

部 頒 標 准

(13)

鋼 鐵

化学分析方法

中 华 人 民 共 和 国 冶 金 工 业 部

中華人民共和國 重工業部	部 頒 標 準	重 65—55
	化 驗	Ⅲ—09組

總 說

I、現行標準方法，為仲裁檢驗時必需採用者，並宜在收料及發料時檢定之用。

II、現行標準方法中，同一元素所列之不同分析方法，當仲裁檢驗時，可由仲裁單位及請求仲裁之雙方，用協商方式決定採用某一方法進行。所用試樣應由爭議之雙方會同採取。

III、公差：本方法中所載公差，僅為保證與判定分析結果之準確度而設，與其他部門不發生任何關係。在平行分析時，所得之分析結果相互間之偏差，在所列公差絕對數值兩倍以內者，（即±若干）均應認為有效，以求得其平均值。在作多次平行分析結果中，若有極少數數據超出所列公差絕對數值兩倍者，可視數據分佈情況，同時認為所得數據已足夠確定分析結果時，可權宜棄去，不參加平均；否則應再補做若干數據或重做。

為確定分析結果，應取得4—9個合用之結果平均之。在判定分析結果之準確與否時，將原分析結果與經多次分析所確定之結果比較或與裁判分析結果相比較，如不超出公差所規定之絕對值者，則原分析結果應認為合格，且因原分析結果而牽涉及其他方面者，分析部門與分析人員不負任何責任。原分析結果如係經多次平行分析結果平均後求得者，則在檢查時，所分析之次數，應多於原分析之次數。

用標準試樣校驗時，結果偏差不得超過所載公差絕對數字。

一 般 規 定

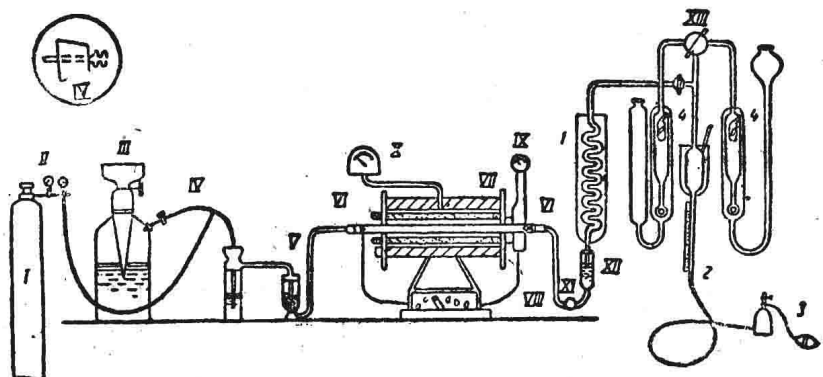
1. 鋼鐵試樣應為細屑（或粉狀），必須乾淨無油無銹，不得含其它雜質；必須保存於有蓋之玻璃（或金屬）容器中，分析後之試樣至少保存六個月。
2. 試樣須用分析天秤稱重，其靈敏度應達到0.1 mg。
3. 試劑配製及分析所用之水，均用蒸餾水。
4. 試劑除特殊規定者外，應採用化學純品或分析純品。
5. 每批熔劑、試劑（包括蒸餾水）用於分析某一元素時，必須按照該元素的分析方法，進行空白檢定；並將空白檢定結果，於試樣檢定結果中減去。如試劑品質太差，應停止使用。
6. 方法中所載之溶液，除指明溶劑外，均係水溶液。如10%氯化鈉溶液係指100 ml 溶液中含有氯化鈉10g。
7. 方法中所載例如：1: 2之溶液，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份（指體積而言）與水2份之溶液。
8. 方法中所載熱水或熱溶液，係指其溫度在60—70℃；溫水或溫溶液，係指其溫度在40—45℃。
9. 有毒試劑（如氫氟酸等）之蒸發，必須在通風厨內進行。
10. 容量器皿、法碼及天平等應經常注意其準確度，必要時予以校正。

第一部分普通鋼鐵化學分析方法

一、總碳量的測定

1. 試驗儀器（第1圖）

重工業部鋼鐵 檢驗會議提出	重工業部批准 1955年7月29日	實施日期 1955年10月1日
------------------	----------------------	--------------------



