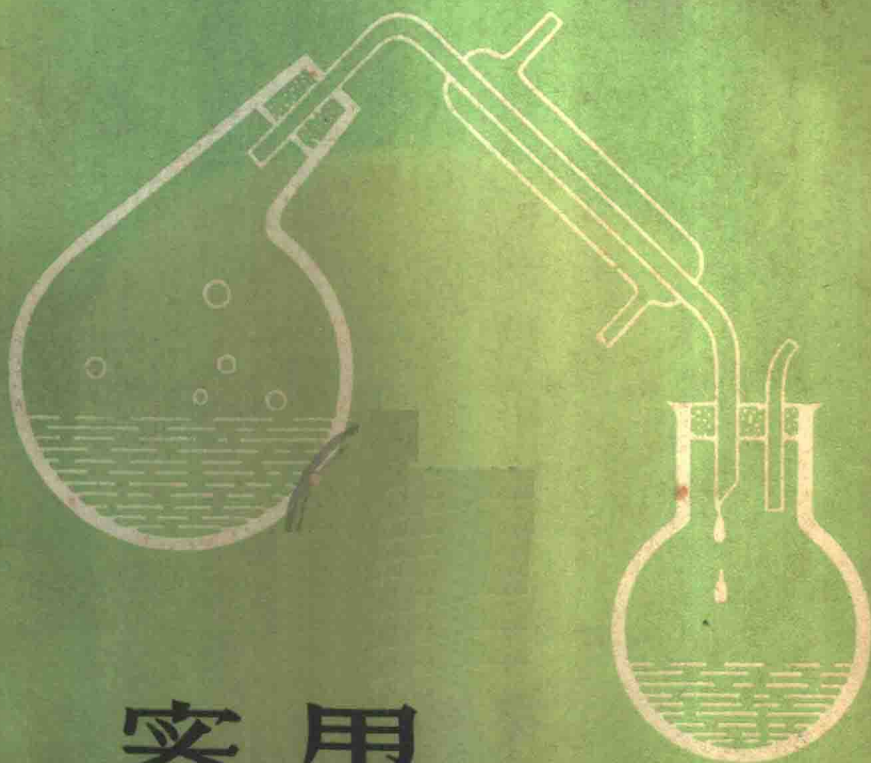


武汉大学化学系化工厂分析車間 編



实用 簡明化学分析法 (1)

化学工业出版社

本書是武汉大学化学系分析車間进行化学分析用的“操作規程”。目前該車間的主要任务是在鋼鐵、矿石、硅酸盐和碳酸盐、肥料四方面，所以先把这四部分的分析方法搜在第一輯中出版，以后再出其他各輯。

第一輯的主要分析对象是：鋼鐵、鉄矿、石灰石、耐火材料、水泥、粘土、土化肥等。

这些方法比較实用，我們特意介紹給广大讀者。

原来本書也是武大化学系二年級分析化学的實驗教材，所以它除了供地方工业从事化验工作的同志們閱讀外，亦可供化学系、化工系学分析化学的同學們参考。

实用簡明化学分析法

第一輯

鋼鐵、矿石、硅酸盐及碳酸盐、肥料

武汉大学化学系分析化学教研室 編

化学工业出版社出版，北京安定門外和平北路

北京市書刊出版业营业許可証出字第092号

化学工业出版社印刷厂印刷 新华书店发行

开本：850×1168毫米 $1/32$ 1959年8月第1版

印张：3 $12/32$

1959年8月第1版第1次印刷

字数：90字千

印数：1—13300

定价：(10)0.55元

書号：15063·0496

前 言

武汉大学化学系分析車間是在党的“教育为政治服务，教育与生产劳动相结合”的方针下建立和成长起来的。分析車間成立8个月来，为各生产单位做了2,100余个试样，10,000余个项目的分析工作。分析化学教研室和分析車間的同学們协力編成的操作规程“实用簡明化学分析法”是广大同学参加生产劳动的结晶，是党的伟大教育方针的胜利。“实用簡明化学分析法”是根据多快好省，土洋結合，大中小結合的原則編輯的，是为当前大跃进形势服务的。第一輯包括金属、矿石、硅酸盐、肥料的分析，主要的分析对象是鋼鐵、鉄矿、石灰石、耐火材料、水泥、粘土、土化肥等。书中选取的方法大都属于容量法和目視比色法。仪器簡單，操作也簡便。

