

649.6
627

材料化學分析方法

第一機械工業部
上海綜合工業試驗所編著



機械工業出版社

1955

出版者的話

本書是第一機械工業部上海綜合工業試驗所根據全國鋼鐵理化檢驗委員會制定的鋼鐵及鐵合金的化學分析方法，參考了蘇聯的資料並綜合該所業務上應用的經驗編寫而成。

全書共分上下兩篇，上篇主要內容是全國鋼鐵理化檢驗委員會制定的鋼鐵及鐵合金的化學分析方法。下篇分八部分：第一部分是鋼鐵光電比色法；第二部分是半定量光譜檢定法及鋼鐵快速分析法；第三部分是鐵合金的快速分析法；第四及第五部分是有色金屬的極譜分析及光電比色法；第六部分是砂和石英分析法，第七部分是煤焦分析法；第八部分是鍋爐水分析法。

本書適用於機械工業、冶金工業的化驗人員參考，也可供專門學校學習材料化學分析之參考。

書號 0748

1955年5月第一版 1955年5月第一版第一次印刷

787×1092¹/₁₈ 字數 301 千字 印張 13¹/₉ 0,001— 3,100 冊

機械工業出版社(北京歷甲廠 17 號)出版

機械工業出版社印刷廠印刷 新華書店發行

北京市書刊出版業營業許可證出字第 008 號

定價(8) 2.00 元

原 序

本書上篇內容，係全國鋼鐵理化檢驗委員會制定的鋼鐵及鐵合金的化學分析方法。經我所業務上應用，間或發現有印刷錯誤處，已予修正。

本書下篇內容，係材料的快速分析法，適合於一般機器工廠檢驗材料之用。其第一部分為鋼鐵光電比色法。內容係全國鋼鐵理化檢驗委員會方法。這些方法，經我所業務上應用數年，偶有修正處。附錄中用化學試劑代替標準鋼樣繪製光電比色標準曲線的試驗報告，證實了試劑曲線與標準鋼樣曲線是相符的。這可以增強試驗工作者對於使用試劑曲線的信心。第二部分，為半定量光譜檢定法及鋼鐵快速分析法。半定量光譜檢定所用之設備為金屬光譜儀又名看譜鏡，用途很廣，在熱處理車間、機械加工車間及裝配車間、成品、半成品及儲料的分類檢定以及直接在儲料場對原料及廢料之分析，都能應用。鋼鐵的快速分析法內容，基本上仍是第一部分的鋼鐵的光電比色法，經簡化修改，初步確定了操作時間，方法迅速，合乎爐邊分析之用。第三部分，為鐵合金之快速分析法。內容僅有矽鐵與錳鐵兩種。第四及第五部分，為有色金屬的極譜分析及光電比色方法。這些先進的儀器分析方法，因其迅速，應用在有色金屬的定量是很適宜的，但仍需補充以其他化學分析方法。其餘部分，為砂和石英分析法，煤焦分析法及鍋爐水分析法，均係蘇聯工廠常用的化驗方法。

第一機械工業部

上海綜合工業試驗所

1954年9月

目次

上篇

第一部分 普通鋼鐵之化學分析法.....	7
一 一般之規定(7)——二 總碳量之檢定(7)——三 石墨量之檢定(9)——四 硫量之檢定(10)——五 磷量之檢定(13)——六 矽量之檢定(15)——七 錳量之檢定(17)	
第二部分 合金鋼鐵之化學分析法.....	19
一 一般之規定(19)——二 碳、硫、矽量之檢定(19)——三 磷量之檢定(19)——四 錳量之檢定(23)——五 鎢量之檢定(27)——六 鉻量之檢定(30)——七 鈳量之檢定(33)——八 鎳量之檢定(34)——九 鈷量之檢定(37)——十 鉬量之檢定(39)——十一 銅量之檢定(41)——十二 鈦量之檢定(42)——十三 鉛量之檢定(44)——十四 砷量之檢定(46)——十五 銻量之檢定(48)	
第三部分 鐵合金之化學分析法.....	50
一 一般之規定(50)——二 碳量之檢定(50)——三 硫量之檢定(50)——四 錳鐵中錳量之檢定(52)——五 錳鐵中磷量之檢定(54)——六 錳鐵中矽量之檢定(55)——七 矽鐵中矽量之檢定(56)——八 矽鐵中錳量之檢定(57)——九 矽鐵中磷量之檢定(58)——十 矽鐵中鉻量之檢定(60)——十一 矽錳中錳量之檢定(61)——十二 矽錳中矽量之檢定(62)——十三 矽錳中磷量之檢定(62)——十四 鉻鐵中鉻量之檢定(63)——十五 鉻鐵中錳量之檢定(65)——十六 鉻鐵中磷量之檢定(66)——十七 鉻鐵中矽量之檢定(67)——十八 鉻鐵中鎳量之檢定(69)——十九 鎢鐵中鎢量之檢定(70)——二十 鎢鐵中錳量之檢定(71)——二十一 鎢鐵中磷量之檢定(72)——二十二 鎢鐵中矽量之檢定(73)——二十三 鎢鐵中銅、鋁及錫量之檢定(74)——二十四 鈳鐵中鈳量之檢定(78)——二十五 鈳鐵中磷量之檢定(79)——二十六 鈳鐵中矽量之檢定(80)——二十七 鈳鐵中鉛量之檢定(80)——二十八 鉬鐵中鉬量之檢定(82)——二十九 鉬鐵中磷量之檢定(83)——三十 鉬鐵中矽量之檢定(84)——三十一 鉬鐵中銅量之檢定(84)——三十二 鈦鐵中鈦量之檢定(86)——三十三 鈦鐵中磷量之檢定(88)——三十四 鈦鐵中矽量之檢定(89)——三十五 鈦鐵中鉛量之檢定(89)——三十六 鈦鐵中銅量之檢定(91)	

