

第一章 煤炭分析

§ 1. 煤炭的工業分析

I、水 分

1. 风干水分：一切煤样不論其干湿程度如何，一經收到須立即測定其风干水分。將所收到之全部样品，在磨細60篩孔前，立即秤其重量，鋪置于10—15°C之干燥处所，待风干24小时，至每小时所失重量在0.1%为度，而后秤其重量。所失重量算得百分率为风干水分。

2. 真实水分：將測定风干水分后之煤样迅速磨細，經60篩孔篩过，作为試样。

精密秤取試样 1.0000 克于已秤重之 15 毫升秤量瓶中（連盖），启盖，置于烘箱中，保持溫度在105—110°C ($\pm 1^\circ\text{C}$) 烘干1小时，复盖，移入干燥器中，冷却后，連盖秤重。所失之重量为真实水分，算得百分率。

I、灰 分

精密秤取1.0000克試样放置于坩埚盖（將坩埚盖上之小柄打掉，以便平放爐內）內，再放入馬弗爐中，以微火灼烧之。开始时溫度切不可过高，以防揮发物冲出而受損失。逐漸升高溫度，待揮发物烧去后，繼續升高溫度 800°C ($\pm 20^\circ\text{C}$)，时常用白金絲或鎳鉻絲攪拌，以促其燃烧，至灰烬中无黑色斑点，而重量不变时为止。移入干燥器中，冷却后秤重，算成百分率。

注：溫度不可过高，如有低鉄易氧化生成高鉄，影响結果。一般灼烧时如发现秤重增加，即为氧化之証，則以前次之秤重，計算之。

$$\text{灰分}\% = \frac{\text{灼烧后之灰重(克)} \times 100}{\text{試样重(克)}}$$

III、揮 发 物

准确称取試样1.0000克置于已知重量的測定揮发物坩堝中；將馬弗爐燒至850℃時，把坩堝送入馬弗爐內，在此溫度下灼燒七分鐘（焦炭九分鐘）取出后，放在干燥器中，冷至室溫，稱其重量。所失去的重量為水分與揮发之和。再減去水分，算成百分率。

$$\text{揮发物}\% = \frac{(\text{試样重} + \text{坩重}) - (\text{灼烧后残余重} + \text{坩重}) - \text{水分}}{\text{試样重}} \times 100$$

IV、固 定 碳

自100減去已測得水分，灰分，揮发物百分數，余為固定碳含量。

$$\text{固定碳}\% = 100 - (\text{水分}\% + \text{揮发物}\% + \text{灰分}\%)$$

注：工厂試驗中一般固定碳%可不減去硫磺%。

〔附注〕

1. 本法适用于厂矿快速分析。如欲測定煤炭灰中之化学成分，如 SiO_2 ， CaO ， Fe_2O_3 ，其分析方法同耐火土之分析（詳見第五章）。

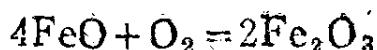
2. 水分一般只作真实水分。

3. 灰分为煤炭燃烧时不能燃烧之矿物质。此种矿物质多半为矽酸盐（主要为粘土）及黃鉄矿。当煤燃烧时，其中之矿物质如碳酸盐、硫酸盐、黃鉄矿均能分解，結果造成灰分重量的降低。但也有一部分氧化（如氧化低鉄等）而增重。

