

軍政部兵工署

火藥原料及成品檢驗法

火 藥 原 料 檢 驗 法

江苏工业学院图书馆
藏书章

軍政部兵工署令

技(四)理字第五零九號

本署鑒於火藥原料及成品之檢驗，亟應規定劃一方法，俾有準繩以利工作，經飭由技術司技正周宗祥，根據本署歷年經驗，參照歐美各國方法，以準確迅速爲依歸，擬呈火藥原料及成品檢驗法，復核內容，尙屬詳切適合，茲特公布之，自公布之日起，即日暫行試用。此令。

署長 俞大維

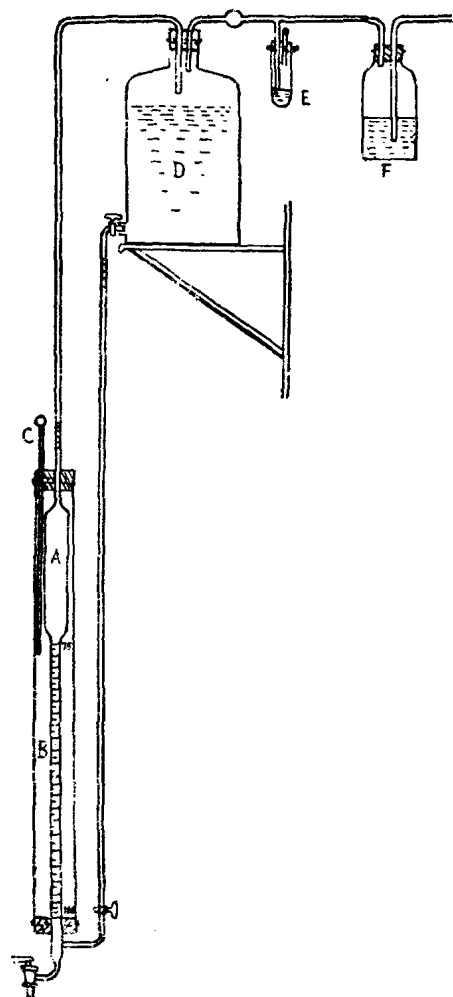
中華民國二十四年 七月

日

(一) 硫酸之定量法

應備器具：

液箱滴管。—普通滴管，僅能容液體 25—50 公撮。設製 100 公撮滴管，未免過長，不便應用。液箱滴管，其上端粗大，能盛液體頗多。自 75 公撮起，始刻度數。茲將常用液箱滴管之裝置，舉圖（圖一）說明如下：



- A = 液箱滴管。
- B = 貯水外箱。
- C = 溫度表。
- D = $\frac{1}{1}$ 標準氫氧化鈉溶液瓶。
- E = 氣壓瓶，內貯純汞。設 D 瓶內空氣膨脹，則汞質能將高壓氣體放出。
- F = 盛氫氧化鈉溶液瓶，空氣通過此瓶，則吸收水分，而其濕度適宜。

方法：秤試樣於已秤加蓋秤皿內（所秤試樣之多寡，以含硫酸量為 3.7—4.9 公分為宜），緩緩傾於盛水之燒杯中，用水沖洗秤皿。加甲基橙溶液數滴。用 $\frac{1}{1}$ 標準氫氧化鈉溶液滴定之，至呈黃色。

計算法： % 硫酸

$$= \frac{\text{所耗 } \frac{1}{1} \text{ 標準氫氧化鈉之公撮數} \times 4.904}{\text{試樣之重}}$$

附註：所耗 $\frac{1}{1}$ 標準氫氧化鈉溶液之公撮數，與作試驗時溫度有關。設作試驗時溫度較核正 $\frac{1}{1}$ 標準氫氧化鈉溶液時為高，則每高 1°C ，須由所耗 $\frac{1}{1}$ 標準氫氧化鈉之公撮數中減去 0.032 公撮。設作試驗時溫度較低，則每低 1°C ，須由所耗 $\frac{1}{1}$ 標準氫氧化鈉之公撮數中加 0.032 公撮。

圖 一

(二) 燒灼殘渣之檢定法

方法：秤試樣 50—100 公分於已秤鉈或砂坩堝內，用本生燈於通風櫃內蒸發之。俟無烟發生，置坩堝於乾燥器內。待冷，秤之。

計算法： % 殘渣 = $\frac{\text{殘渣之重} \times 100}{\text{試樣之重}}$

附註：殘渣常係鐵之氧化物。

(三) 砷之定量法

1. 砷量少於 0.005 % 者.