“实用簡明化学分析法”一方面是分析車間日常用以分析外来化验任务所用的操作规程，一方面也是武大化学系二年級分析化学課的实驗教材。本书曾在校內刊印，这次出版已經过若干修改，但缺点錯誤仍然不可避免。我們誠悬希望同志們及时多多提出批評和建議，使本书能在实践中日臻完善。

武汉大学化学系分析化学教研室

1959年3月

第一輯 目 录

第一章 金 屬 分 析

概 述	5
第1节 鋼鐵分析	5
(一) 鋼鐵中諸元素的单独測定	5
(1) 总碳量的測定——气体容量法	5
(2) 硫的測定	10
一、燃燒法	10
二、硫化氢发生法	12
三、“土”发生法	14
(3) 磷的測定——钒钼黄比色法	16
(4) 硅的測定——重量法	17
(5) 錳的測定——亚砷酸盐-亚硝酸盐容量法	19
(6) 镍的測定——秋加叶夫試剂重量法	20
(7) 鉻的測定——高硫酸盐-銀盐容量法	22
(二) 鋼中五元素的特快分析法	23
(1) 磷的測定——钒钼黄比色法	24
(2) 硅的測定——硅钼蓝比色法	25
(3) 镍的測定——秋加也夫試剂比色法	27
(4) 錳的測定——高硫酸盐-銀盐比色法	28
(5) 鉻的測定——二苯氨基脲比色法	30
(三) 鋼鐵中碳、硫的土法快速分析	32
(四) 高速鋼中鎢的快速測定	39
(1) 比重法	39
(2) 酸碱容量法	40
第2节 銅合金中銅、鋁的測定	41
(一) 銅的測定——电解法	43
(二) 鋁的測定——EDTA 容量法	43

第二章 矿 石 分 析

第1节 鉄矿分析	45
----------------	----

(一) 全铁的测定——重铬酸钾法	45
(二) 二氧化硅的测定——动物胶重量法	47
(三) 钙与镁的测定——草酸盐-砷酸盐连续滴定法	49
(四) 硫的测定	51
(1) 空气燃烧-碘量法	51
(2) 硫酸钡重量法	55
(五) 硫、磷的连续测定	55
(1) 硫的测定——硫酸钡重量法	57
(2) 磷的测定	58
一、钼钒黄目视比色法	58
二、碱量法	59
(六) 氧化铝的测定——络菁 R 比色法	59
(七) 锰的测定——亚砷酸盐-亚硝酸盐容量法	61
(八) 铜的测定——半微量碘氟法	62
第2节 锰矿的分析	64
(一) 锰的测定——亚砷酸盐-亚硝酸盐容量法	64
(二) 铁的测定——重铬酸钾法	64
第3节 铜矿中铜的测定——碘量法	64
第4节 磷灰石中磷的测定	66
(一) 比色法	67
(二) 碱量法	68

第三章 硅酸盐与碳酸盐的分析

概 述	70
第1节 二氧化硅的测定	71
(一) 硅氟酸钡-酸碱容量法	71
(二) 动物胶重量法	73
(三) 碳酸盐的溶解及二氧化硅的测定	74
第2节 氧化铁的测定——重铬酸钾法	74
第3节 氧化铝的测定——醋酸锌 EDTA 容量法	76
第4节 氧化钙与氧化镁的测定——草酸盐-砷酸盐连续滴定法	80
第5节 碳酸盐中钙、镁的测定(EDTA 容量法)	83

第四章 肥料分析

概 述	87
第1节 氮的测定	87

(一) 碱量法	87
(二) 甲醛法	90
第2节 磷的测定	91
(一) 比色法	92
(二) 容量法	93
第3节 有效钾的测定 酒石酸-苯胺-碱量法	95

附 录

1. 重要元素的原子量	97
2. 分子量及化学式量	98
3. 武汉大学化学系分析车间现行误差范围表	99
4. 对数表	102

第一章 金屬分析

概 述

鋼鐵工業是我國社會主義建設中的主帥。目前，我國鋼鐵工業遍地開花，在生產過程中須作爐前分析以控制生產；生產出的產品須作鑑定以確定其規格。這些都需要用多、快、好、省地分析方法，使分析工作緊緊跟上飛速向前發展的鋼鐵工業。因此，落在分析工作者雙肩上的責任是非常重大，同時，也是十分光榮的。