当在大气中以灼烧法測定灰分时，其反应如下：

（1）矽酸盐失去自己的結晶水和結合水。

（2）氧化低鉄变为氧化高鉄

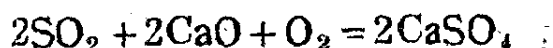


(3) 碳酸盐分解放出 CO_2

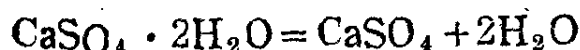


(4) 黄铁矿被氧化成为氧化铁，放出 SO_2

(5) 二氧化硫与氧化钙及氧结合：



(6) 硫酸钙失去自己的结晶水



(7) 碱金属的盐类，如氯化物，碳酸盐等，都部分发生分解而挥发；或者不分解而挥发。

4. 煤中成分之一般符号表示如下：

(1) 水分：

W^a 或 W_a ——分析样品中水分含量。

W^p ——水分的总含量，即原始水分。

$W_{\text{вн}}$ ——样品在试验前在空气中所失之水分。

W ——为英文 Water 之字首，为 Water 之简写。

a ——为俄文 аналитический 之字首。

p ——为俄文 рабочий 之字首。

общ ——为俄文 общий 之缩写。

вн ——为俄文 внешний 之缩写。

(2) 灰分：

A^p 或 A_p ——原始样品中灰分含量百分数。

A^a 或 A_a ——分析用样品中灰分含量百分数。

A^o 或 A_o ——干燥样品中灰分含量百分数。

A ——为英文 ash 之字首。 p ， a 之缩写与水分一项中之缩写相同。

C ——为俄文 СУХОЙ 之字首。

(3) 挥发物：

V ——挥发物（有时以符号 V.M. 表示，为英文 volatile 及

matter之縮写)。

V_r ——原样中挥发物含量百分数。

V_a ——分析样品中挥发物含量百分数。

V_c ——干样中挥发物含量百分数。

V_r ——煤的可燃体中挥发物含量百分数。

(亦即挥发物排出量对于煤中可燃物重量之产率)。

P, a, C 同上縮写。

r ——为俄文 *горючий* 之字首。

如将分析样品中挥发物含量百分数折算为煤的可燃体中挥发物含量百分数，其計算如下式：

$$V_r = V_a \times \frac{100}{100 - W_a - A_a} \%$$

(4) 硫磺：

S ——为英文 *Sulfur* 之字首

S^c ——干样中硫磺含量百分数。

S^a ——分析样中硫磺含量百分数。

S^p ——原始样中硫磺含量百分数。

$$S_{\text{общ}} = S_{\text{пир}} + S_{\text{орг}} + S_{\text{сульф}}$$

$S_{\text{общ}}$ ——全硫。

$S_{\text{пир}}$ ——硫化鉄中之硫。

$S_{\text{орг}}$ ——有机物中之硫。

$S_{\text{сульф}}$ ——硫酸盐中之硫。

Пир. ——为俄文 *ПИРИТ* 之縮写。

орг. ——为俄文 *органический* 之縮写。

сульф. ——为俄文 *сульфат* 之縮写。

V、硫磺測定

(一) 艾士加法 (*Eschka method*)

1. 应用試剂：

(1) Eschka 混合剂: 混合 MgO 二份与无水 Na_2CO_3 一份, 經 100 篩孔之篩, 篩过。

(2) 溴水: 饱和溴水。

(3) 氯化鋇溶液: 10% BaCl_2 溶液。

2. 分析步驟:

准确称取 1.373 克試样于鎔或磁坩堝中, 加入 3 克 Eschka 混合剂, 用鉑絲攪拌, 混合, 其上再复以 1 克 Eschka 試剂盖以盖, 置微火上燒 15 分鐘, 漸漸升高溫度 (务須逐漸升高, 以防揮发物冲出而遭損失)。而后移去灯火, 启去盖子, 用鉑絲攪拌; 再加火灼燒, 时时攪拌, 至炭質完全燒去, 絕无黑色斑点为止, 靜置待其冷却。將坩堝及內熔物 (实际并非熔化) 移入 250 毫升燒杯中, 加入热水 100 毫升, 微火加热半小时, 洗出坩堝, 靜置待澄清, 以傾濾法濾出上部之清彻溶液于 400 毫升燒杯中, 再加热 50 毫升于不溶物杯中, 稍煮片刻, 再行濾出清液。如上重复洗煮, 最后將全部不溶物洗入濾紙中, 用热水冲洗 5 次, 此时濾液約为 250 毫升。加溴水 10 毫升于所得濾液中, 漸漸加入盐酸酸化之

(酸化时須用表面玻璃作盖, 加入須緩, 以防气泡发生, 溅出溶液而遭損失)。煮沸以除去过量之 Br_2 , 至滴入甲基橙指示剂, 溶液呈紅色不退始可 (如有 Br_2 存在, 即將指示剂氧化, 紅色保持不住)。加 NH_4OH 溶液至溶液恰呈中性, 然后加 2 毫升 0.5N 之 HCl , 緩緩加入 10 毫升 10% 之 BaCl_2 溶液, 同时不断攪拌, 煮沸 15 分鐘, 置溫热处数小时 (或放置过夜) 待 BaSO_4 沉淀全部沉底。

用无灰濾紙濾出 BaSO_4 沉淀, 以热水洗滌至无氯化物为度。將濾紙及沉淀放于已秤重之坩堝中, 烘干, 微火燒去濾紙炭質, 灼燒至重量不变, 冷后秤其重 (如得 BaSO_4 不甚洁白, 可加浓 HNO_3 及 H_2SO_4 数滴, 蒸干, 重燒之)。根据 BaSO_4 之重, 計算 S 之百分率。