方法: 用谷蔡氏法定其量,與原料第 8 號硫之檢驗法中所述者同.

2. 砷量大於 0.005 % 者.

方法: 秤試樣 25 — 50 公分於介達爾瓶內,加酒石酸 $\frac{1}{2}$ 公分,融過硫酸氫鉀 2 公分,斜置於架上,用本生燈火焰直接加熱,至顏色由黑轉變為稻黃色 (加熱不可太猛,以免發煙而砷量損失),傾移瓶內液體於燒杯內 (用水共 250 公撮,沖洗瓶內殘質於燒杯內),用氫氧化鉍中和後,加碳酸氫鈉 3 公分,0.5% 澱粉液 2 公撮,用 $\frac{1}{10}$ 標準碘溶液滴定之,至溶液呈藍色.

計算法: $\% \text{ 砷} = \frac{\text{所耗 } \frac{1}{10} \text{ 標準碘溶液之公撮數} \times 0.3748}{\text{試樣之重}}$

(四) 鐵之定量法

1. 微量鐵質之定量法.

應備溶液:

每公撮含鐵 0.00005 公分之標準鐵溶液,一溶結晶硫酸銨亞鐵 0.35 公分,於 50 公撮水及 20 公撮稀硫酸內,加熱,並滴加 $\frac{1}{10}$ 標準高錳酸鉀溶液,至略呈粉紅色,移於 1 公升量瓶內,冷後,加水使稀,至滿記號,每公撮溶液,含鐵 0.00005 公分.

方法: 秤試樣準 5 公分,於加蓋秤皿內 (迅速秤稱),傾移皿內物質於貯水 10 公撮之小燒杯中,加熱,以溶解懸浮之鐵質,待冷,移注於 100 公撮聶司劣亞式管中,加 $\frac{1}{10}$ 標準高錳酸鉀溶液數滴,至略呈淡粉紅色,加 10 % 硫代氰酸銨溶液 10 公撮,加水至滿刻痕.

另秤無鐵純硫酸 5 公分,於另一貯水 10 公撮之聶司劣亞式管中,加 $\frac{1}{10}$ 標準高錳酸鉀溶液數滴,至略呈粉紅色,加 10 % 硫代氰酸銨溶液 10 公撮,用水稀薄後,用滴管加標準鐵溶液,至兩管溶液顏色濃淡相等 (此管內溶液,亦應為 100 公撮).

計算法: $\% \text{ 鐵} = \text{所耗標準鐵溶液之公撮數} \times 0.001$

2. 多量鐵質 (0.02% 以上) 之定量法.

應備溶液:

標準鐵溶液,一溶結晶硫酸銨鐵 8.6322 公分於稀鹽酸內,注於 1 公升量瓶內,加水至滿刻痕,用吸管移取 100 公撮於燒杯內,加微過量之二氯化錫,使

鐵還原。再加過量二氯化汞之飽和溶液，使過量之二氯化錫沉澱後，用 $\frac{1}{10}$ 標準重鉻酸鉀溶液滴定校正之。至用玻棒取移 1 滴於白瓷板上，加 1% 鐵氰化鉀溶液 1 滴，而兩液混合後，不呈藍綠色。

$$\text{計算法： 每公撮標準鐵溶液之含鐵量} = \frac{\text{所耗標準重鉻酸鉀溶液之公撮數} \times 0.005584}{100}$$

附註：1. 作此試驗，宜作二次，從第一次所得結果，得知應加 $\frac{1}{10}$ 標準重鉻酸鉀溶液之略數。於第二次試驗時，可一次加入 $\frac{1}{10}$ 標準重鉻酸鉀溶液至終點前數滴，於是再如上法仔細滴定之。所用鐵氰化鉀，不可含亞鐵氰化物。因鐵氰化鉀表面常被空中塵埃所還原，故作溶液前，應用水洗滌鐵氰化鉀結晶 2—3 次，將表面晶層溶去。

2. 二氯化錫之配和法。一溶 4 公分二氯化錫於 3 份水及 1 份濃鹽酸之混合液內。加金屬錫數小片，煮沸，使液澄清為止。貯於滴瓶中，並加金屬錫片一小塊。

標準二氯化錫溶液。一溶結晶二氯化錫 2 公分，於熱濃鹽酸內，移入 1 公升量瓶中，加水至滿刻痕。復移於深棕色瓶內，如圖二所示貯存之。此溶液濃度尚為安定，每隔 10 日，用標準鐵溶液校正一次即可。校正法如下：