金屬分析的對象是鋼鐵、有色金屬及其合金的分析。本章着重敘述普通鋼鐵的分析方法。

鋼鐵通常稱為黑色金屬。按其組成可分為生鐵、鐵合金、碳鋼及合金鋼。生鐵含碳常在2.5—4%，碳鋼含碳量在0.05—1.7%。絕大部分的碳與鐵生成化合碳，小部分的碳以游離的形式存在。此外，鋼鐵中還經常含有硫、磷、硅、錳等。鋼與鐵的性質與所含元素種類及含量有很大關係。通過對鋼鐵中諸元素的測定，便可確定其規格。

第1節 鋼鐵分析

(一) 鋼鐵中諸元素的單獨測定

(1) 總碳量的測定——氣體容量法

提要：在鋼鐵中碳以游離碳及化合碳的形式存在。鋼鐵中的碳影響鋼鐵的硬度、強度、延展性等性質，所以，精確地測定碳的含量有很大的意義。一般低碳鋼含碳0.05—0.3%，中碳鋼含碳0.3—0.7%，高碳鋼含碳0.7—1.7%。隨着碳含量的增高，鋼的硬度加大，延展性降低。本法是利用鋼樣在高溫管狀電爐中通氧在1150—1250°燃燒時，全部的碳均被氧化成二氧化碳。



所得 CO_2 与剩余的 O_2 混合，通过除硫管除掉 SO_2 ，經冷却至室温，导入量气管，测得混合气体的体积，利用水准瓶将混合气体移入盛有40% KOH 溶液的吸收瓶中，将 CO_2 全部吸收。再利用水准瓶将吸收后剩余气体移回量气管，测定其体积，两次体积之差即为 CO_2 之体积，再由刻度尺上讀出碳的百分率。量气管旁的刻度尺是将含碳1%的試样1克在 16°C 和气压760mm汞柱高时发生 CO_2 的体积刻为一大格，因此，当称样为1克时，碳的百分率可直接由尺上讀出，但須根据测定时的温度与压力查出校正因数以校正之。

例：若称样1.0000克，实验时从标尺讀得C%为0.605%，温度为 17°C ，气压750mm，由校正因素表查得此时之校正因数为0.9822。

則 $\text{C}\% = 0.605 \times 0.9822\% = 0.594\%$ 。

仪器与试剂 鋼鐵定碳仪：由供氧装置图1之(1)——(4)，燃烧装置(5)——(8)及容积定碳仪(9)——(14)三大部分构成，现簡述如下。

1. 氧气管：放置于安静、阴凉的场所。
2. 洗气瓶：內盛40% KOH (40克 KOH 溶于100ml水中)，用以除去所含少量 CO_2 。
3. 洗气瓶：內盛鉻酸混剂(10克 $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ 溶于10—20ml水中，必要时可加热溶解，在搅拌下慢慢加入180ml的粗浓 H_2SO_4)，用以吸收氧中的 SO_2 及有机物。
4. 干燥塔：內盛无水 CaCl_2 ，以除掉水分。
5. 管状电炉：由硅碳棒加热，最高温度为 1350°C 。
6. 热电偶高温計：用鉑鉑高温計。
7. 控制温度设备：用自动控温器或用自耦变压器附安培計，伏特計，以調节炉中温度。
8. 燃烧舟：由素烧瓷制成，在使用前須在同样温度通氧气灼烧一次，然后置于干燥器中，干燥器的盖不涂凡士林，以免瓷舟被沾污。
9. 除硫管：內装活性 MnO_2 ，能吸收鋼鐵燃烧时发生的 SO_2 。
活性 MnO_2 制法如下：取 MnSO_4 20克溶于500ml温水中，加浓氨水