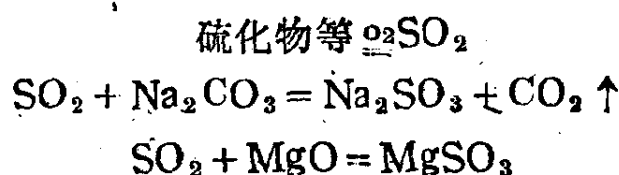
$$S\% = \frac{\text{BaSO}_4 \text{ 重量} \times 0.1373}{\text{样品重量}} \times 100$$

0.1373——將 BaSO_4 折算為 S 之因數。

3. 反應式：

(1) 熔融煤樣：硫在煤中以有機硫，硫化物等形態存在，當以艾士加混合劑熔融時，硫化物氧化生成二氧化硫，立即與 Na_2CO_3 及 MgO 化合生成亞硫酸鈉及亞硫酸鎂。

反應如下：



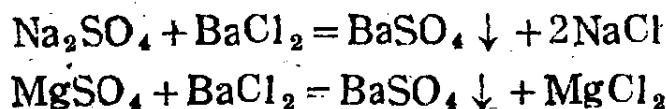
混合劑中 MgO 之作用，為防止 Na_2CO_3 之熔化，如果 Na_2CO_3 熔化成一塊，則空氣不能進入煤樣中，煤樣生成之氣體也不能逸出。