下篇

第一部分 鋼鐵光電比色法.....	92
一 光電比色計儀器說明(92)——二 一般之規定(95)——三 硫量之檢定(96)——四 矽量之檢定(97)——五 磷量之檢定(99)——六 錳量之檢定(101)——七 鎢量之檢定(102)——八 鉻量之檢定(103)——九 鎳量之檢定(104)——十 鈷量之檢定(105)——十一 鉬量之檢定(106)——十二 銅量之檢定(108)——十三 銻量之檢定(110)	
附錄 用化學試劑代替標準鋼樣繪製光電比色標準曲線之試驗報告.....	112
一 矽量之檢定(112)——二 磷量之檢定(115)——三 鉻量之檢定(115)——四 鎳量之檢定(118)——五 鉬量之檢定(123)——六 銅量之檢定(125)——七 銻量之檢定(128)——八 鎢量之檢定(130)	

第二部分 鋼鐵快速分析法	134
半定量光譜檢定法	
一 光譜化學分析之基本原理(134)——二 金屬光譜儀之說明(136)——三 測定方法(139)	
附錄	141
一 金屬光譜儀裝配線路圖(141)——二 金屬光譜儀色散曲線(142)——三 鋼鐵光譜分析譜線圖(甲,乙)(143,144)	
快速分析法	
一 碳、硫量之檢定(145)——二 矽量之檢定(145)——三 磷量之檢定(145)——四 錳量之檢定(147)——五 鉻量之檢定(148)——六 鈳量之檢定(149)——七 鎳量之檢定(150)——八 鉍量之檢定(151)——九 鎢量之檢定(152)——十 鈷量之檢定(152)——十一 銅量之檢定(152)——十二 鎂量之檢定(152)	
附錄 快速分析所需時間參考表	153
第三部分 鐵合金之快速分析法	154
一 錳鐵中錳量之檢定(154)——二 錳鐵中矽之光電比色分析法(155)——三 錳鐵中磷之光電比色分析法(155)——四 矽鐵中矽量之檢定(156)——五 矽鐵中錳量之檢定(157)	
第四部分 有色金屬極譜分析法	158
一 極譜分析法之一般原理(158)——二 極譜儀使用法(165)——三 金屬鋅中雜質之檢定(176)——四 金屬鋁中雜質之檢定(177)——五 鋁合金中鉛、鎳、鋅量之檢定(179)——六 銅合金中鉛、錫、鎳及鋅量之檢定(180)——七 金屬鉛中雜質之檢定(183)	
附錄 極譜室汞中毒之預防問題	185
第五部分 有色金屬光電比色法	186
一 銅合金中鐵量之檢定(186)——二 銅合金中磷量之檢定(187)——三 銅合金中鎳量之檢定(189)——四 鋁合金中銅量之檢定(190)——五 鋁合金中鐵量之檢定(191)——六 鋁合金中鎳量之檢定(192)——七 鋁合金中矽量之檢定(193)——八 鎂合金中鉛量之檢定(194)——九 鎂合金中銅量之檢定(195)——十 鎂合金中鐵量之檢定(196)——十一 鎂合金中矽量之檢定(197)——十二 金屬鋅中鐵量之檢定(198)	
第六部分 矽和石英分析法	201
一 二氧化矽之檢定(201)——二 混合氧化物之檢定(201)——三 氧化鐵之檢定(202)——四 氧化鋁之計算(203)——五 氧化鈣之檢定(203)——六 氧化鎂之檢定(203)——七 氧化鈉及氧化鉀之檢定(204)——八 燒灼損失之檢定(204)——九 水分之檢定(205)	
第七部分 煤焦分析法	206
一 煤及焦炭中水分之檢定(206)——二 煤及焦炭中灰分之檢定(206)——三 煤及焦炭中硫量之檢定(207)——四 焦炭中全硫量及灰分之檢定(208)——五 煤中硫量之檢定(209)——六 煤及焦炭中磷量之檢定(210)——七 煤及焦炭中揮發物之檢定(211)——八 焦炭中氣孔率之檢定(212)——九 蘇德哥林筒中焦炭殘渣之檢定(213)——十 煤及焦炭中發熱量之檢定(214)	
第八部分 鍋爐水分析法	217
一 硬度之檢定(217)——二 鹼度之檢定(218)——三 鹽度之檢定(218)——四 水溶氧之檢定(218)——五 磷量之檢定(219)——六 油脂之定性試驗(220)	
中俄名詞對照表	221