第 1 圖

1. 氧氣瓶 I。
2. 減壓活門 II。
3. 蓄氣瓶 III：緩和氧氣流之用。
4. 洗瓶 IV：內盛濃硫酸，約深 30—40mm，瓶內細管用以防止硫酸逆流，側管與乾燥塔相通。
5. 乾燥塔 V：上盛無水氯化鈣，下盛蘇打石棉（或蘇打石灰），中隔玻棉，乾燥塔底部及頂端均需鋪以玻棉，用橡皮管自塔底與散熱玻管相接。
6. 散熱玻管 IX：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. 高溫計 X 及熱電偶。
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 10 mm 之玻管，長約 100 mm，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. 容量定碳儀 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 ml。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），管之上部膨大部份插有溫度計，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氯化鈉溶液，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 mm，內徑為 20mm。使用前用軟鐵絲刷擦淨之，並將燃燒管全部灼燒一次，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 67mm 寬 7mm 高 8mm。

二號燃燒舟長72mm寬9mm高9mm。

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。燒灼後備用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鉤：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。

17. 水銀氣壓計。

附註：目前國內各處使用定碳儀之形式各不相同，可按儀器說明書及上述裝置參照使用。

II、試 劑：

1. 硫酸：比重1.84。

2. 無水氯化鈣。

3. 蘇打石棉（或蘇打石灰）。

4. 水準瓶內所盛溶液：照儀器說明書所規定者配製。否則用氯化鈉25%之溶液；於400—450ml溶液中，並加有濃硫酸5—6滴，及甲基橙溶液數滴。

5. 氫氧化鉀溶液：照儀器說明書所規定者配製。否則用40%之溶液。

6. 粒狀二氧化錳：溶硫酸錳（ MnSO_4 ）20g 於500ml溫水中，加氫氧化銨（比重0.88）10ml搖勻後，加入高硫酸銨溶液（25%）90ml，隨加隨攪。煮沸10分鐘，再加入氫氧化銨1—2滴，靜置澄清（如不澄清，再加高硫酸銨溶液）。用傾洗法以稀氫氧化銨洗滌十餘次，再用稀硫酸洗滌，最後用熱水洗滌，並抽濾之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、純銅、純鉛或銅、鉛之氧化物。（帶狀或20網眼粒狀物均可）凡熔劑均應於使用前檢定其含炭量，不得超過0.005%。

III、分析方法

稱試樣（含碳量1.5%以下，稱0.5—2g；或含碳量1.5%以上，稱0.2—0.5g）於燃燒舟內，難熔之鋼樣須覆以熔劑約0.2g。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，一分鐘後，通入氧氣燃燒之，依據定碳儀之操作規程，所得之讀數，乘以溫度及壓力之校正係數，並以試樣重量除之，即可求得碳之百分率。

碳量測定的準確率：

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300mm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璃管Ⅺ中之玻璃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。

二、石墨碳量的測定

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10mm加鹽酸（比重1.19）煮沸數次，至新加入之鹽酸不成黃色（無鐵質）為止，然後用熱水將酸洗去，烘乾，於800—950℃通氧氣燒灼之。其含碳量必須檢定，可用等量之石棉（即與石墨分析時所用之量相同）於燃燒爐中經過燃燒後求得之。

2. 稀硝酸：1:1 之溶液。

3. 氫氟酸：40%。

4. 酚酞溶液：1%，溶酚酞 5g於 300ml乙醇內，加水 200ml。

5. 氫氧化鈉：約 0.1 N之溶液。

III、分析方法

稱試樣0.3—1g（稱量之多少視石墨含量而定），置於 250ml 之燒杯中，加稀硝酸 25 ml，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砂盤上加熱。

設有多量之矽酸沉澱析出，則須加入氫氟酸 1—2ml，繼續於通風櫥中加熱，使大部份之矽酸成 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 ml，再將溶液加熱使沸騰15至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℃）洗滌沉澱及石棉濾層，至洗液不呈酸性反應為止（可收集洗液 2 ml 於試管中，加酚酞溶液 1 滴及氫氧化鈉溶液 1 滴，如硝酸洗淨則溶液應呈鮮紅色）。

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℃之烘箱中乾燥之，約30至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。

