42.62	27	34.96
33	42.10	26.5	34.31
32.5	41.58	26	33.66
32	41.06	25.5	33.01
31.5	40.54	25	32.36
31	40.02	24.5	31.71
30.5	39.50	24	31.06
30	38.85	23.25	30.41
29.5	38.20	23	29.76
29	37.55	22	28.46

注明: 1. CN<sup>-</sup>% = 1.6 • a; CNO<sup>-</sup>% = 1.3 • (b-2 • a) — 0.14      30ml 以下之间  
 2. CN<sup>-</sup>% = 1.6 • a; CNO<sup>-</sup>% = 1.04 • (b-2 • a) + 7.78      30.5 ~ 35ml 之间  
 3. a 为第 1 次滴量; b 为总滴量



酚酞在酸性环境不显色，在碱性环境中显红色。变成无色表示银离子完全络合。

2a 为氰根的量。



$2\text{Ag}^+$  (稍过量) +  $\text{CrO}_4^{2-}$  (黄色) =  $\text{Ag}_2\text{CrO}_4 \downarrow$  (褐色) 指示终点，即氰酸根滴定完全

b-2a 就是氰酸根的量。