649.6
627

材料化學分析方法

第一機械工業部
上海綜合工業試驗所編著



機械工業出版社

1955

出版者的話

本書是第一機械工業部上海綜合工業試驗所根據全國鋼鐵理化檢驗委員會制定的鋼鐵及鐵合金的化學分析方法，參考了蘇聯的資料並綜合該所業務上應用的經驗編寫而成。

全書共分上下兩篇，上篇主要內容是全國鋼鐵理化檢驗委員會制定的鋼鐵及鐵合金的化學分析方法。下篇分八部分：第一部分是鋼鐵光電比色法；第二部分是半定量光譜檢定法及鋼鐵快速分析法；第三部分是鐵合金的快速分析法；第四及第五部分是有色金屬的極譜分析及光電比色法；第六部分是砂和石英分析法，第七部分是煤焦分析法；第八部分是鍋爐水分析法。

本書適用於機械工業、冶金工業的化驗人員參考，也可供專門學校學習材料化學分析之參考。

書號 0748

1955年5月第一版 1955年5月第一版第一次印刷

787×1092¹/₁₈ 字數 301 千字 印張 13¹/₉ 0,001— 3,100 冊

機械工業出版社(北京歷甲廠 17 號)出版

機械工業出版社印刷廠印刷 新華書店發行

北京市書刊出版業營業許可證出字第 008 號

定價(8) 2.00 元

目次

上篇

第一部分 普通鋼鐵之化學分析法.....	7
一 一般之規定(7)——二 總碳量之檢定(7)——三 石墨量之檢定(9)——四 硫量之檢定(10)——五 磷量之檢定(13)——六 矽量之檢定(15)——七 錳量之檢定(17)	
第二部分 合金鋼鐵之化學分析法.....	19
一 一般之規定(19)——二 碳、硫、矽量之檢定(19)——三 磷量之檢定(19)——四 錳量之檢定(23)——五 鎢量之檢定(27)——六 鉻量之檢定(30)——七 鈳量之檢定(33)——八 鎳量之檢定(34)——九 鈷量之檢定(37)——十 鉍量之檢定(39)——十一 銅量之檢定(41)——十二 鈦量之檢定(42)——十三 鉛量之檢定(44)——十四 砷量之檢定(46)——十五 銻量之檢定(48)	
第三部分 鐵合金之化學分析法.....	50
一 一般之規定(50)——二 碳量之檢定(50)——三 硫量之檢定(50)——四 錳鐵中錳量之檢定(52)——五 錳鐵中磷量之檢定(54)——六 錳鐵中矽量之檢定(55)——七 矽鐵中矽量之檢定(56)——八 矽鐵中錳量之檢定(57)——九 矽鐵中磷量之檢定(58)——十 矽鐵中鉻量之檢定(60)——十一 矽錳中錳量之檢定(61)——十二 矽錳中矽量之檢定(62)——十三 矽錳中磷量之檢定(62)——十四 鉻鐵中鉻量之檢定(63)——十五 鉻鐵中錳量之檢定(65)——十六 鉻鐵中磷量之檢定(66)——十七 鉻鐵中矽量之檢定(67)——十八 鉻鐵中鎳量之檢定(69)——十九 鎢鐵中鎢量之檢定(70)——二十 鎢鐵中錳量之檢定(71)——二十一 鎢鐵中磷量之檢定(72)——二十二 鎢鐵中矽量之檢定(73)——二十三 鎢鐵中銅、鉍及錫量之檢定(74)——二十四 鈳鐵中鈳量之檢定(78)——二十五 鈳鐵中磷量之檢定(79)——二十六 鈳鐵中矽量之檢定(80)——二十七 鈳鐵中鉛量之檢定(80)——二十八 鉍鐵中鉍量之檢定(82)——二十九 鉍鐵中磷量之檢定(83)——三十 鉍鐵中矽量之檢定(84)——三十一 鉍鐵中銅量之檢定(84)——三十二 鈦鐵中鈦量之檢定(86)——三十三 鈦鐵中磷量之檢定(88)——三十四 鈦鐵中矽量之檢定(89)——三十五 鈦鐵中鉛量之檢定(89)——三十六 鈦鐵中銅量之檢定(91)	

下篇

第一部分 鋼鐵光電比色法.....	92
一 光電比色計儀器說明(92)——二 一般之規定(95)——三 硫量之檢定(96)——四 矽量之檢定(97)——五 磷量之檢定(99)——六 錳量之檢定(101)——七 鎢量之檢定(102)——八 鉻量之檢定(103)——九 鎳量之檢定(104)——十 鈷量之檢定(105)——十一 鉍量之檢定(106)——十二 銅量之檢定(108)——十三 銻量之檢定(110)	
附錄 用化學試劑代替標準鋼樣繪製光電比色標準曲線之試驗報告.....	112
一 矽量之檢定(112)——二 磷量之檢定(115)——三 鉻量之檢定(115)——四 鎳量之檢定(118)——五 鉍量之檢定(123)——六 銅量之檢定(125)——七 銻量之檢定(128)——八 鎢量之檢定(130)	