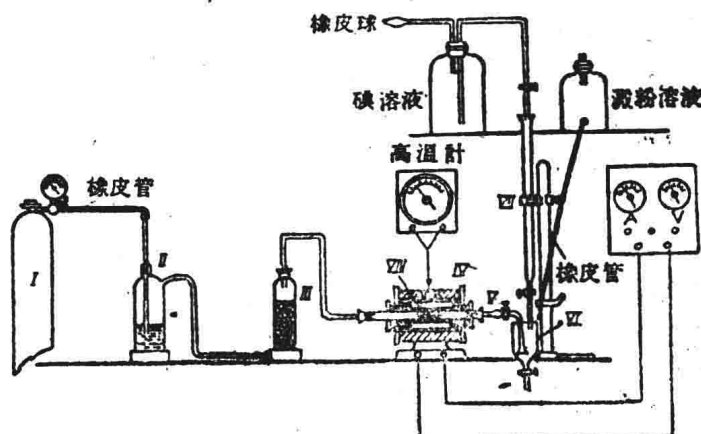
石墨百分率之計算及測定的準確率見測定總碳量III節。

三、硫量的測定

甲、燃燒法碘量法

I、試驗儀器（第2圖）：

1. 附有減壓活門之氧氣瓶 I。
2. 洗瓶 II：內盛濃硫酸，約深 30—40mm，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（或蘇打石灰），中隔玻璃棉，上層盛無水氯化鈣。乾燥塔之頂部及底端均需鋪以玻璃棉。
4. 管式爐 IV：為平臥式，附有電阻器，電流表，電壓表，熱電偶及高溫計。



第 2 圖

5. 燃燒管：長 600 mm，內徑為 20mm，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）：內裝玻棉用以阻留氣流所帶出之固體物。球形管之他端接有 5 mm 直徑並附有活塞之直角彎玻管，用以將燃燒出之氣體經活塞導入於吸收器中。此彎玻管橫端之長為 90mm，豎端之長為 250 mm，管之尾端為中空之玻璃球，附有逸散氣體之細孔多個。

7. 圓筒形玻璃吸收器Ⅵ：吸收器高 300 mm，直徑 30—35mm，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 ml。

9. 燃燒舟Ⅳ：長 67—72mm，寬 7—9mm，高 8—9mm，燃燒舟在使用前須於 1000—1100°C 之烘爐或管式電爐中用氧氣灼燒。燒灼過之燃燒舟應置於乾燥器中，乾燥器之蓋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：稱碘 1.9845g 於有蓋之玻璃秤瓶中，秤後傾入於盛有碘化鉀 15g 及水 60 ml 之玻瓶（附有玻塞者）中，俟碘全溶後，將溶液移於暗色玻瓶中，加水稀釋之至 5000 ml，並混勻之。

1 ml 碘溶液相當於硫量之 g 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份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 g 數，

V = 滴定所用碘標準溶液之 ml 數。

設鋼鐵試樣為 0.5 g 時，1ml 之碘標準溶液應相當於約 0.01% 之硫。

2. 澱粉溶液：1%，稱可溶性澱粉 10g 於盛有 50 ml 水之研鉢中，仔細磨研，並徐徐注入於 950 ml 之沸水中，滴入鹽酸 2 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 3g 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 200ml，注入於 5000 ml 之水中。

III、分析方法

先檢查所用燃燒管是否含有揮發性物質（即還原質），當爐溫達 1250—1300°C 時，將燃燒管之管口用塞塞住，加吸收液 60ml 於吸收器中，將活塞轉開，輸入氧氣，用滴定管滴入碘標準溶液數滴至溶液呈淺藍色。

設氧之迅速氣流通過數分鐘後，吸收器內溶液之顏色消褪，則係管內有與碘發生反應之還原性物質排出，此時應不關閉氧氣，再加碘標準溶液數滴於吸收器中，繼續燃燒至碘標準溶液之淡藍色不褪為止。

然後再燃燒標準樣品 0.5g 以檢驗儀器之準確性。先將輸氧管之活塞關閉，拔開燃燒管前端之橡皮塞，用鉤子將盛有標準樣品之燃燒舟推入至燃燒管之中心處，即刻將管口塞住，預熱 1 分鐘，輸入氧氣，輸氧之速度以能使吸收器中液體之水平升高 30—40mm 為妥。

當由燃燒管中進入於吸收器中之氣體開始使吸收器中之下層溶液褪色時，即由滴定管中滴加碘溶液，務須使溶液之藍色於燃燒期間不致消失。當吸收器中之溶液褪色較緩時，應以較緩速度將碘標準溶液滴入，使溶液之淡藍色能保持不變，即須維持燃燒開始前之色澤深度，然後再繼續輸氧一分鐘。