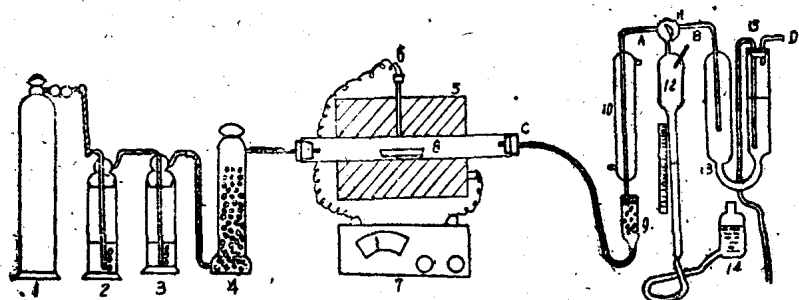


图 1 定碳仪全套设备

10ml, 搅匀, 加入 25% $(\text{NH}_4)_2\text{S}_2\text{O}_8$ 溶液 (25克 $(\text{NH}_4)_2\text{S}_2\text{O}_8$ 溶于 100ml 水中) 90ml, 煮沸 10 分钟, 再加浓氨水 5 ml 静置澄清, 用倾泻法以稀氨水 (1:99) 洗涤 10 次, 再用稀硫酸 (1:99) 洗涤, 以粗孔玻璃坩埚过滤, 用热水洗至无 SO_4^{2-} 为止。将沉淀在 110°C 烘 3—4 小时, 用研钵轻轻研碎成 20 筛孔左右备用。此 MnO_2 用久后颜色变淡, 即应更换。

10. 冷凝管: 使气体冷至室温。

为了防止燃烧炉的辐射热使量气管中的气体体积改变, 所以, 燃烧炉和量气管之间应保持足够的距离 (约一米)。

11. 三路活塞: 有三种工作位置, 即: 一、将气体由 10 导入 12, 二、由 12 导入 13, 三、由 13 经 A 管将气体放出。

12. 量气管: 旁有活动的刻度尺, 上端有自动浮塞。

13. 吸收瓶: 内盛 40% KOH, 瓶内有自动浮塞, 每次用后, 须将 KOH 溶液放出, 并用水洗净吸收瓶内部, 以防浮塞被胶住失灵。

吸收液不能用 NaOH 代替, 因为吸收 CO_2 后生成难溶于 NaOH 的 Na_2CO_3 固体, 妨碍吸收瓶的正常工作。

14. 水准瓶: 用以调节量气管内的压力, 以便将气体转移, 瓶内盛酸性水, 即在蒸馏水中加数滴 H_2SO_4 和甲基橙, 使现红色, 用 CO_2 饱和后使用。

如果吸收瓶中的硷液不慎落入量气管中时, 酸性水即变黄色, 表示量气管所测得的混合气体体积可能有误差, 应该将酸性水更换

(或酸化至紅色)，重新取样測定。

15. 虹吸管：放出吸收瓶中液体時用。

操作手續

准备工作 將各項儀器联接妥后，通电將燃燒爐加熱，控制電流慢慢由 $3 \rightarrow 5 \rightarrow 8$ 安培，待溫度超過 700° 后，增加到 $11-12$ 安培。開橡皮塞 C，調節三路活塞使量氣管與 A 管相通，將水準瓶置于木架頂板上，直至量氣管中充滿酸性水，浮塞自動關閉，再轉動三路活塞，使量氣管與 B 管相通，將水準瓶置于木架底板上，待左面吸收瓶充滿 KOH 溶液為止，再調節三路活塞使量氣管與 a 管相通，輸入 O_2 ，使氧氣通過量氣管，由水準瓶內逸出，如水準瓶內氣泡速度與洗滌瓶 2 相同，為儀器不漏氣之證明。