第二部分 鋼鐵快速分析法	134
半定量光譜檢定法	
一 光譜化學分析之基本原理(134)——二 金屬光譜儀之說明(136)——三 測定方法(139)	
附錄	141
一 金屬光譜儀裝配線路圖(141)——二 金屬光譜儀色散曲線(142)——三 鋼鐵光譜分析譜線圖(甲,乙)(143,144)	
快速分析法	
一 碳、硫量之檢定(145)——二 矽量之檢定(145)——三 磷量之檢定(145)——四 錳量之檢定(147)——五 鉻量之檢定(148)——六 鈳量之檢定(149)——七 鎳量之檢定(150)——八 鉍量之檢定(151)——九 鎢量之檢定(152)——十 鈷量之檢定(152)——十一 銅量之檢定(152)——十二 鎂量之檢定(152)	
附錄 快速分析所需時間參考表	153
第三部分 鐵合金之快速分析法	154
一 錳鐵中錳量之檢定(154)——二 錳鐵中矽之光電比色分析法(155)——三 錳鐵中磷之光電比色分析法(155)——四 矽鐵中矽量之檢定(156)——五 矽鐵中錳量之檢定(157)	
第四部分 有色金屬極譜分析法	158
一 極譜分析法之一般原理(158)——二 極譜儀使用法(165)——三 金屬鋅中雜質之檢定(176)——四 金屬鋁中雜質之檢定(177)——五 鋁合金中鉛、鎳、鋅量之檢定(179)——六 銅合金中鉛、錫、鎳及鋅量之檢定(180)——七 金屬鉛中雜質之檢定(183)	
附錄 極譜室汞中毒之預防問題	185
第五部分 有色金屬光電比色法	186
一 銅合金中鐵量之檢定(186)——二 銅合金中磷量之檢定(187)——三 銅合金中鎳量之檢定(189)——四 鋁合金中銅量之檢定(190)——五 鋁合金中鐵量之檢定(191)——六 鋁合金中鎳量之檢定(192)——七 鋁合金中矽量之檢定(193)——八 鎂合金中鉛量之檢定(194)——九 鎂合金中銅量之檢定(195)——十 鎂合金中鐵量之檢定(196)——十一 鎂合金中矽量之檢定(197)——十二 金屬鋅中鐵量之檢定(198)	
第六部分 矽和石英分析法	201
一 二氧化矽之檢定(201)——二 混合氧化物之檢定(201)——三 氧化鐵之檢定(202)——四 氧化鋁之計算(203)——五 氧化鈣之檢定(203)——六 氧化鎂之檢定(203)——七 氧化鈉及氧化鉀之檢定(204)——八 燒灼損失之檢定(204)——九 水分之檢定(205)	
第七部分 煤焦分析法	206
一 煤及焦炭中水分之檢定(206)——二 煤及焦炭中灰分之檢定(206)——三 煤及焦炭中硫量之檢定(207)——四 焦炭中全硫量及灰分之檢定(208)——五 煤中硫量之檢定(209)——六 煤及焦炭中磷量之檢定(210)——七 煤及焦炭中揮發物之檢定(211)——八 焦炭中氣孔率之檢定(212)——九 蘇德哥林筒中焦炭殘渣之檢定(213)——十 煤及焦炭中發熱量之檢定(214)	
第八部分 鍋爐水分析法	217
一 硬度之檢定(217)——二 鹼度之檢定(218)——三 鹽度之檢定(218)——四 水溶氧之檢定(218)——五 磷量之檢定(219)——六 油脂之定性試驗(220)	
中俄名詞對照表	221