燃燒完畢後，記錄滴定所用之碘標準溶液之 ml 數。用鉤將燃燒舟由燃燒管中鉤出，置於厚石棉板上，觀察舟內之熔融氧化物應為硬質狀態而平鋪於燃燒舟之底部，不得有氣泡，將溶液由吸收器內放出，並用水將吸收器洗淨。

設用標準樣品檢定硫量而得到滿意之結果時，可進行檢定試樣中之硫量，即稱鋼或鐵之試樣 0.5 g，照上述方法燃燒。

硫之百分率可用下式計算之：

$$\% S = \frac{v \cdot a \cdot 100}{G}$$

式中：v = 滴定所用碘標準溶液之 ml 數，

a = 1 ml 碘標準溶液相當於硫量之 g 數，

G = 試樣之 g 數。

附註：1. 檢定硫量所用之試樣鑢屑務須細薄，因粗屑於燃燒時常生氣泡，而氣泡中常裹有含硫之氣體。

2. 生鐵及合金鋼須預熱 2 分鐘。

3. 燃燒數次後，應將吸收器前之輸氣玻管及燃燒管之尾端用軟鐵絲刷將鐵氧化物刷去，並用壓縮空氣球將殘留之粉狀物吹淨。不應使用黏有頗多熔渣之燃燒管，因能使結果降低。

4. 如於檢定硫量時所得結果較實際為高，其原因可能係燃燒管及燃燒舟預先未曾燒透，或由於橡皮塞燃燒所致。

硫量測定的準確率：

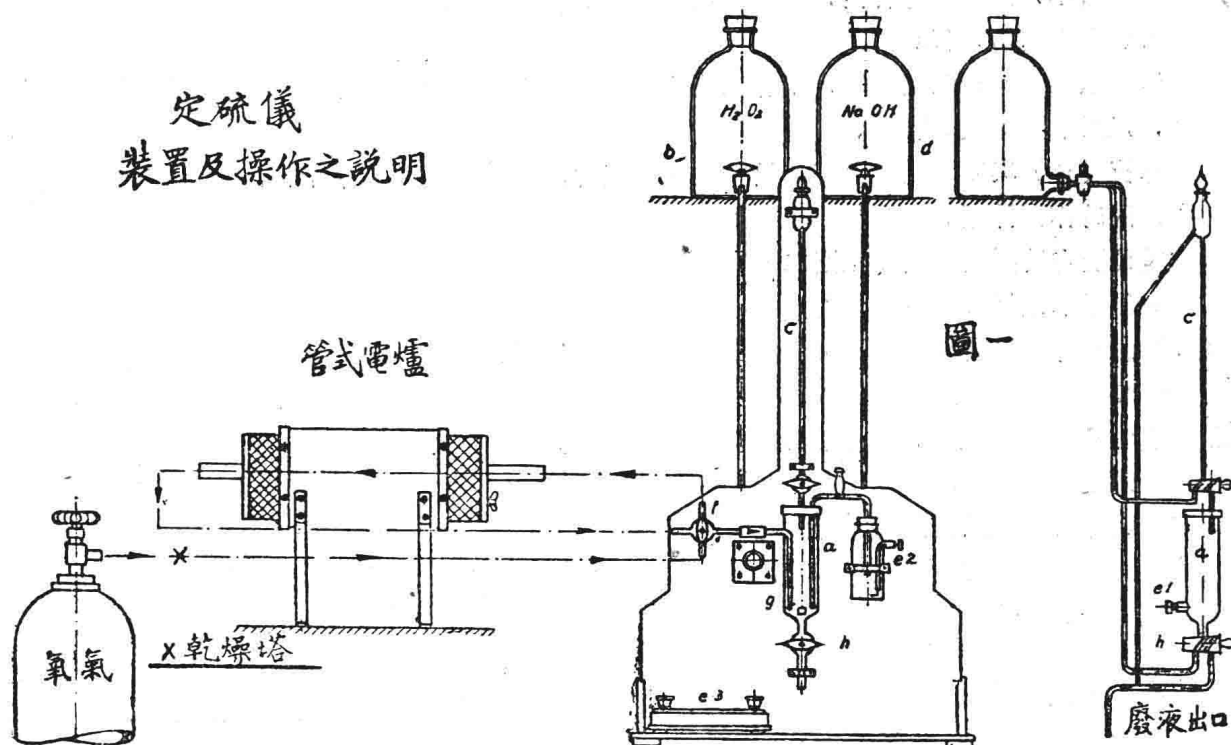
含 硫 量	公 差
至 0.02%	±0.002%
0.02% 以上至 0.05%	±0.004%
0.05% 以上至 0.10%	±0.006%
0.10% 以上至 0.20%	±0.010%
0.20% 以上	±0.015%