測定手續 置水準瓶于木架頂板上，使量氣管充滿酸性水，浮塞自動關閉，將三路活塞轉至互相隔離位置。

當燃燒爐溫度達到 $1150^{\circ}C$ 到 $1250^{\circ}C$ 之間時，將鋼鉄 0.5000 克或 1.0000 克，傾入灼燒過的燃燒舟內（為了防止燃燒鋼樣時瓷舟破裂，可在瓷舟中預先墊一些粉狀 Al_2O_3 ，使熔融鋼液不直接和瓷舟接觸。對於某些難溶的高合金鋼和鉄合金，須加一些熔劑復蓋在鋼樣表面，以幫助熔融和氧化，常用的熔劑是純銅，純鉛或純錫），將瓷舟置于赤熱區附近，預熱約半分鐘，再用長鉤慢慢推入燃燒管中心之最灼熱處，立即塞上橡皮塞 C，以每秒 3—4 個氣泡的速度通入 O_2 燃燒之，開三路活塞，將所發生氣體引入量氣管，用手持水準瓶慢慢下移，在燃燒過程中，水準瓶隨着量氣管中的液面徐徐下降，并使水準瓶內液面恒稍低於量氣管內的液面。當量氣管內的液面進入量氣管下部，迅速下降時，握住三路活塞，待量氣管內水面降低至標尺零点附近時，關閉三路活塞，開橡皮塞 C，關閉 O_2 ，減弱電流，用長鉤鉤出燃燒舟，待冷，觀察舟內熔塊形狀，如未完全燃燒，應重取样燃燒之。

用手持水準瓶，使瓶內水面與量氣管水面等高，調整標尺，使標尺零点與量氣管、水準瓶的水面等高（必須注意，標尺經調整后，位置不能再移動）。

轉動三路活塞使量氣管與吸收瓶相通，并舉起水準瓶，將氣體

压入吸收瓶内，再将水准瓶放下，使气体回入量气管，如此处理两次，混合气体中的 CO_2 充分被吸收，最后，使水准瓶内之水面与量气管水面等高，记下此水面在标尺上的读数，并记录测定时的温度与压力，由校正因数表查出校正因数，计算试样含碳百分率。

$$G\% = \frac{A \times F}{G}$$

式中：A——量气管标尺上的读数；

F——温度与大气压力之校正因数；

G——样重(克)。

注

1. 操作时温度读准至 0.5°C ，压力读准至 1 mm；如读得数值在校正因数表上没有载入时，可取其平均值。

例如：在校正因数表上有下列数值：

	17°	18°
750mm	0.9822	0.9778
752mm	0.9849	0.9804

如操作时温度为 17.5°C ，压力为 750mm，则校正因数为：

$$\frac{0.9822 + 0.9778}{2} = 0.9800$$

(校正因数表系仪器附件，也可查戴莫夫：“矿石与金属的工业分析 下册”)

2. 燃烧管的位置要很好固定，不得任意移动或转动，因为移动时瓷管冷的部分突然移入灼热的炉心，会引起炸裂。瓷管转动时，内面的瓷舟倾翻，熔融的钢水会侵蚀瓷管。

3. 定碳仪如不连续使用时，应在每次用完后，放出 40% KOH 吸收液(装回原试剂瓶中)，洗涤吸收器，其洗涤方法如下。

利用水准瓶将吸收器左右两臂的液面处理至等高，将三路活塞放在使 A、B 管相通的位置，由 D 管压入空气(或吹气)使 KOH 经虹吸管流入盛 KOH 的瓶中。

揭开虹吸管上的橡皮塞，注入蒸馏水约 700ml，利用水准瓶使

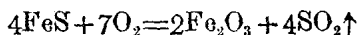
水充滿吸收瓶的左臂，并浸潤及各个自动浮塞，然后再使吸收瓶左右臂液面等高，利用虹吸管将水放出，同样用蒸餾水再洗一次。第二次洗出的水用手指試之，应无滑膩的感觉。

(2) 硫的測定

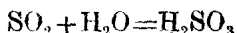
硫主要以FeS及MnS形式存在于鋼鉄中，在鋼中发生偏析，在高温时变脆，称为“热脆性”。硫是鋼鉄中的有害元素，在普通結構鋼中，允許含量为0.05—0.07%，在生鉄中的含量則比这高些。

一、燃烧法：

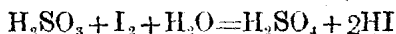
提要 鋼鉄中硫主要是硫化物(FeS及MnS)状态存在，此种硫化物在1250~1350°C时通氧气中燃烧，全部的硫化物即轉化为SO₂。