此端與二氯化
碳發生器接連

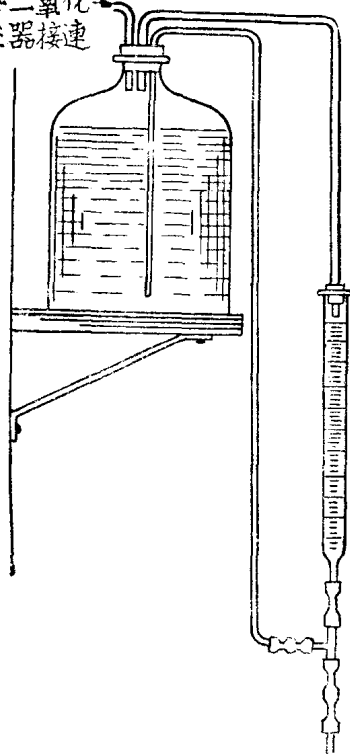


圖 二

取標準鐵溶液 10 公撮於燒杯內，用標準二氯化錫溶液滴定之，至溶液黃色消失。

計算法： 每公撮標準二氯化錫溶液之

$$\text{鐵因數} = \frac{10 \times \text{每公撮標準鐵溶液之含鐵量}}{\text{所耗標準二氯化錫之公撮數}}$$

方法： 稱試樣 25—50 公分，注入貯水之燒杯內，加氯酸鉀數粒煮沸，待冷，加氫氧化鉀，使微呈鹼性。俟沉澱下沉後，濾過，用熱水沖洗。用鹽酸（1:1）由漏斗上注下，以溶解沉澱。用稀鹽酸將鐵質洗去，聚集濾液及洗液於燒杯內，煮沸，用標準二氯化錫溶液滴定之，至溶液黃色消失。

計算法：

$$\% \text{ 鐵} = \frac{\text{所耗標準二氯化錫之公撮數} \times \text{該液之鐵因數} \times 100}{\text{試樣之重}}$$

附註： 滴定手續宜敏捷，因亞鐵質易氧化，而溶液再呈黃色。滴定之終點，為溶液最初變為無色之時。又設試樣含砷、銻等質頗多，則滴定时，溶液變暗，宜另取新試樣，加水使稀，引入硫化氫，以沉澱砷、銻，濾過，用水沖洗，聚集濾液及洗液於燒杯內，煮沸久時，以去硫化氫，加氯酸鉀數粒，照上法處理之。

(一) 氯化氮之定量法 (以氮計算)

方法： 稱試樣 5—50 公分 (視含氯化物之多寡而異) 於加蓋秤皿內，移注於盛水燒杯中，並用水沖洗皿內殘液於杯中，加氫氧化鉍，使近中和，於暗處加熱，加微過量硝酸銀溶液，以沉澱氮質，置於暗處 1—2 小時，用被黑色蠟光紙裹住之已稱瓷濾杯濾過，用水沖洗，置濾杯於 100°C. 烘箱內，烘乾後，將烘箱溫度增至 130°C. 烘烤之，至重不變。

$$\text{計算法： } \% \text{ 氮} = \frac{\text{氯化銀之重} \times 24.74}{\text{試樣之重}}$$

附註： 1. 氯化銀沉澱，易感光分解，故應於暗處工作，並用黑色蠟光紙將所用濾杯外面裹住，以防感光。

2. 此外尚須將所含氯化氮酸量，改算為硫酸之百分率，以備計算試樣中純硝酸之成分。

$$\% \text{ 硫酸} = \frac{\text{氯化銀之重} \times 34.212}{\text{試樣之重}}$$

(二) 亞硝酸之定量法

方法： 稱試樣 25 公分於已稱加蓋秤皿內，移注於貯冷水 275 公撮之蒸發皿中，加稀硫酸 (1:4) 25 公撮，即刻用 $\frac{1}{10}$ 標準高錳酸鉀溶液滴定之，至溶液之粉紅色能維持 3 分鐘之久 (最初滴加 $\frac{1}{10}$ 標準高錳酸鉀溶液可較速，俟近變色點時，宜緩緩滴加)。

$$\text{計算法： } \% \text{ 亞硝酸} = \frac{\text{所耗 } \frac{1}{10} \text{ 標準高錳酸鉀溶液之公撮數} \times 0.4702}{\text{試樣之重}}$$