乙、燃燒法——酸鹼電位滴定法

I、試驗儀器（第 3 圖）

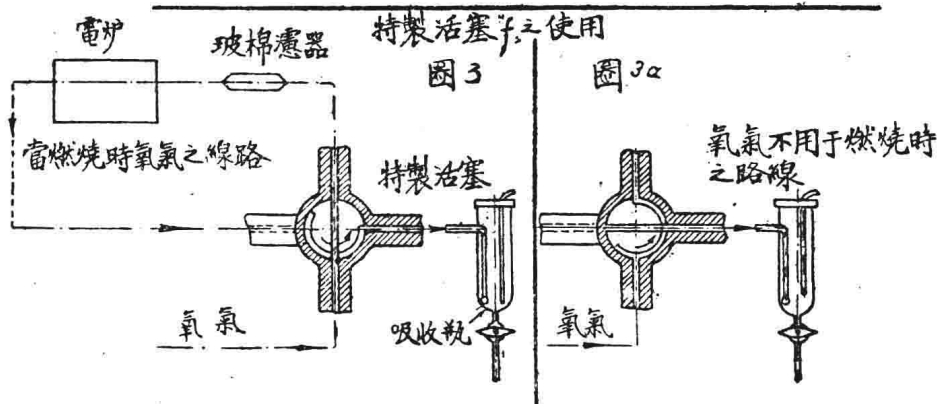
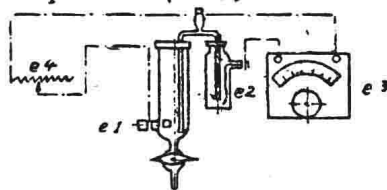
1. 附有減壓活門之氧氣瓶。
2. 洗瓶：內盛濃硫酸約為瓶高之 $\frac{1}{3}$ 。
3. 乾燥塔：下層盛蘇打石灰，上層盛無水氯化鈣，底部及頂端均鋪以玻棉。
4. 管式爐：為平臥式附有熱電偶，高溫計及自動控制設備，爐溫可達到 1300℃。
5. 燃燒管：最好用縮節者，在縮節部分可加以玻棉以阻留固體物，如用普通燃燒管，所用之橡皮塞，應用石棉層保護，以免燒着，引起結果之錯誤，並在出口處加一球形管，內裝玻棉，以阻留固體物，燃燒管兩端與特製活塞（f）相連接（見圖一）燃燒管氣流出口與活塞間連接之距離愈短愈好。
6. 過氧化氫吸收液貯存瓶（b）：容積 5L 架於高處，用玻璃管與滴定瓶（a）相接，用插有內盛玻棉之球形乾燥管之橡皮塞塞住瓶口。

定硫儀 裝置及操作之說明



電位計之裝置

圖二



第3圖

7. 氫氧化鈉標準溶液貯存瓶 (d)：容積 5 L 架於高處，用玻管與自動滴定管 (c) 相接，用插有內盛蘇打石灰之球形乾燥管之橡皮塞塞住。

8. 自動滴定管 (c) 容積 4.00 ml 刻度 400 格，自動校正零點，滴定管位於滴定瓶 (a) 之上。

9. 特製活塞 (f) 與乾燥塔，燃燒管兩端及滴定瓶連接，其綫路如圖一所示，此特製活塞並可使氧氣與燃燒管切斷，而經由一四週極嚴密之小槽，繼續通入氧氣經導管而進入滴定瓶內，如圖三 a 所

示，因此吸收液不能回昇進導管內，避免硫被潮濕的導管所吸收，而發生錯誤，且可節省沖洗導管之時間，並可使測定連續進行。

10. 滴定瓶 (a)：為圓柱形，下有三路活塞，可注入吸收液及排出滴定後之溶液。滴定瓶上有若干刻度，以指示吸收液之容量。

11. 導管 (g) 與特製活塞連接，熔接於滴定瓶內，末端呈球形，有若干小孔，以放出氣體被吸收液吸收，同時作攪拌用。

12. 電位滴定裝置及連接 (見圖二)