生成的SO₂被吸收液(淀粉液)吸收：



此时用标准碘液滴定：



根据消耗碘量的体积計算硫的含量。

試剂 1. 淀粉液0.5%：称取5克可溶性淀粉加20毫升冷水調匀，倒入980毫升沸水中，加2滴HCl煮沸2—3分钟，冷却后，取清液(必要时过滤)备用。

2. 标准碘液(約0.005N)：称取0.65克碘和5克KI加10毫升水調匀，待固体完全溶解后，稀释至1升。

：碘溶液的标定：

a. 直接法：称取含硫量为已知的标准試样，在与分析未知試样相同的条件下进行測定，按下式求出碘溶液对硫的滴定度T(1ml碘液相当于硫重的毫克数)：

$$T = \frac{W \times 1000 \times S}{V \times 100} = \frac{10WS}{V}$$

式中：W——标准試样重(克)；

S——标准試样含硫百分率；

V——碘溶液体积。

b. 間接法：配制标准 KBrO_3 (或 KIO_3) 和标准 $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 溶液来标定碘溶液。

标准 KBrO_3 溶液：将 KBrO_3 少許在 110°C 烘干 1 小时后，称取 0.1392 克稀释至 1 升，即得 0.005N 的 KBrO_3 标准溶液 (如用 KIO_3 ，则称取 0.1783 克)。

用粗天平取 $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ 1.3 克，用水溶解加入 Na_2CO_3 0.1 克稀释至 1 升，其浓度约为 0.005N。

用移液管取标准 KBrO_3 溶液 25 毫升，加 10% KI 5 毫升，1:2 HCl 5 毫升，盖住，在暗处静置 3 分钟，用 $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 滴定至溶液成浅黄色，加淀粉液 5 毫升，继续滴定至蓝色消失，根据公式 $N_1V_1 = N_2V_2$ 计算 $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 溶液的浓度。

于錐瓶中放标准碘液 25 毫升，立即用标准 $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 滴定至浅黄色，加淀粉液 3 毫升，继续滴定至蓝色消失，根据公式 $N_1V_1 = N_2V_2$ 计算碘溶液的当量浓度。

操作手續

1. 称取試样 0.1—1 克 (根据含硫量多少可以增减) 均匀放于已鋪好 Al_2O_3 的瓷舟內。

2. 放 20 毫升淀粉溶液及 50 毫升蒸餾水于 150 毫升錐瓶內，并准备好滴定用的碘溶液。

3. 待电炉温度达到 1250°C 时在吸收液中滴加标准碘液至浅蓝色，将盛有試样的磁舟慢慢推入磁管中心最灼热处 (注意預热以免磁舟断裂) 将气体出口管插于吸收瓶中的淀粉底部，以每秒 3—4 个气泡的速度通入氧气，搖动吸收瓶，如蓝色褪去，则立即滴加碘液，使吸收液保持浅蓝色，最后試样燃烧完全，发生之气体在 1 分钟內不能使淀粉液褪色，即停止滴定，准确記下碘液体积。

4. 滴定完毕，断絕氧气，打开磁管一端橡皮塞，用耐热金属鉤拉出磁舟，如吸收液保持浅蓝色，可继续做下一份测定，每份吸收液可重复使用 4 次。

計算 用直接法标定时：

$$S\% = \frac{TV}{\text{样重(克)} \times 1000} \times 100$$

式中：T——标准溶液对S的滴定度（每ml = 若干mg）；

V——标准溶液体积。

用间接法标定时：

$$S\% = \frac{NV \cdot \frac{32}{2000}}{\text{样重(克)}} \times 100$$

式中：N——标准溶液的当量浓度；

V——标准溶液的体积。

注

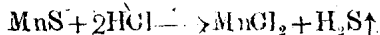
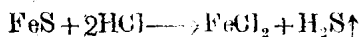
1. 滴加碘液应随蓝色褪去速度而定，但往往难于控制而加入过量的碘液成深蓝色以至使该测定失败，建议用标准的 $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 回滴以挽救之。

2. 氧气流速度不能过大，也不能过小，过大一方面会带走大量氧化物（ Fe_2O_3 ）另一方面吸收液来不及吸收气泡中的 SO_2 ；氧气太少，S不能充分与 O_2 结合成 SO_2 而部分升华都会影响结果。