附註： 此外尚須將所含亞硝酸量，改算為硫酸之百分率，以備計算試樣中純硝酸之成分。

$$\% \text{ 硫酸} = \% \text{ 亞硝酸} \times 1.0431$$

(三) 硫酸之定量法

方法： 稱試樣 10 公分於鉑蒸發皿內，置於熱水鍋上蒸發至乾，殘質加水 10 公撮，再蒸發，至氮氧化物之棕色煙去盡，殘質用水稀薄，使為 100 公撮，加酚酞指示劑數滴，用 $\frac{1}{10}$ 標準氫氧化鈉溶液滴定之，至呈淡粉紅色。

$$\text{計算法： } \% \text{ 硫酸} = \frac{\text{所耗 } \frac{1}{10} \text{ 標準氫氧化鈉溶液之公撮數} \times 0.98086}{\text{試樣之重}}$$

(四) 純硝酸之定量法

欲求純硝酸之成分,須先求試樣含酸之總量,其法如下:

方法: 秤試樣適量(以含硝酸量 4.726—6.3 公分爲宜),於已秤加蓋秤皿內,傾移於貯水(不含二氧化碳之純水) 150—200 公撮之燒杯中,加酚酞指示劑數滴,用 $\frac{1}{N}$ 標準氫氧化鈉溶液滴定之,至呈淡粉紅色。

$$\text{計算法: \%全酸量(以硫酸計)} = \frac{\text{所耗}\frac{1}{N}\text{標準氫氧化鈉溶液之公撮數} \times 0.049043 \times 100}{\text{試樣之重}}$$

用 % 全酸量減去硫酸、氯化氫酸及亞硝酸當量之硫酸百分率,餘數以 1.285 乘之,得純硝酸之成分。

附註: 滴定所用滴管,爲液箱滴管,見原料第 1 號硫酸之檢驗法。

(五) 燒灼殘渣之檢定法

方法: 蒸發試樣 100—200 公分於燒杯內,待乾,加較高溫度,以去殘餘硝酸。用水沖洗殘質於已秤鉚蒸發皿內,再蒸乾,用本生燈灼至暗紅熱,置於乾燥器內,30 分鐘後秤之。

$$\text{計算法: \%燒灼殘渣} = \frac{\text{殘渣之重} \times 100}{\text{試樣之重}}$$

(一) 純碳酸鈉之定量法

方法：欲知純碳酸鈉之量，須先作下列二項檢定，用其結果，以計算純碳酸鈉之百分率，計算法詳後。

1. 鹼質全量

稱試樣 5 公分於圓錐瓶內，加水 50 公撮使溶解，用一漏斗插於瓶頸上，用滴管滴加 $\frac{1}{1}$ 標準硫酸 95 公撮，煮沸以去二氧化碳，待冷，加甲基橙指示劑數滴，繼續滴定之，至溶液呈淡粉紅色，所耗 $\frac{1}{1}$ 標準硫酸之公撮數，以 A 代之，備作計算。

附註：每公撮 $\frac{1}{1}$ 標準硫酸 = 0.031 公分 Na_2O 。

2. 碳酸氫鈉

稱試樣 5 公分於燒杯內，加水 100 公撮使溶解，用 $\frac{1}{1}$ 標準氫氧化鈉溶液滴定之，至取出之 1 滴溶液，於白瓷板上加 1 滴硝酸銀溶液，立刻呈暗色，所耗 $\frac{1}{1}$ 標準氫氧化鈉溶液之公撮數，以 B 代之，備作計算。

附註：每公撮 $\frac{1}{1}$ 標準氫氧化鈉溶液 = 0.84 公分 NaHCO_3 。

$$\text{計算法： \% 碳酸鈉} = \frac{(A-B) \times 0.053 \times 100}{5}$$

(二) 燒灼試驗

方法：稱試樣 10 公分於已稱坩堝內，弱灼熱之（ 300°C . 以下），待冷取秤。

$$\text{計算法： \% 水分及有機質} = \frac{\text{損失之重} \times 100}{\text{試樣之重}}$$

(三) 水中不溶質之檢定法

方法：稱試樣 50 公分於燒杯內，加水 500 公撮使溶解，靜置至不溶質下沉，用已稱之雙層濾紙及澄清濾過法濾過，用水沖洗，置濾紙於 100°C . 烘箱內乾燥之，至重不變。