(1) 鉑指示電極 (e1) 焊接於滴定瓶。

(2) 汞參考電極 (比較電極) (e2) 其製備方法如下：

在杯形容器內裝入純淨水銀約高 10 mm，上面加固體醋酸亞汞 (註 1) 厚約 5 mm 者一層，然後加入醋酸鈉溶液 (2N) 至滿，用插有鹽橋之橡皮塞塞住。

(3) 電流計 (e3)。

(4) 阻力 (e4) 以調節電流計之靈敏度。

(5) 鹽橋：盛滿硫酸鉀飽和溶液，長臂插入滴定瓶內，短臂通過橡皮塞插入參考電極內。

II、試 劑：

1. 蒸餾水：所使用之蒸餾水必須煮沸至不含二氧化碳。

2. 吸收液：在 15L 不含 CO_2 之蒸餾水中，加入 H_2O_2 (30%) 150ml 及 K_2SO_4 溶液 (6%) 100 ml 及濃硫酸 1 滴。

3. 氫氧化鈉標準溶液 (約 1/160N 溶液)：溶氫氧化鈉 1.25g 於 5000ml 水中，此溶液應依照下述分析方法用已知含硫量之標準樣品標定之。

4. 溶劑：純銅或純錫等。但必須先用同樣分析方法檢定其含硫量。

III、分析方法

事先檢查整個系統是否嚴密，將爐溫調節至 1200°C (適用於炭素鋼) 或 1250°C (適用於合金鋼)。

使吸收液注入於滴定瓶至 50ml 刻度處，同時通入氧氣，因雙氧水係酸性，故滴入氫氧化鈉標準溶液使成中性，即電流計指針指在零點處。然後將特製活塞轉動，使氧氣不通過燃燒管而直接通入滴定瓶，以保證吸收液不能回昇進入導管。

稱試樣 0.5g 或 1g 置於燃燒舟中，在需要時可加入熔劑 (錫粒或其他) 0.2g 左右，預熱 1—2 分鐘後，轉動特製活塞使氧氣通入燃燒管，加強氧氣流，並加以調節使在燃燒時供給更多量之氧，燃燒終結後 (註 2) 可藉電流計指針偏斜幾近停止看出，必要時需改變阻力，以保護電流計及調節其靈敏度，即可開始滴定，繼續滴加氫氧化鈉標準溶液至電流計指針達到零點，讀取滴定管讀數。放出吸收液。

硫之含量可依下式計算之：

$$\%S = \frac{v \cdot a \cdot 100}{G}$$

式中：v = 滴定用去氫氧化鈉標準溶液之 ml 數。

a = 1 ml 氫氧化鈉標準溶液相當於硫的 g 數。

G = 試樣重 (g)。

附註：1. 醋酸亞汞可用下法製備：溶 20 份硝酸亞汞於 120 份水及 4 份 HNO_3 (25%) 中，慢慢加入 15 份醋酸鈉溶於 50 份水之溶液，則生成灰白色醋酸亞汞沉澱，過濾、洗滌。

2. 生鐵或高碳鋼在燃燒完畢之後，須待氧氣將全部 CO_2 趕走後開始滴定。

3. 測定含硫量低之試樣時吸收液可繼續利用多次。

4. 公差同燃燒法——碘量法。

四、磷 量 的 測 定

容 量 法

I、試 劑：

1. 硝酸：比重1.42；1：3及2：98之溶液。
2. 高錳酸鉀溶液：4%。此溶液應貯於暗色大玻瓶中，用玻塞塞緊。
3. 亞硝酸鉀或亞硝酸鈉溶液：30%（或亞硫酸之飽和溶液）。
4. 氨水：1：1之溶液。
5. 鉬酸銨溶液：將研細之 $(\text{NH}_4)_2\text{Mo}_7\text{O}_{24} \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ 270g 以水 2,000 ml 溶解之，然後攪拌並徐徐傾入於盛有硝酸（2：3）2,000 ml 之大瓶中，混勻後，再加磷酸銨 0.01g，攪置24小時，然後將溶液過濾。
6. 洗滌沉澱用混合液：取硝酸（比重1.42）20 ml 與水980 ml 相混合，再加 NH_4NO_3 50 g，此溶液於必要時過濾。
7. 硫氰酸銨溶液：5%。
8. 硝酸鉀溶液：1%，用煮沸過之水配製。
9. 酚酞溶液：1%。溶酚酞 5 g 於300ml 乙醇內，加水200ml。
10. 硝酸標準溶液：取硝酸（比重1.42，如發現有氮氧化物，應將此酸加熱至60—80°C，通入無塵埃之空氣至無色為止）50 ml，加水稀釋至 10L。此硝酸標準溶液 1 ml 應與製就之氫氧化鈉標準溶液 1 ml 相當。用滴定管加氫氧化鈉標準溶液 25 ml 於 250 ml 錐形瓶中加水 50ml（水應預先煮沸以除去 CO_2 ）及酚酞溶液 3 滴，用硝酸標準溶液滴定之至紅色消失。