Na_2SO_3 及 MgSO_3 可進一步氧化成為硫酸鹽。

(2) 以熱水浸提： Na_2SO_3 、 MgSO_3 、 Na_2SO_4 、 MgSO_4 等鹽類，全部轉溶於水中。

(3) 加鹽酸酸化，並以溴水氧化，則將亞硫酸鹽全部氧化為硫酸鹽。

(4) 以 BaCl_2 沉淀時，生成白色硫酸鋇沉淀。



4. 注意點：

(1) 估計含硫量在 4 % 以下時，稱取 1 克試樣，含硫量在 4 % 以上時，稱取 0.5 克試樣。

(2) 樣品要與艾士加試劑充分拌均，以利吸收化合。

(3) 為了防止試劑及操作時帶入硫化物之誤差，必須同時作空白試驗。

(4) 混合試劑可以替換；如氧化鎂可用二氧化錳，高錳酸鉀或氧化鋅代替。碳酸鈉可用碳酸鉀代替，但各成分比例不變。使用高錳酸鉀灼燒時要特別注意安全。

(5) 煤是否燃烧完全可由坩埚中内溶物颜色决定，一般烧好之颜色：为灰色、黄色、或灰红色。试样移于水中后，如发现黑色漂浮物，为煤样燃烧不完全之证，需重新另作。

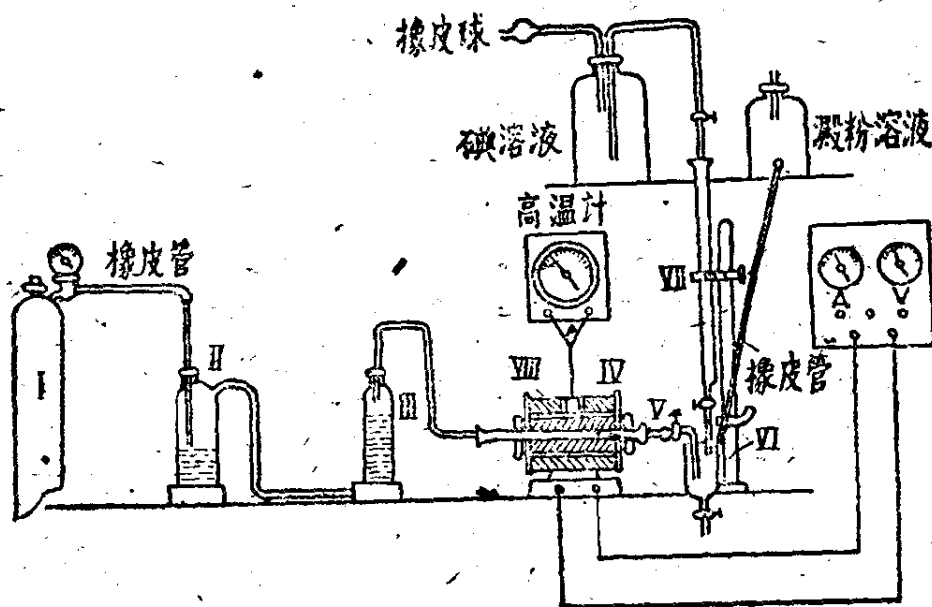
(6) 盐酸加入量，要遵守操作，不要多加，以避免增加硫酸钡之溶解度。

(7) 煤中硫之测定法有用“氧弹法”者。即利用测煤发热量之仪器主件(氧弹)。将煤在其中燃烧，生成硫酸；同此法沉淀为硫酸钡测定之。或将氧弹中之硫酸洗出后，加入过量之 BaCl_2 溶液，使生成 BaSO_4 沉淀。过量之 BaCl_2 再以 Na_2SO_4 标准溶液滴定，以玫瑰红酸钠 ($\text{Na}_2\text{C}_6\text{O}_6$) 作指示剂。

(二) 燃烧法 (碘滴定法)

1. 仪器及应用试剂：

甲、仪器



燃烧法定硫装置图

乙、试剂：(1) 碘溶液：以标准煤样标定，标定方法同分析方法。

(2) 淀粉溶液：

(同第二章铁矿分析中硫之分析)。

2. 分析方法:

当爐溫达 700—850°C 时将燃烧管用塞塞住，加淀粉吸收液 60 毫升于吸收器中，輸入氧气，用滴定管滴加碘标准溶液数滴至溶液呈淡蓝色。繼續輸入少量氧气将盛有 0.1 克样品之磁船置于磁管高溫处（管中預先放入一些氧气），然后徐徐通入氧气，当由燃烧管中进入吸收器中之气体开始使吸收器中下层溶液褪色时，即由滴管中滴加碘溶液，保持溶液蓝色不消失。当吸收器中溶液褪色較緩时，应以較緩速度将碘溶液滴入，使溶液之淡蓝色能保持不变，并与燃烧前色泽深度相同。然后繼續輸氧半分鐘，燃烧完后，記下滴定毫升数，用鉤将磁船鉤出。

計算:

$$S\% = \frac{\text{碘标液毫升数} \times 1 \text{ 毫升碘标液相当 S 之克数}}{\text{試样重 (克)}} \times 100$$

注：标准煤样可用艾士加法測定其含硫量。

3. 注意点:

(1) 預先加入氧气，为防吸收液吸回燃烧管中，易引起爆炸。初作此試驗者，可将煤样压成硬餅，称重后，放入管中燃烧，由于其燃烧緩慢，可减少回吸現象。

(2) 燃烧溫度不可过高，过高易炸。

(3) 样品放入后因反应剧烈可能产生爆鳴，但不影响試驗，样品放入后应及时将塞塞住。

(4) 使用之助燃气体用氧气及空气均可。

(5) 其它注意点同鉄矿分析中硫之分析。

(6) 硫在煤中以三种状态存在，即硫化鉄，有机化合物和硫酸盐。当煤样燃烧时，硫化鉄及有机硫均变成二氧化硫，与碘作用 ($\text{SO}_2 + \text{H}_2\text{O} + \text{I}_2 = \text{H}_2\text{SO}_4 + 2\text{HI}$) 但硫酸鉄仍残留灰分中。因此用本法所测出之硫并非全硫，但因硫酸盐一般含量不大，所以在一般工业分析中可不考虑。

§ 2. 煤發熱量的測定

發熱量：單位重量的燃料完全燃燒時，所放出的熱量，稱為燃料的發熱量。

1. 儀器及裝制：

煤發熱量的測定（圖1）。

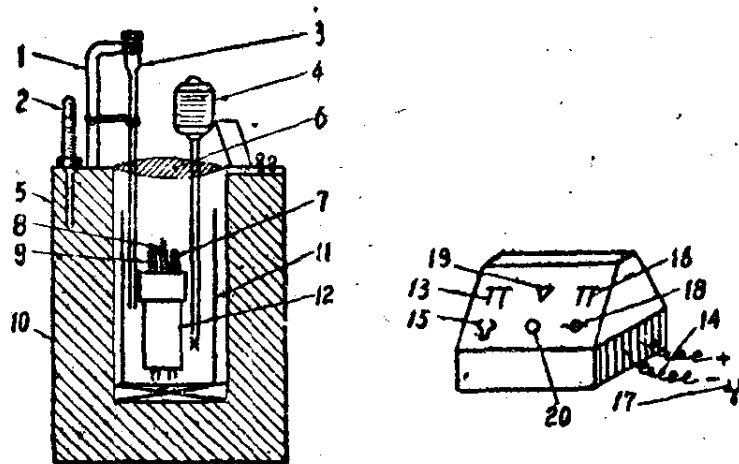


圖 1 煤發熱量的測定

1—活動架；2—水套溫度計；3—別克曼溫度計；4—馬達；5—水套；
6—蓋子；7—放氣塞；8—導火極；9—進氣塞；10—水套；11—水桶；
12—燃燒彈；13—馬達；14—導線；15—電開關；16—炸彈；17—電源；
18—可變電鈕；19—指示燈；20—調節器