$$\text{計算法： \% 水中不溶質} = \frac{\text{殘渣之重} \times 100}{\text{試樣之重}}$$

(四) 氯化鈉之定量法

應備溶液：

硫酸銨鐵溶液。—溶硫酸銨鐵 6 公分，於 50 公撮水內，加 50 公撮無色硝酸。

碳 酸 鈉

兵 工 署
火藥原料及成品檢驗法
原 料 第 3 號

方法： 秤試樣 2—5 公分於燒杯內，用水 50—100 公撮溶解後，加無色硝酸（1.42）5 公撮，硫酸銨鐵溶液 2 公撮， $\frac{1}{2}\%$ 標準硫代氰酸鉀溶液數滴，至溶液呈粉紅色，所用 $\frac{1}{2}\%$ 標準硫代氰酸鉀溶液之量，須記錄清楚，即刻用 $\frac{1}{2}\%$ 標準硝酸銀溶液滴定之，至粉紅色消失，再加 $\frac{1}{2}\%$ 標準硝酸銀溶液 1 公撮，將沉澱濾過，用水沖洗，聚集濾液及洗液於另一燒杯內，用 $\frac{1}{2}\%$ 標準硫代氰酸鉀溶液滴定之，至呈粉紅色。

計算法：

$$\% \text{氯化鈉} = \frac{(\text{所耗 } \frac{1}{2}\% \text{ 標準硝酸銀溶液之公撮數} - \text{所耗 } \frac{1}{2}\% \text{ 標準硫代氰酸鉀溶液之總公撮數}) \times 0.2923}{\text{試 樣 之 重}}$$

(一) 氯化鈉之定量法

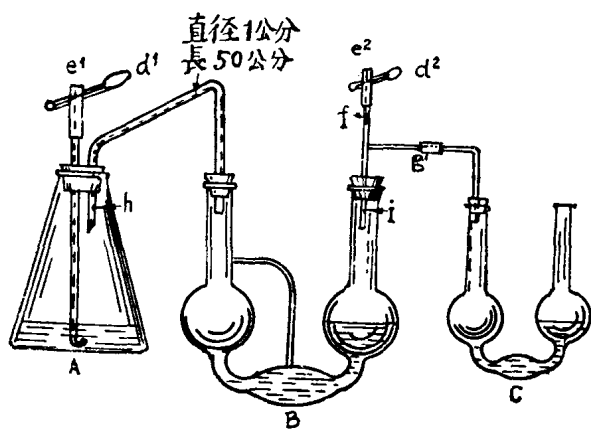
方法：溶試樣 10 公分（準 10 公分）於 $\times$ 內，濾過，沖洗，濾液加鉻酸鉀溶液數滴至溶液呈黃色，用 $\frac{1}{10}$ 標準硝酸銀溶液滴定之，至呈粉紅色。

計算法：% 氯化鈉 = 實耗 $\frac{1}{10}$ 標準硝酸銀溶液之公撮數 $\times 0.05846$

附註：外須作一空白檢定，以備計算實耗 $\frac{1}{10}$ 標準硝酸銀溶液之公撮數。

(二) 硝酸鈉之定量法

方法：溶試樣 10 公分於 500 公撮水內，移溶液於 1 公升量瓶中，待冷，加水至滿瓶上記號，用吸管移 50 公撮溶液於 500 公撮圓錐瓶內，加水 10 公撮，酒精 5 公撮，氫氧化鉀溶液（31%）50 公撮，及德發達氏合金 2—2.5 公分（或洗淨之純鋅 5 公分，及硫酸亞鐵 2 公分亦可），速將各器連接，如圖一所示。