根據以上之滴定，可求得硝酸溶液與氫氧化鈉標準溶液之比例係數，其公式如下：

$$k = \frac{25}{v}$$

式中：k = 比例係數即 1 ml 硝酸標準溶液相當於氫氧化鈉標準溶液之 ml 數。

v = 硝酸標準溶液之 ml 數。

25 = 氫氧化鈉標準溶液之 ml 數。

11. 氫氧化鈉標準溶液：溶氫氧化鈉 33g 於 10L 之冷水中，所用之水需先經煮沸以除去二氧化碳，於以上溶液中加氫氧化鋇（1%）溶液，使微過量（約 5 ml）靜置36小時，使碳酸鋇沉澱得完全下沉於瓶底。

氫氧化鈉溶液之澄清手續，係於一大玻瓶中進行。

瓶口用雙孔橡皮塞塞住，於一孔內插以蘇打石灰管（蘇打石灰層之兩端用棉花塞住），另一孔則插以虹吸管（附有活塞者），虹吸管之管底須距離瓶底約 5mm，碳酸鋇之沉澱下沉於瓶底用虹吸管（不得令空氣進入）仔細將上層之澄清溶液引入於貯存溶液之大瓶中，方法如下：此瓶口亦係用雙孔橡皮塞塞住，於一孔中插有自動滴定管之虹吸管部份，另一孔中則將虹吸管之出口管插入，氫氧化鈉溶液即經此虹吸管而流入於貯存溶液之瓶中，俟氫氧化鈉溶液完全移入後，將虹吸管由塞孔中拔出，另插一蘇打石灰管。

氫氧化鈉之係數可用鋼或生鐵之標準樣品確定之。

標準樣品之磷量及其他成份之含量，應與試樣中之成份相近似。

1 ml 氫氧化鈉溶液相當於含磷量 a（氫氧化鈉溶液對於磷之係數）可按下列式計算之：

$$a = \frac{x \cdot G}{(v - v_1 k) \cdot 100}$$

式中：x = 標準樣品中含磷率，

G = 試樣之 g 數，

v = 加入氫氧化鈉標準溶液之 ml 數。

v_1 = 滴定過量之氫氧化鈉所用硝酸標準溶液之 ml 數。

k = 氫氧化鈉標準溶液及硝酸標準溶液之比例係數。

12. 氫氟酸：40%。

13. 硼砂溶液：10%。

II、鋼的分析方法

稱試樣 0.5—2 g (其量依預先假定含磷量而定，見附註)置於300ml 之錐形瓶中。取硝酸 (1: 3) 40—65ml 分數次加入於瓶內，使之溶解，置於沙浴上加熱，至完全溶解。

將溶液煮沸以驅除氮之氧化物，然後加高錳酸鉀溶液 5ml 煮沸，此時應有褐色 MnO_2 沉澱析出，如無沉澱析出，則應再加高錳酸鉀溶液以析出 MnO_2 ，繼續煮沸 1—2 分鐘，逐漸滴入亞硝酸鉀或亞硝酸鈉溶液至 MnO_2 溶解，煮沸以除去氮氧化物。將溶液冷卻，加氨水至少量之氫氧化鐵沉澱析出經輕微搖動不易溶解後，加硝酸數滴，使沉澱溶解，然後再加硝酸 (比重1.42) 5ml。

將溶液加熱至50°C，並加入鉬酸鉍溶液 50 ml 及氨水 2 滴，使磷酸沉澱。

將錐形瓶加塞，劇烈搖動 5 分鐘，靜置 2—3 小時(最好過夜)後，開啓瓶塞，用90mm直徑之緊質濾紙 (濾紙上應加少量濾紙漿) 或用盛有濾紙漿之玻璃漏斗過濾，將錐形瓶、濾紙及沉澱先用洗滌沉澱用混合液沖洗5—7次，以除去鐵質 (用 NH_4SCN 溶液試驗之)，然後用硝酸鉀溶液 (冷溶液) 沖洗4—6次，以除去游離之硝酸。試驗此黃色沉澱中之硝酸是否完全洗淨，可收集洗液 2 ml 於試管中，加酚酞溶液 1 滴及氫氧化鈉標準溶液 1 滴，如硝酸洗淨則溶液應呈鮮紅色。