煤發熱量的測定（圖2）。

（1）燃燒彈及燃燒皿：其表面必須光滑，具有不受酸或不受其它燃燒生成物作用的物質。

（2）水桶：內中盛水以吸收樣品燃燒所放出之熱量，其水桶內、外表面應鍍鎳（或不受酸鹼浸蝕者），具有高度光澤，這樣可使輻射熱減少到最低限度，同時該水桶的橫斷面以橢圓形為佳。

（3）攪拌器：安裝在水套之上，其攪拌棒插在水桶內，用

以攪勻彈內放出熱量傳給水的熱。同時旋轉。速度勿使太快或太慢（普通每分鐘150—250轉），攪拌的速度調整詳見注意點。

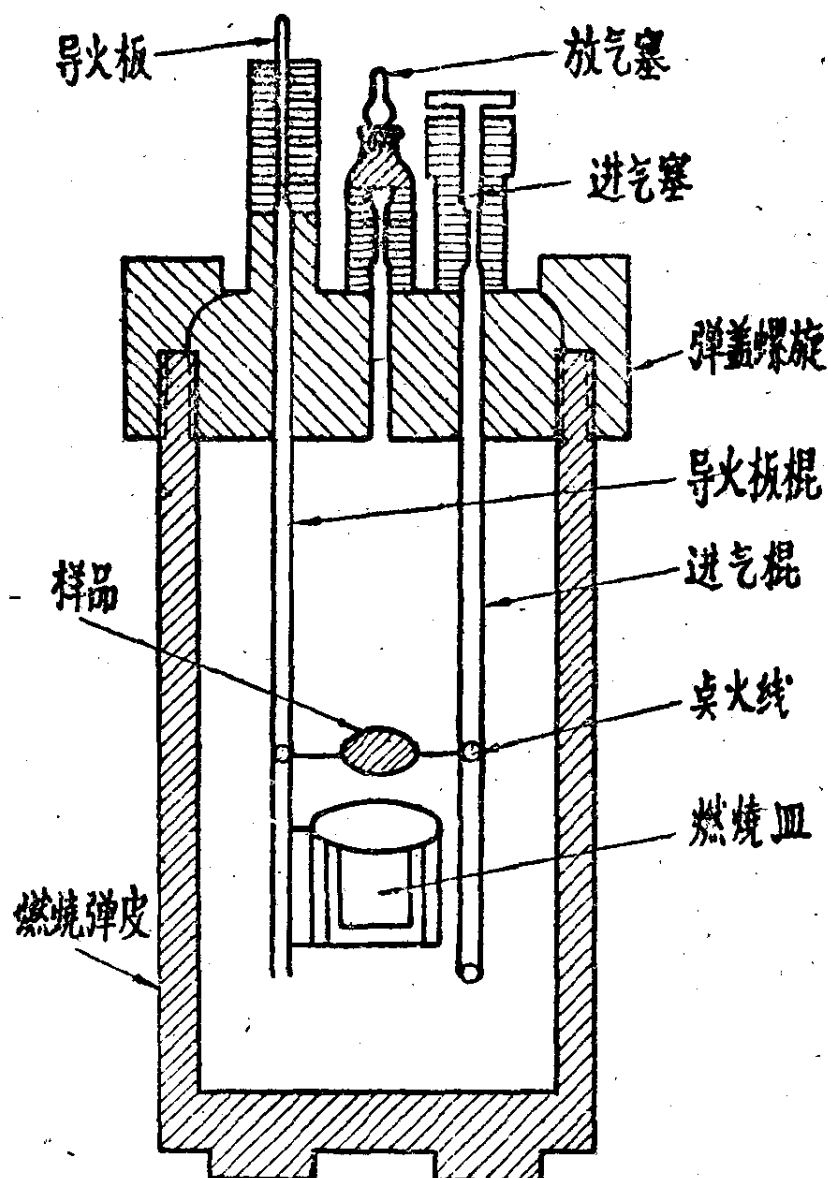


圖 2 煤熱量測定

(4) 熱量計水套：水套內貯滿水、(最好使用蒸餾水)，水套上加蓋，阻止空氣流動。水套內所貯之水應接近室溫 $\pm 2^{\circ}\text{C}$ ，並以攪拌器攪拌之。