圖

A = 500 公撮圓錐瓶。

B = 250 公撮白利歌式器，內貯 $\frac{1}{2}$ 標準硫酸 25 公撮。

C = 白利歌式器，內貯 $\frac{1}{2}$ 標準硫酸 5 公撮。

$d^1 d^2$ = 夾子。

$e^1 e^2$ = 橡皮管。

f = 用夾子夾住之紅色石蕊試紙。

g = 橡皮管，用以連接 T 形管及 C 器

上玻璃管。

h = 管上有一小孔，能避免凝縮液體之逃入 B 器內。

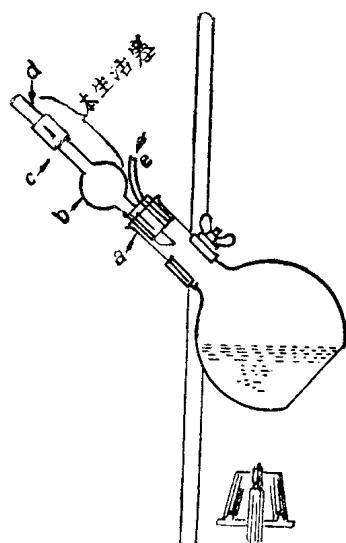
i = 管上有一小孔，能避免凝縮液體之逃入 C 器內。

加熱，反應進行後，將燈移去，1 小時後，氫停止發生，將圓錐瓶內溶液煮沸，蒸溜之，至殘液體積約 50 公撮為宜。蒸溜所需時間，約為半小時，最後 10 分鐘，宜由 e^1 管輸入被硫酸洗淨之空氣，蒸溜完畢，將空氣輸入管與 e^1 管脫去，夾子 d^1 全開，火焰移去（試紙 f 不可呈藍色，否則，為工作太速之故，當重新作試驗）。加甲基橙溶液數滴於 B 器，至溶液呈紅色，將 C 器內液體，亦移注 B 器內（用水沖洗），用 $\frac{1}{2}$ 標準氫氧化鉀溶液滴定之，至呈黃色。

計算法：% 硝酸鈉 = $\frac{(30 - \text{所耗 } \frac{1}{2} \text{ 標準氫氧化鉀溶液之公撮數}) \times 4.250}{\text{實取試樣之重}}$

(一) 氯酸鉀之定量法

方法： 秤試樣 5 公分於 1 公升量瓶內，用水溶解後，加水至滿刻痕，混勻後，用吸管吸取 10 公撮於圓燒瓶內，加塞，塞上附有本生活塞及玻璃彎管，如圖一所示。



圖

- 本生活塞 {
- a = 木塞.
 - b = 球管.
 - c = 橡皮管, 中部用刀劃一小縫.
 - d = 玻棒.
 - e = 玻璃彎管.

由 e 管輸入被水及硫酸銅溶液洗淨之二氧化碳，以逐去空氣。將塞取開片刻，用吸管加標準硫酸亞鐵溶液 50 公撮（注濃硫酸 100 公撮於 300 公撮水內，乘熱，加結晶硫酸亞鐵粉末 11 公分溶解之），煮沸 5 分鐘，繼續通入二氧化碳，待冷，加冷水使體積約為 200 公撮，加硫酸錳溶液（溶結晶硫酸錳 67 公分於 500—600 公撮水內，加磷酸「1.7」138 公撮，及濃硫酸「1.82」130 公撮，加水稀薄之，使為 1 公升）10 公撮，用 $\frac{1}{10}$ 標準高錳酸鉀溶液滴定之，至溶液呈粉紅色。此次所耗 $\frac{1}{10}$ 標準高錳酸鉀溶液之公撮數，以 t 代之。另用吸管吸取標準硫酸亞鐵溶液 50 公撮於圓錐瓶內，用 $\frac{1}{10}$ 標準高錳酸鉀溶液核正之。此次所耗標準溶液之公撮數，以 T 代之。

$$\text{計算法： \% 氯酸鉀} = \frac{20.427 \times (T - t)}{\frac{1}{100} \text{ 秤取試樣之重}} - \% \text{ 溴酸鉀}$$

(二) 細度試驗

方法： 取試樣 2.5 公分，置於每平方公分百眼之細篩中篩之，秤篩上之殘量。

(三) 反應試驗

方法： 溶試樣於水，用紅色及藍色石蕊試紙試其變色否。

(四) 水分之檢定法

方法： 平鋪試樣 10 公分於已秤秤皿內，置於 100°C. 烘箱內乾燥之，秤其

不變之重。

$$\text{計算法: } \% \text{ 水分} = \frac{\text{損失之重} \times 100}{\text{試樣之重}}$$

(五) 水中不溶質之檢定法

方法: 秤試樣準 5 公分,加水溶解之.用古氏坩堝濾過.置於 100°C.烘箱內,乾後秤之.

$$\text{計算法: } \% \text{ 不溶物} = \frac{\text{不溶物之重} \times 100}{5}$$

附註: 並觀察不溶物中有尖銳之砂屑與否。

(六) 有機質之檢定法

方法: 秤試樣準 5 公分,加水溶解之.濾過.置溼濾紙及殘渣於坩堝內,濾紙灰化後,燒至暗紅熱,待冷,秤殘渣之重.

$$\text{計算法: } \% \text{ 有機質} = \frac{(\text{「試驗五」求得不溶物之重} - \text{「試驗六」求得殘渣之重}) \times 100}{5}$$

(七) 溴酸鉀之定量法

方法: 秤試樣 2 公分於圓錐瓶內.加水 100 公撮溶解之.於暗處加 10 % 碘化鉀溶液 5 公撮,0.5% 澱粉液 2 公撮.加稀硫酸 5 公撮.用塞塞緊,置於暗處一小時後,即刻用 $\frac{1}{10}$ 標準硫代硫酸鈉溶液滴定之,至溶液藍色消失.所耗 $\frac{1}{10}$ 標準硫代硫酸鈉溶液之公撮數,以 T 代之.