3. 如磁管中积有钢铁残渣，则由于 Fe_2O_3 的接触作用使部分 SO_2 氧化为 SO_3 ，不能被吸收液吸收，因而得偏低的结果。

二、硫化氢发生法：

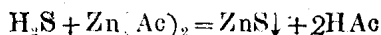
提要 钢中硫以硫化物形式存在，当用盐酸溶解样品时，则有硫化氢气体发生，其反应如下：



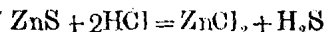
同时铁也被溶解：



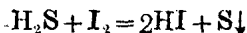
析出的 H_2S 以 $\text{Zn}(\text{Ac})_2$ 溶液吸收：



于 ZnS 沉淀中加入盐酸：



发生硫化氢与加入碘作用：



过量碘用硫代硫酸钠反滴定。

试剂

1. 盐酸(3:1): 3份浓HCl与1份水混合。
2. 盐酸(1:2): 1份浓HCl与2份水混合。
3. $\text{Zn}(\text{Ac})_2$ 溶液: 将250毫升醋酸用水稀释至500毫升, 加25克 $\text{Zn}(\text{Ac})_2$, 温热溶解, 冷后再稀释至1升。
4. 标准碘溶液, 约0.005N: 称取碘0.65克、KI 5克, 加10毫升水调匀, 待固体完全溶解, 稀释至1升(标定方法见上节“燃烧法”)。
5. 标准 $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 溶液约0.005N: 称取 $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ 约1.3克, 用水溶解, 加入 Na_2CO_3 0.1克, 稀释至1升(标定方法见上节“燃烧法”)。
6. 淀粉液0.5%(见上节“燃烧法”)。

仪器 如图2

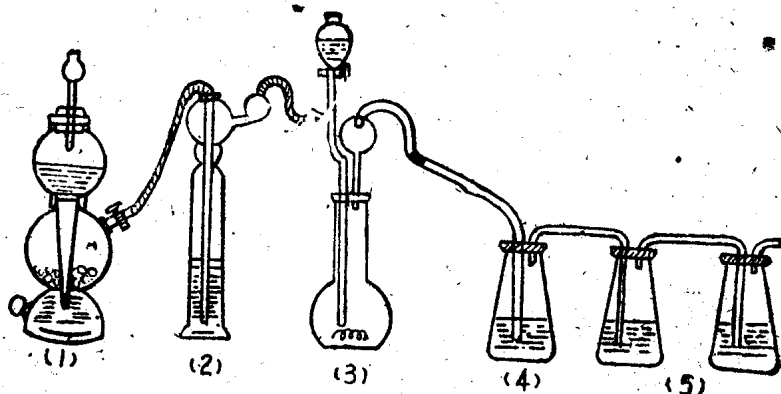


图2 发生法定硫装置略图

1. 启普气体发生器: 用粗盐酸与大理石作用产生 CO_2 。
2. 洗气瓶: 内盛10% $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ 溶液, 用以吸收 CO_2 中微量 H_2S 。
3. 反应瓶: HCl 与样品在此发生反应, 瓶下用酒精灯加热。
4. 錐瓶: 内盛蒸馏水以吸收盐酸蒸气。

5. 吸收瓶(二个): 均盛有 $\text{Zn}(\text{Ac})_2$ 溶液, 以吸收 H_2S 。

操作手續. 取样 2 克, 称准至三位有效数字, 置于反应瓶中, 将仪器各部联接, 在第一錐瓶中盛蒸餾水 10 毫升, 另二錐瓶中分别加入 30 毫升 $\text{Zn}(\text{Ac})_2$ 溶液, 通入 CO_2 5—10 分钟, 驅尽各瓶中空气。

停止通入 CO_2 , 在分液漏斗中加 3:1 HCl 50 毫升、分数次緩緩流入反应瓶中, 使洗气瓶中的气泡每秒約 4—5 个。稍微加热, 如反应剧烈, 应移去酒精灯, 待反应減緩后, 再行加热, 并慢慢通入 CO_2 , 試样全部溶解后, 将溶液煮沸 5 分钟, 此时应注意錐瓶中液体可能发生反吸, 当錐瓶中导气管液面上升时, 可稍加大 CO_2 气流, 煮沸后 CO_2 气流加大, 減弱反应瓶下的火焰, 在盛蒸餾水的吸收瓶下加热微沸 5 分钟, 使溶于水的 H_2S 排入吸收瓶。