(5) 溫度計：(別克曼式) 用以測量樣品燒燃所放出的熱

量。此溫度計每一刻度为 0.01°C (并应按时校正)。附有放大鏡，借此精确讀取 0.001°C 。

(6) 燃烧彈：內盛样品及打入足量 (注) 氧气。

(7) 燃烧絲：或称导火綫，通常用为 10—15 公分长度 (直径为 0.5 毫米)。

(8) 氧气筒：須装有氧气表，用以控制打入燃烧彈內氧气压力。无氧气表禁止使用。

以上所用之仪器必須随时清洁，必須遵照注意点使用，按图 1 和图 2 装制。

2. 热量計之水当量的測定和計算：

測定水当量的目的，是校正热量計仪器是否准确，以保証准确計算煤炭的发热量。应用已知发热量安息香酸做成小餅 (样品形式) 来測定，若热量环境和溫度有較大变異，則应重新測定水当量，一般每三个月測定一次。

称取标准安息香酸 ($\text{C}_6\text{H}_5\text{COOH}$) 0.8—1.5 克，压成餅 (用压餅器)，准确称量 (同煤之測定方法)，作 5 次以上的試驗，平均其結果；并应計算，溶解水中 HNO_3 之溶解热，和形成热的补正，用酚酞作指示剂，用 0.1N 氢氧化鈉标准液滴定。

計算：

$$K = \frac{6229a + \sum q_b + 1.43C}{[(t_a + h) - (t_o + h_o) + \Delta t] H}$$

式中 K ——所求水当量。

a ——标准安息香酸之重量 (克)。

$\sum q_b$ ——点火絲的燃烧热之总和 (卡)。

1.43 ——0.1N NaOH 1 毫升相当于 1.43 (卡)。

C ——0.1N NaOH 所消耗的毫升数。

t_a ——主要阶段最后溫度， $^{\circ}\text{C}$ 。

h ——当 t_a 时，別克曼溫度計讀数的校正值， $^{\circ}\text{C}$ 。

t_o ——主要阶段的最初溫度， $^{\circ}\text{C}$ 。

h_0 ——当 t_0 时，别克曼温度计讀数的校正值， $^{\circ}\text{C}$ 。

Δt ——按公式(1)〔見22頁〕所算出的輻射校正。

H ——当用别克曼温度计作实验时的度数値。

3. 煤发热量测定的操作方法：

先将水桶用布輕輕擦淨，再准确量取2000克的水，放进水套內（見图1），此时注意水桶內水与水套內所貯入水的溫度相差不得超过 $\pm 2^{\circ}\text{C}$ ，再将压成煤餅（样品）連同点火綫两端，分別栓在导火极棍和进气棍上，并在导火綫的棍上的下部装一小皿（备接收样品燃烧后产物用），此时加入燃烧彈內1毫升水，再将螺旋盖紧紧擰于燃烧彈上，打开进气塞旋轉紧放气塞，将氧气筒內氧气打入25—30气压，然后放进水桶內，再将别克曼温度计卡紧于活动架上（見图1），将放大鏡对准于溫度計上，将燃烧彈导火极連接与电极头上，并将水套盖子盖紧，然后开始攪拌，此时注意攪拌器之轉数，并注意不准攪拌棍碰撞在水桶和燃烧彈上。这样攪拌三分鐘，开始記溫度。在燃烧样品过程中共分三个时期。

（1）前期：所謂前期，即是观察热量計与周围的空气，在点火前的情况下溫度的变化（在記讀数前，先讓攪拌器攪拌三分鐘）。然后每分鐘讀数一次記下溫度，最后記錄的周期为5分鐘；記錄精确度为 0.001°C 。在前期最后一次的溫度記下后，然后通电子燃烧彈中，燃烧1~2秒鐘，拉开可变电鈕。

（2）主期：所謂主期即是样品在燃烧彈已进行燃烧，同时热量計系統溫度很快上升。在主期中每半分鐘記讀数一次（溫度），至热量計系統內溫度不再上升，再讀数三次。最后三次，如溫度无变化，即轉为末期。

（3）末期：所謂末期即是观察燃烧后热量損失的情况。如果溫度在10个半分鐘以后，沒有改变，就停止記錄，这个不变阶段即为末期終了。在正常的情况下，一般为8—13个半分鐘。