另用同量試劑,作一空白檢定.所耗 $\frac{1}{10}$ 標準硫代硫酸鈉溶液之公撮數,以 t 代之.

$$\text{計算法: } \% \text{ 溴酸鉀} = \frac{(T - t) \times 0.27837}{\text{試樣之重}}$$

(一) 過氯酸鉀之定量法

方法：欲求純過氯酸鉀之成分，須作全氯量及氯酸鉀二項之檢定。將求得之全氯率，減去氯酸鉀中氯之百分率，餘數以 3.4563 乘之，得 % 過氯酸鉀。

1. 全氯量

秤試樣 0.1 公分，於加蓋坩堝內，置坩堝於石棉箱中石棉圈上，用燈將石棉箱加熱，使加熱 1 小時後坩堝溫度約為 600°C. 爲宜，繼續加熱 (600°C.) 1 小時，於坩堝融質尚溫時，用熱水溶解之，濾過，用水沖洗，聚集濾液及洗液於燒杯內，加 10 % 鉻酸鉀溶液數滴，用 $\frac{1}{10}$ 標準硝酸銀溶液滴定之，至呈淡紅色。

另取同量水作一空白檢定，將所耗 $\frac{1}{10}$ 標準硝酸銀溶液之公撮數，由以上所耗中減去，得實耗 $\frac{1}{10}$ 標準硝酸銀溶液之公撮數。

$$\text{計算法： \% 全氯量} = \frac{\text{實耗 } \frac{1}{10} \text{ 標準硝酸銀溶液之公撮數} \times 0.3546}{\text{試樣之重}}$$

附註：加熱所用火焰之適宜強度，可預先插一量熱計於不盛試樣之空坩堝內，加熱酌定之。

2. 氯酸鉀

應備溶液：

標準硫酸亞鐵溶液。——注濃硫酸 100 公撮，於 300 公撮水內，乘熱加結晶硫酸亞鐵 100 公分，使溶解。

標準高錳酸鉀溶液。——溶高錳酸鉀 3.2 公分於水內，移於 1 公升量瓶內，加水至滿刻痕。

標準高錳酸鉀溶液校正法：秤純氯酸鉀 2 公分（此重以 a 代之）於 1 公升量瓶內，用水溶解後，加水至滿刻痕，用吸管吸取此溶液 10 公撮於圓錐瓶內，並用吸管加硫酸亞鐵溶液 20 公撮，用下述分析方法處理之，所耗標準高錳酸鉀溶液之公撮數，以 t 代之。另用吸管吸取硫酸亞鐵 20 公撮於另一圓錐瓶內，用同上方法處理之，所耗標準高錳酸鉀溶液之公撮數，以 T 代之。

每公撮標準高錳酸鉀溶液，等於 $\frac{e}{T-t}$ 公分之氯酸鉀，此重稱曰因數。

附註： $e = \frac{1}{100} a$ 之重，即實取試樣之重。

方法：秤試樣 10 公分於圓錐瓶內，加水 50 公撮，用吸管加硫酸亞鐵溶液 20 公撮，並加硫酸 (1:1) 數公撮，用木塞輕覆，煮沸，至試樣溶解，微沸騰之，準 3 分鐘後，將木塞取去，用橡皮塞塞緊，用流水冷後，以 $\frac{1}{10}$ 標準高錳酸鉀溶液滴定之，至溶液紅色，雖經攪拌，而亦能維持 1 分鐘之久爲度。

$$\text{計算法： \% 氯酸鉀} = \frac{\text{所耗標準高錳酸鉀溶液之公撮數} \times \text{因數} \times 100}{\text{試樣之重}}$$