原 序

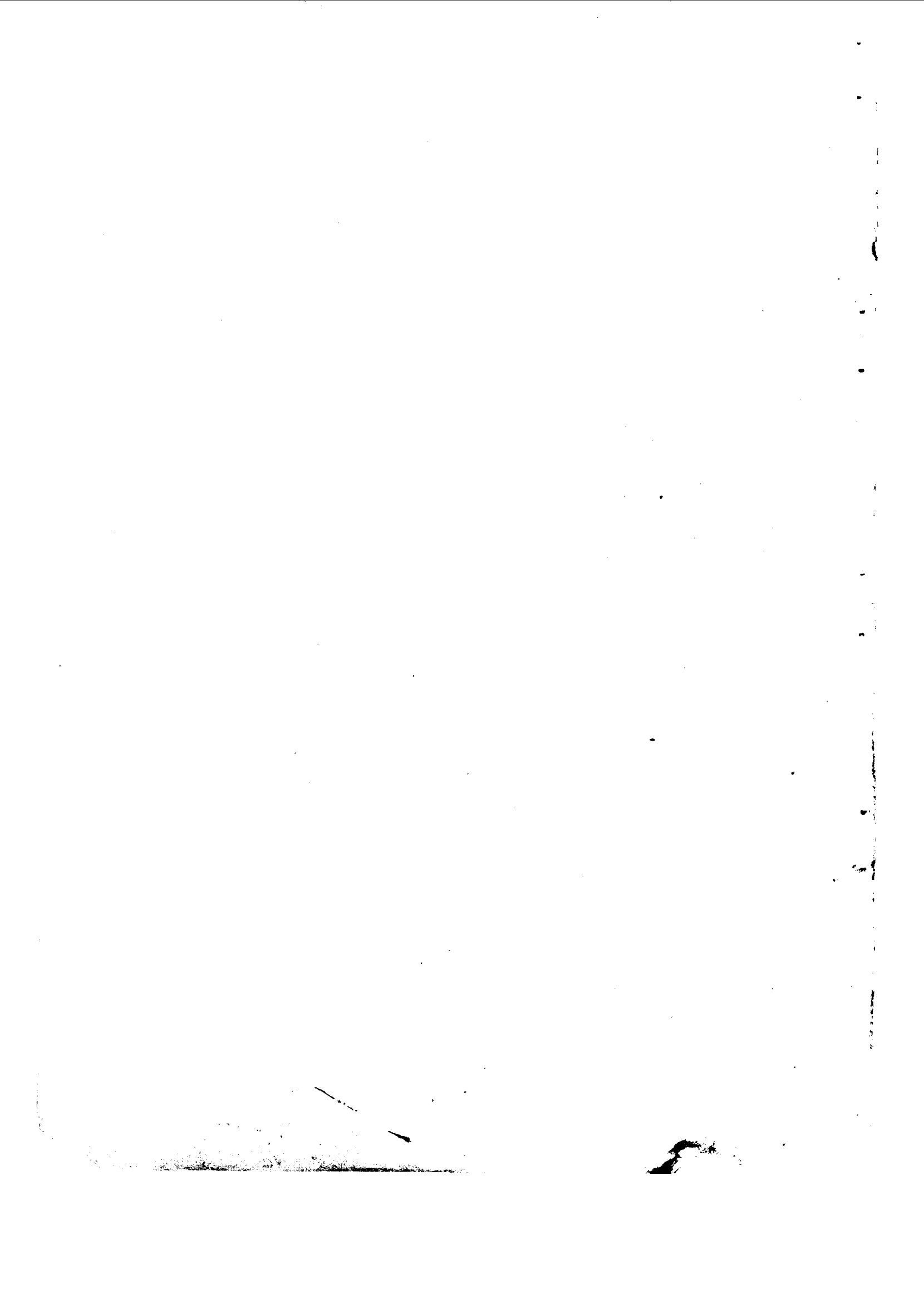
本書上篇內容，係全國鋼鐵理化檢驗委員會制定的鋼鐵及鐵合金的化學分析方法。經我所業務上應用，間或發現有印刷錯誤處，已予修正。

本書下篇內容，係材料的快速分析法，適合於一般機器工廠檢驗材料之用。其第一部分為鋼鐵光電比色法。內容係全國鋼鐵理化檢驗委員會方法。這些方法，經我所業務上應用數年，偶有修正處。附錄中用化學試劑代替標準鋼樣繪製光電比色標準曲線的試驗報告，證實了試劑曲線與標準鋼樣曲線是相符的。這可以增強試驗工作者對於使用試劑曲線的信心。第二部分，為半定量光譜檢定法及鋼鐵快速分析法。半定量光譜檢定所用之設備為金屬光譜儀又名看譜鏡，用途很廣，在熱處理車間、機械加工車間及裝配車間、成品、半成品及儲料的分類檢定以及直接在儲料場對原料及廢料之分析，都能應用。鋼鐵的快速分析法內容，基本上仍是第一部分的鋼鐵的光電比色法，經簡化修改，初步確定了操作時間，方法迅速，合乎爐邊分析之用。第三部分，為鐵合金之快速分析法。內容僅有矽鐵與錳鐵兩種。第四及第五部分，為有色金屬的極譜分析及光電比色方法。這些先進的儀器分析方法，因其迅速，應用在有色金屬的定量是很適宜的，但仍需補充以其他化學分析方法。其餘部分，為砂和石英分析法，煤焦分析法及鍋爐水分析法，均係蘇聯工廠常用的化驗方法。

第一機械工業部

上海綜合工業試驗所

1954年9月



上 篇

第一部分 普通鋼鐵之化學分析法

一 一般之規定

- I. 試樣須用分析天平秤重。
- II. 試劑配製及分析所用之水均用蒸餾水。
- III. 試劑一律採用化學純品。
- IV. 方法中所載之溶液未指明溶劑外, 均係水溶液, 如 10% 氯化鈉溶液係指 100 毫升溶液中含有氯化鈉 10 克。
- V. 方法中所載例如 1:2 之溶液係指鹽酸(比重 1.19), 硫酸(比重 1.84), 硝酸(比重 1.42) 或氨水(比重 0.88) 1 分(指體積而言) 與水 2 分之溶液。
- VI. 方法中所載熱水或熱溶液係指其溫度在 60~70°C, 溫水或溫溶液係指其溫度在 40~45°C。
- VII. 有毒試劑(例如氫氟酸)之蒸發必須在通風櫥內進行。

二 總碳量之檢定

I 試驗儀器(圖 1)

1. 氧氣瓶 I。
2. 減壓活門 II。
3. 蓄氣瓶 III: 緩和氧氣氣流之用。
4. 洗瓶 IV: 內盛濃硫酸, 約深 30~40 公厘, 瓶內細管用以防止硫酸逆流, 側管與乾燥塔相通。