試驗完了，將燃燒彈從水桶中取出，慢慢將出氣口打開，釋放殘余的壓力。再將燃燒彈的螺旋蓋打開，仔細檢查是否燃燒完全，如發現有煤煙及尚未燃燒的部分，則應按上述方法重作。從電極棍上和進氣棍上拆下殘余的點火綫，結合在一起，量一量總長度（以厘米為單位），以備計算燃燒所發出的熱量的校正值。

另在燃燒后的樣品中可以定硫：其方法：即是將燃燒彈的螺旋蓋打開，將燃燒殘物和小皿取出，用水洗滌燃燒彈內部，洗于500毫升燒杯內，以備定硫。再將燃燒彈及內筒擦潔，備做另一樣品的試驗。

4. 計算：

$$Q_0^s = \frac{KH[(t_n + h) - (t_0 + h_0) \pm \Delta t]}{a} - \sum q_b$$

式中 Q_0^s ——根據燃燒彈所測出之發熱量，卡/克。

K ——熱量計水當量，卡。

t_n ——點火后溫度的讀數， $^{\circ}\text{C}$ 。

h ——溫度計的修正值， $^{\circ}\text{C}$ 。

t_0 ——點火前溫度， $^{\circ}\text{C}$ 。

h_0 —— t_0 溫度計的修正值， $^{\circ}\text{C}$ 。

H ——別克曼溫度計示度補正系數。

q ——點火綫的發熱量，卡。

b ——點火綫的重量，克。

a ——試樣之重，克。

$\sum q_b$ ——點火綫總燃燒熱量，卡。

$$\Delta t = \frac{V + V_1}{2} \times M + V_1 r \quad (\text{公式 I})$$

式中 r ——燃燒前期半分鐘之數目（溫度緩升 $<0.3^{\circ}\text{C}$ ）。

V ——燃燒前期每半分鐘溫度上升平均率。

V_1 ——燃燒末期每分鐘溫度下降平均率。

M ——燃燒主期半分鐘之數目（溫度速升 $>0.3^{\circ}\text{C}$ ）。

Δt ——辐射及传导热之补正。

5. 计算示例：

$$K=2384 \quad q=1600 \text{卡/克} \quad b=0.00652 \text{克}$$

$$h=0.011^\circ\text{C} \quad H=1 \quad M=3 \quad t_0=18.304^\circ\text{C}$$

$$r=7 \quad h_0=+0.0030^\circ\text{C} \quad a=0.8167 \text{克} \quad t_n=20.052^\circ\text{C}$$

前 期		主 期		末 期	
时 間	温 度	时 間	温 度	时 間	温 度
0	18.283	11	18.304	22	20.527
1		12	18.510	23	
2	18.287	13	18.550	24	20.524
3		14	20.100	25	
4	18.291	15	20.310	26	20.521
5		16	20.420	27	
6	18.295	17	20.503	28	20.518
7		18	20.528	29	
8	18.300	19	20.525	30	20.517
9		20	20.528	31	
10	18.304	21	20.528	32	20.512

$$V = \frac{18.283 - 18.304}{10} = -0.0021^\circ\text{C}$$

$$V_1 = \frac{20.527 - 20.512}{10} = +0.0015^\circ\text{C}$$

$$\Delta t = \frac{(-0.0021) + (+0.0015)}{2} \times 3 + (0.0015 \times 7) = 0.0096$$

$$Q_0' = \frac{2384 [(20.528 + 0.011) - (18.304 + 0.030) + 0.0096]}{0.8167}$$

$$\frac{-(1600 \times 0.00352)}{0.8167} = 6160 \text{卡/克}$$

6. 注意点：

(1) 氧气筒使用遵照安全使用氧气规章，向燃烧弹打入25~30气压的氧气。

(2) 水桶内的水温必须调节与水套之水温度相差 $\pm 2^\circ\text{C}$ 之

內。

(3) 試驗完畢後須將各部使用零件輕輕擦淨，不准帶一點油跡或可燃性的物質。

(4) 記溫度讀數要精確為 0.001°C (可借放大鏡讀數)。

(5) 為保持水套內之水溫不易變更，于水套外可套一棉套或絕冷、絕熱的套子。

(6) 安全使用電源，細心檢查電路。

(7) 為確保樣品得到充分燃燒須按照操作方法打入足量壓力的氧氣。

(8) 點火綫兩端，應分別緊緊擰接于電極棍及進氣棍上(不准鬆弛，避免導電不良)。

(9) 攪拌棒之攪拌速度，校正方法如下：

觀察熱量計，當溫度調節與水套溫度相等時，然後令攪拌器轉動10分鐘，如熱量計溫度在此時期內又大于 0.01°C ，即是攪拌速度太快，應立即調慢轉動速度。溫度測量應以精確至 0.01°C 之溫度計測量。