将两个吸收瓶內沉淀及溶液混合, 冷至室温, 用滴定管加入标准碘溶液至呈浅黄褐色为止, 加 1:2 HCl 15 毫升 (注意导管上沉淀必須洗下) 搖匀, 用标准 $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 滴定至浅黄色, 加淀粉液 5 毫升, 繼續滴至蓝色消失。

計算

$$S\% = \frac{(N_1 V_1 - N_2 V_2) \times \frac{32}{2000}}{\text{样重(克)}} \times 100$$

式中: N_1 ——标准碘液浓度;

N_2 ——标准 $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 溶液浓度;

V_1 ——标准碘液体积;

V_2 ——标准 $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 溶液体积。

三、“土”发生法:

提要 本法利用硫化氢发生法的原理, 将仪器簡化, 在日常分析中, 亦可得到滿意結果。

仪器 “土法”发生器

1. 发生瓶: 由一个玻璃磨口的 250ml 洗瓶改装。
2. 安全管: 用一个残缺的 25ml 移液管弯成。
3. 吸收瓶: 用 100ml 錐瓶, 內盛吸收液。

試剂

1. 盐酸 1:1: 等体积浓 HCl 与水混合。

2. 硫酸锌的氨溶液(吸收液): 溶解 $\text{ZnSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ 100 克于 500ml 水中, 加入浓氨水 500ml, 溶液应清澄无色, 如溶液显黄褐色或有 $\text{Fe}(\text{OH})_3$ 等沉淀, 应静置一昼夜以上, 过滤后使用。

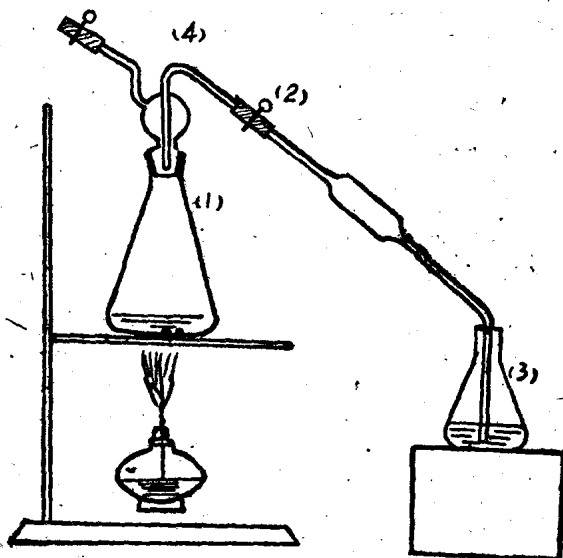


图 3 “土法”发生法定硫设备

3. 淀粉溶液, 0.5% (见“燃烧法”)。

4. 碘酸钾标准溶液 ($1\text{ml} \approx 0.1\text{mgS}$): 称取 KIO_3 0.228 克置于 1000ml 量瓶中, 加 NaOH 1g, KI 10 克, 加水溶解, 稀释至刻度。如缺乏 KIO_3 试剂时, 可用 0.005N 左右的标准碘液代替 (见“燃烧法”)。

5. NaF , 固体。

操作手續 称取试样 0.2—1 克 (生铁约 0.2 克, 土钢 0.3—0.5 克), 置发生瓶中, 在吸收瓶中放硫酸锌氨 10ml, 水 60ml, 接好仪器, 在发生瓶中加入 1:1 HCl 25 ml (试样超过 0.5 克时, 应酌量增加 HCl , 分析生铁时, 应加入米粒大的 NaF 结晶 2 颗) 微热使溶, 约经 10—15 分钟样品即完全溶解, 然后煮沸 1 分钟以逐出发生瓶内的 H_2S , 如安全管中发生倒吸现象时, 应控制铁夹 (4) 以防吸收液被吸入发生瓶, 并同时加大火焰。