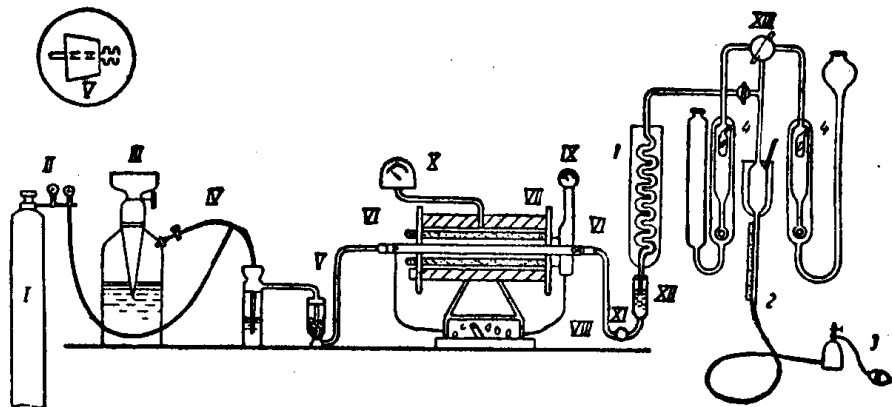


圖 1

5. 乾燥塔 V: 上盛無

水氯化鈣, 下盛蘇打石棉, 中隔玻棉, 用橡皮管自塔底與散熱玻管相接。

6. 散熱玻管 VI₁ 及 VI₂: 為雙盤式玻管, 各裝配在燃燒管兩端之橡皮塞上, 以防止橡皮塞燃燒。

7. 管式爐 VII: 為平臥式, 能供給之熱度不得低於 1250°C。

8. 電阻器 VIII: 用以調節電爐之溫度。

9. 安培表 IX。

10. 熱電高溫計(熱電偶)附電流計 X。

11. 球形管 XI(或 U 形管): 內裝玻棉用以阻留氣流所帶出之固體物。

12. 除硫管 XII: 係直徑約 1 公分之玻管, 長約 10 公分, 下端塞以玻棉, 內裝特製之粒狀二氧化錳, 上端塞以鐵化石棉。二氧化錳不宜受潮或為塵埃所沾污。用久之二氧化錳顏色稍淡, 即失效用, 應重新更換。

13. 容積定碳儀 XIII: 其零件如下:

(1) 冷凝管: 用以冷卻燃燒管中所流出之混合氣體($\text{CO}_2 + \text{O}_2$)。

(2) 量氣管: 用以量混合氣體之體積。量氣管為細圓柱形之玻璃儀器, 其上部膨大。全部容積為 500 毫升。量氣管具有夾層, 夾層間充滿以水(使量氣管中氣體之溫度少受外界之影響), 管之上部膨大部分插有溫度計, 用以測量氣體之溫度。量氣管之上部管口處, 配有空體浮標一個, 當量氣管中液體充滿至上部管口時, 該浮標即上昇, 將管口堵塞。量氣管之下部為細長形刻度玻璃管, 用以量氣體之體積, 即含碳量之百分率。

(3) 水準瓶: 內盛含有甲基橙之酸性水, 用橡皮管與量氣管相連接, 用以將混合氣體由量氣管中壓入於吸收器中。

(4) 吸收器: 內盛氫氧化鉀溶液。

14. 燃燒管: 長 600 公厘, 內徑為 20 公厘, 使用前應將燃燒管全部燒灼一次, 或於使用前用軟鐵絲刷擦淨之。此外尚應檢查是否嚴密不漏氣。

燃燒管之兩端用大小合適之橡皮塞塞住, 於塞孔中插以散熱玻管, 管上套以橡皮管, 使燃燒管與球形管 XI 及乾燥塔 V 相連接。

15. 燃燒舟: 係用無釉磁質製成。根據試樣重量之多少而使用不同大小之燃燒舟。為延長燃燒管之使用期, 可將盛試樣之燃燒舟置於另一燃燒舟內, 再推入燃燒管中一併燃燒之。

一號燃燒舟長 67 公厘、寬 7 公厘、高 8 公厘。

二號燃燒舟長 72 公厘、寬 9 公厘、高 9 公厘。

燃燒舟在使用前需通氧氣燒灼一次, 燒灼之溫度應與燃燒分析時同。燒灼後之燃燒舟應放置於乾燥器中。乾燥器之蓋邊不得塗以凡士林或其他類似之物質。

16. 推入或拉出燃燒舟所用之長鈎: 係用粗紫銅絲(非黃銅)或耐熱低碳鐵絲製成, 方形或圓形均可。

II 試劑

1. 硫酸: 比重 1.84。

2. 無水氯化鈣。

3. 蘇打石棉。

4. 酸性水: 加硫酸(比重 1.84) 3 毫升於 500 毫升水中, 加入甲基橙 0.05 克使呈紅色。

5. 氫氧化鉀(KOH)溶液: 其配製方法見定碳儀說明書。

6. 粒狀二氧化錳(MnO_2): 溶硫酸錳(MnSO_4) 20 克於 500 毫升溫水中, 加氨水(比重 0.88) 10 毫升, 搖勻後, 加入高硫酸銨溶液(25%) 90 毫升, 隨加隨攪。煮沸 10 分鐘, 再加入氨水 1~2