7. 附注：

本法所測之發熱量，為1克燃料在測熱計中燃燒時所放出的熱量，因對酸的生成不加以校正，則稱為測熱彈的發熱量，以 Q_0 表示之。若對酸的生成熱和溶於水時的溶解熱加以校正，則稱之為高發熱量，以 Q_H 表示之，計算式如下：

$$Q_B = Q_0 - 1.43c - 22.5S, \text{卡/克。}$$

低發熱量以 Q_H 表示，計算式如下：

$$Q_H = Q_B - 6(W + 9H) \text{ 卡/克。}$$

一般工廠分析只測定燃燒彈發熱量，高、低發熱量之測定可參看“動力燃料分析”(電力工業出版社出版，1957年)一書。

第二章 鉄矿分析

§ 1. 二氧化矽的測定

1. 試剂:

(1) 动物胶溶液, 0.1%。

(2) 盐酸, 1.19。

(3) 盐酸, 5:95。

2. 分析方法:

称取試样 0.5 克, 放在鉑坩堝盖上, 以无水碳酸鈉 0.3 克混合均匀, 将坩堝及盖放入預热至 1000°C 之馬弗爐內, 灼烧 50—70 秒鐘, 此时应严格控制爐溫及灼烧時間, 然后将半熔融物移入蒸发皿中, 洗淨坩堝盖, 加盐酸 (1.19) 15 毫升, 加热溶解, 将溶液浓缩至 6—8 毫升, 加动物胶 (0.1%) 10 毫升, 放置 1—2 分鐘后, 加入 20 毫升热水并仔細攪拌 5 分鐘, 在 $60—70^{\circ}\text{C}$ 保持 2—3 分鐘, 用热水洗滌表面皿及蒸发皿之內壁, 然后用中等濾紙过滤, 用热盐酸溶液 (5:95) 洗滌至无鉄离子为止, 再用热水洗滌 3—4 次, 将濾紙同沉淀置于坩堝中放在馬弗爐內, 低溫灰化濾紙, 在 $950—1000^{\circ}\text{C}$ 溫度下灼烧 30—40 分鐘, 冷却称重。

計算:

$$\text{SiO}_2\% = \frac{A}{g} \times 100$$

式中 A——沉淀之重量 (克)。

g——試样之重 (克)。

3. 分析原理:

(1) 动物胶及矽酸两种悬胶体, 带相反电荷互相中和, 沉淀下降。

(2) 动物胶与矽酸均为亲水悬胶体, 但动物胶吸水能力大

于矽酸，将矽酸中之水分子吸出使矽酸脱水。

4. 注意点：

(1) 加入动物胶必须小心仔细搅拌，使蒸发皿内溶物全部与动物胶接触。

(2) 为节约铂，可用磁坩埚代替。即将灼烧于900—1000°C灼烧过之氧化镁，放在磁坩埚中，并压紧，达坩埚之深度的 $\frac{2}{3}$ 处。表面铺一层滤纸，然后将混好之样品放在滤纸上，进行灼烧熔融。熔好后，将熔块小心取出（避免带入大量氧化镁），以盐酸溶解按上述方法进行二氧化矽之测定。

§ 2. 全铁的测定

1. 试剂：

(1) 饱和氯化汞溶液。

(2) 氯化亚锡溶液：称取氯化亚锡 60 克于 600 毫升盐酸 (1.19) 中溶解后，加入水稀释至 1000 毫升（加纯锡粒以防氧化）。

(3) 二苯胺指示剂：1%。称 1 克二苯胺指示剂溶于 100 毫升浓硫酸中。

(4) 盐酸，1.19。

(5) 二苯胺磺酸钠指示剂：配制 0.8% 之水溶液。

(6) 稀硫酸，1:4。

(7) 硫磷混合酸溶液：将硫酸 (1.84) 150 毫升慢慢加入 700 毫升水中再加入磷酸 (1.70) 150 毫升。

(8) 重铬酸钾标准溶液：0.1 N。取经二次结晶并研细，且在 150—170°C 烘干 1 小时的 $K_2Cr_2O_7$ 4.9035 克溶于水稀释至 1000 毫升。此溶液为测定铁而制备当量浓度恰为 0.1000 N。标定时或用标准铁矿标定之亦可。

2. 分析方法：