$$\% \text{ 氯 } = \% \text{ 氯 酸 鉀 } \times 0.2893$$

(二) 氯酸鉀之定量法

方法： 氯酸鉀之定量法，見本號法（一）。

(三) 細度試驗

方法： 取試樣 2.5 公分，置於每平方公分百眼之細篩中篩之，秤篩上之殘量。

(四) 反應試驗

方法： 溶試樣於水，用紅色及藍色石蕊試紙試其變色否。

(五) 水分之檢定法

方法： 平鋪試樣 10 公分於已秤秤皿內，置於 100°C. 烘箱內乾燥之，秤其不變之重。

$$\text{計算法： } \% \text{ 水分 } = \frac{\text{損失之重} \times 100}{\text{試樣之重}}$$

(六) 水中不溶物之檢定法

方法： 秤試樣準 5 公分，加水溶解之，用古氏坩堝濾過，置於 100°C. 烘箱內，乾後秤之。

$$\text{計算法： } \% \text{ 不溶物 } = \frac{\text{不溶物之重} \times 100}{5}$$

附註： 並觀察不溶物中有尖銳之砂屑與否。

(七) 有機質之檢定法

方法： 秤試樣準 5 公分，加水溶解之，濾過，置溼濾紙及殘渣於坩堝內，濾紙灰化後，燒至暗紅熱，待冷，秤殘渣之重。

$$\text{計算法： } \% \text{ 有機質 } = \frac{(\text{「試驗六」求得的不溶物之重} - \text{「試驗七」求得殘渣之重}) \times 100}{5}$$

(一) 細度試驗

方法：取試樣 10 公分，以每 25.6 公厘（長度）含 80 網眼之細篩篩之。觀察能否完全篩過，並用手指捏擦，視其是否生油膩感覺。

(二) 灰分之檢定法

方法：秤試樣 1 公分於已秤鉤坩堝內，斜放於三足架上，用噴燈強燒灼之，至重不變。

$$\text{計算法： \% 灰分} = \frac{\text{殘渣之重} \times 100}{\text{試樣之重}}$$

附註：燒灼時通入氧氣於坩堝內，則燃燒更易。

(三) 矽之定量法

方法：取檢定灰分所餘殘渣，加硫酸數滴，及純氫氟酸數公撮，置於通風櫃內之熱水鍋上加熱，蒸發至無氣體發出。將坩堝斜放於三足架上，用本生燈小火焰在坩堝底上搖動，仔細加熱，俟硫酸之濃烟完全蒸去後，加較高之熱，燒至暗紅色，移置於乾燥器內，半小時後秤之。

$$\text{計算法： \% 矽} = \frac{\text{灰分經氫氟酸處理後損失之重} \times 46.93}{\text{試樣之重}}$$

(四) 硫之定量法

方法：混合試樣 1 公分，及耶司卡氏混合劑（2 份煅燒氧化鎂及 1 份無水碳酸鈉之混合物）3 公分，於蠟光紙上，移混合物於 30 公撮鉤坩堝內，加蓋，用酒精燈緩熱，30 分鐘後，逐漸將溫度增高，並攪拌之，至坩堝內無黑色粒子為止。用水移坩堝內物質於燒杯內（坩堝內附著甚緊之物質，可用稀鹽酸少許，煮沸溶解之，用水吹入燒杯內）。加溴水 10—20 公撮，鹽酸過量，俟鹼性物質完全分解，煮沸久時，以逐去過量之溴。蒸乾後，用鹽酸少許潤溼之，加水使稀，濾過，將濾液煮沸攪拌，並滴加 10 % 氯化鋇溶液 10 公撮，繼續煮沸約 15 分鐘，靜置於熱處，翌晨濾過，用熱水洗淨，置溼濾紙及殘渣於已秤鉤坩堝內，用燈烘烤，濾紙灰化後，燒灼至重量不變。

此外尚須用同樣及同量試劑，作一空白檢定，將求得硫酸鋇之重，由以上求得中減去，得正確硫酸鋇之重。

$$\text{計算法： \% 硫} = \frac{\text{正確硫酸鋇之重} \times 13.74}{\text{試樣之重}}$$

(五) 酸 度 (以 硫 酸 計) 之 檢 定 法

方法： 秤試樣 5 公分於圓錐瓶內，加中性純水 100 公撮，用玻塞塞緊後，強搖振之，濾過，用水沖洗，濾液加酚酞指示劑數滴，用 $\frac{1}{100}$ 標準氫氧化鉀溶液滴定之，至呈粉紅色。

計算法： $\% \text{ 硫 酸 } = \frac{\text{所耗 } \frac{1}{100} \text{ 標 準 氫 氧 化 鉀 溶 液 之 公 撮 數 } \times 0.04904}{\text{試 樣 之 重}}$