滴，靜置澄清(如不澄清，再加高硫酸銨溶液)。用傾瀉法以稀氨水洗滌十餘次，再用稀硫酸洗滌，並抽濾之，最後用熱水洗滌至無硫酸根存在為止。將沉澱在 110°C 烘 3~4 小時，在研鉢內磨細後，篩取 20 網眼之細粒備用。

7. 鐵化石棉: 用含 5% 硫酸之 10% 硫酸亞鐵溶液將十分細碎之石棉浸透後，將石棉濾出，壓去過量之液體，烘乾，最後在 1000°C 之溫度下燒灼 6~8 小時。

8. 熔劑: 純錫或純銅(帶狀或 20 網眼粒狀物均可)。

III 分析方法

稱試樣(含碳量 1.5% 以下稱 0.5~2 克或含碳量 1.5% 以上稱 0.2~0.5 克)於燃燒舟內，難熔之鋼樣須覆以熔劑約 0.2 克。將燃燒爐加熱至 1150~1250°C，用長鉤將燃燒舟推入於燃燒管中心之最灼熱處，立即用橡皮塞將燃燒管塞住，1 分鐘後，通入氧氣燃燒之。依據定碳儀之使用法並援用溫度及壓力之校正係數，即可求得碳之百分率。

碳量檢定之準確率:

含碳量	公差
至 0.05%	±0.005%
0.05% 以上至 0.10%	±0.010%
0.10% 以上至 0.20%	±0.015%
0.20% 以上至 0.50%	±0.020%
0.50% 以上至 1.00%	±0.025%
1.00% 以上至 2.00%	±0.035%
2.00% 以上至 3.00%	±0.045%
3.00% 以上至 4.00%	±0.050%
4.00% 以上	±0.060%

附註:

1. 氣體定碳儀須裝置於室溫比較正常之地點，不可與電爐過分接近，宜相距 300 公厘以外，並避免陽光直接照射。量氣管及吸收器兩者間之溫度應避免相差，此點甚為重要。
2. 工作開始前，應先將儀器預備妥當，即先檢查設備中之接頭處及活塞等是否嚴密不漏氣。
3. 工作開始前及工作中，均應燃燒標準樣品，以判定工作過程中儀器之準確性。
4. 量氣管必須保持清潔，於必要時得用熱鉻硫酸洗液洗滌之。當液體流動不順利而有水滴附着於量氣管內壁時，應予洗滌。
5. 吸收器中之氫氧化鉀溶液及球形玻管 XI 中之玻棉均應根據工作情況隨時更換。
6. 燃燒舟及熔劑，均須作空白檢定。
7. 如於拉出燃燒舟後發覺試樣未能燃燒完全，須另取試樣燃燒之。

三 石墨量之檢定

I 試驗儀器: 與檢定總碳量所用者同。

II 試劑

1. 過濾用石棉: 將纖維狀石棉割成小塊，長約 10 公厘，加鹽酸(比重 1.19)煮沸數次至新

加入之鹽酸不呈黃色(無鐵質)為止,然後用熱水將酸洗去,烘乾,於800~950°C通氧氣燒灼之。其含碳量必須檢定。可用等量之石棉(即與石墨分析所用之量相同)於燃燒爐中經過燃燒後求得之。

2. 硝酸: 1:1 之溶液。

3. 氫氟酸(HF): 40%。

4. 二苯胺: 溶二苯胺 1 克於 100 毫升之硫酸(比重 1.84)或 100 毫升之磷酸(比重 1.70)中。

III 分析方法

稱試樣 0.3~1 克(稱量之多少視石墨含量而定),置於 200~250 毫升之燒杯中,加硝酸(1:1) 25 毫升,立刻用錶面玻璃蓋上,如溶解反應激烈,則將燒杯置於盛冷水之器皿中,於溶解將近完畢時將燒杯置於沙浴上加熱。

設有多量之矽酸沉澱析出,則須加入氫氟酸 1~2 毫升,繼續於通風櫥中加熱,使大部分之矽酸成氟化矽(SiF_4)狀態而逸散。

當褐色之氮氧化物氣體驅盡後,即係溶解完畢(此時混濁狀之沉澱當逐漸下沉於杯底)。將杯內物質煮沸約 15 分鐘,然後用低溫將溶液蒸發至原有體積之 $\frac{1}{3}$,加熱水 100 毫升,再將溶液加熱使沸騰 15~20 分鐘。

當溶液熱時,將沉澱用底部有孔之磁過濾坩堝(古氏式)或附有磁濾片之玻璃漏斗鋪以石棉層用抽濾法過濾之。最初將透明之澄清溶液注入於石棉濾層上,使濾過,再將燒杯中之石墨殘渣,用含硝酸數滴之酸性熱水洗滌 4~5 次,然後將所有之殘渣移於石棉濾層上。附着於杯底之石墨,可用小塊之石棉,藉助於玻棒或鑷子將其擦出,然後用熱水(70~80°C)洗滌沉澱及石棉濾層,至洗液不呈硝酸反應為止(取洗液一滴於磁板上,加二苯胺溶液兩滴,混合後不得呈藍色)。

將所有石墨之沉澱及石棉移於預用氧氣燒灼過之磁舟內(用鑷子),置於 110~115°C 之烘箱中乾燥之,約 30~40 分鐘。

將乾燥之石墨沉澱在燃燒爐內燃燒之,其法與檢定總碳量所用者同。

石墨百分率之計算及檢定之準確率見檢定總碳量 III。

四 硫量之檢定

燃燒法

I 試驗儀器(圖 2)

1. 附有減壓活門之氧氣瓶 I。

2. 洗瓶 II: 內盛濃硫酸,約深 30~40 公厘,瓶內細管用以防止硫酸逆流,側管與乾燥塔相通。

3. 乾燥塔 III: 下層盛蘇打石棉,中鋪棉花,上層盛無水氯化鈣。

4. 管式爐 IV: 為平臥式,附有電阻器,電流計及電熱高溫計(熱電偶)。

5. 燃燒管: 長 600 公厘,內徑為 20 公厘,管之兩端均用大小合適之橡皮塞塞住。燃燒管前

端(指氧氣流入之方向而言)與乾燥塔 III 相連接, 燃燒管後端與一球形管 V 相連接。

6. 球形管 V (或 U 形管): 內裝玻璃棉用以阻留氣流所帶出之固體物。球形管之他端接有直徑 5 公厘並附有活塞之直角彎玻璃管, 用以將燃燒出之氣體經活塞導入於吸收器中。此彎玻璃管橫端之長為 90 公厘, 豎端之長為 250 公厘, 管之尾端為中空之玻璃球, 附有逸散氣體之細孔多個。

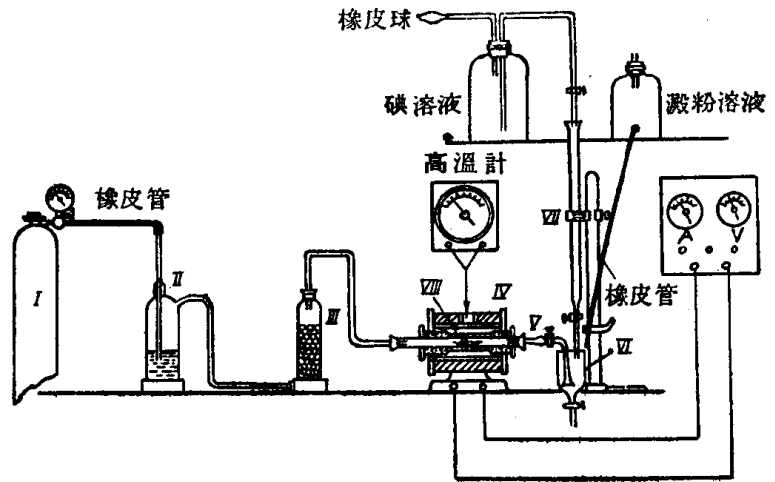


圖 2

7. 圓筒形玻璃吸收器 VI: 吸收器高 300 公厘, 直徑 30~35 公厘, 其下端附有活塞, 用以放出滴定完畢之吸收液。

8. 滴定管 VII: 其容積為 25 毫升。

9. 燃燒舟 VIII: 長 67~72 公厘, 寬 7~9 公厘, 高 8~9 公厘, 燃燒舟在使用前須於 1000~1100°C 之烘爐或管式電爐中用氧氣燒灼。燒灼過之燃燒舟應置於乾燥器中, 乾燥器之蓋邊不得塗有凡士林等物質。

10. 推入或拉出燃燒舟所用之長鉤係用粗紫銅絲(非黃銅)或耐熱鐵絲製成, 方形或圓形均可。

II 試劑

1. 碘標準溶液: 用有蓋之玻璃秤瓶秤碘 1.9845 克, 秤後傾入於盛有碘化鉀 15 克及水 60 毫升之玻璃瓶(附有玻塞者)中, 俟碘全溶後, 將溶液移於暗色玻璃瓶中, 加水稀釋至 5000 毫升, 並混勻之。

1 毫升碘標準溶液相當於硫量之克數(a)可燃燒標準樣品確定之, 燃燒之條件須與作分析時完全相同, 標準樣品中含硫量及其他成分均應與試樣中之含量相接近。

$$a = \frac{X \cdot G}{V \cdot 100}$$

式中 X——標準樣品中含硫之百分率,

G——標準樣品重量之克數,

V——滴定所用碘標準溶液之毫升數。

以上所製就之碘標準溶液, 1 毫升約相當於 0.01% 之硫。

2. 澱粉溶液: 1%。秤可溶性澱粉 10 克於盛有 50 毫升水之研鉢中, 仔細磨研, 並徐徐注入於 950 毫升之沸水中, 滴入鹽酸二滴, 並沸騰 5 分鐘。設溶液中發現有澱粉凝塊時, 應僅取上層澄清液, 加碘化鉀 3 克混勻備用。

3. 熔劑: 純錫, 純氧化銅或純銅, 但必須先用同樣分析方法檢定其含硫量。

4. 吸收液: 取澱粉溶液 200 毫升, 注入於 5000 毫升之水中。