將洗淨之磷鉬酸鉍沉澱連同濾紙一同置於原錐形瓶中，加冷水 20ml (水應預先煮沸以去 CO_2) 及酚酞溶液 3 滴後，用滴定管加過量之氫氧化鈉標準溶液，使溶液呈紅色，搖振瓶身以破碎濾紙而使黃色之沉澱得完全溶解。

設溶液之紅色消失，則須再加氫氧化鈉標準溶液若干ml，務使溶液中含有過量之氫氧化鈉標準溶液不得少於 5 ml。

待沉澱溶解後，用冷水 (不含 CO_2 者) 50 毫升沖洗瓶壁，再用硝酸標準溶液將過量之氫氧化鈉溶液滴回至紅色消失為止。

磷之百分率可用下式計算之：

$$\%P = \frac{(v - v_1 k) a \cdot 100}{G}$$

式中：a = 1 ml 氫氧化鈉標準溶液相當於含磷量之 g 數，

v = 加入氫氧化鈉標準溶液之毫升數，

v_1 = 滴定過量之氫氧化鈉標準溶液所用硝酸標準溶液之 ml 數，

k = 氫氧化鈉標準溶液及硝酸標準溶液之比例係數，

G = 試樣之 g 數。

III、生鐵的分析方法

稱試樣 0.5—2 g，置於 250 ml 之燒杯內，用錶面玻璃蓋住，加入硝酸 (1: 3) 40—65 ml，加熱溶解之，溶解後，加水 20 ml，將所析出之石墨及矽酸用鬆質濾紙濾去，用熱稀硝酸 (2: 98) (70—80°C) 將燒杯及濾紙洗淨。

聚集濾液及洗液於 300 ml 之錐形瓶內，蒸發至 50ml，此時若有矽酸沉澱析出。則應加氫氟酸 0.5 ml，仔細煮沸10分鐘。然後加硼砂溶液10ml，使與過量之氫氟酸相化合。

用高錳酸鉀溶液氧化，以下按照II節手續進行之。

磷量測定的準確率：

含 磷 量	公 差
至0.03%	±0.0025%
0.03%以上至0.10%	±0.004%
0.10%以上至0.20%	±0.008%
0.20%以上至0.40%	±0.010%
0.40%以上至1.00%	±0.020%
1.0 %以上	±0.030%

附註：測定磷量時應稱試樣之重量如下：

試樣含磷量至0.03%	試樣之重量 2 g
0.03%以上至0.25%	" 1 g
0.25%以上	" 0.5 g

五、砒 量 的 測 定

硫酸——硝酸法

I、試 劑

1. 硫酸：比重1.84及1:2之溶液。
2. 硝酸：比重1.42。
3. 混合酸：取硫酸（比重1.84）2,000 ml，徐徐注入於5,500 ml 之水中，不斷攪拌之，冷卻後，加硝酸（比重1.42）1,500ml。
4. 鹽酸：比重1.19；1:1及5:95之稀溶液。
5. 硫氰酸鉍溶液：5%。
6. 氫氟酸：40%。

II、分析方法

稱試樣（鋼3—4g；生鐵1—2g）置於350—500ml 之瓷蒸發皿中，分數次加混合酸共 40—60ml，並用錶面玻璃蓋住。

於激烈反應停止後，置蒸發皿於砂浴上，俟溶解完畢，取開錶面玻璃，用水沖洗錶面玻璃，將溶液蒸發至生白煙2—3分鐘為止。

將蒸發皿由砂浴上取下，待冷，沿皿壁仔細注入鹽酸（比重 1.19）15ml，輕輕搖勻之，於1—2分鐘後加熱水（50—60℃）120ml，用錶面玻璃蓋住，加熱至60—70℃，並攪動之至可溶性鹽完全溶解，加熱之時間不得超過4—6分鐘。

即刻用無灰緊質濾紙過濾，轉移全部沉澱到濾紙上，並用有橡皮頭之玻棒，將附着於皿壁之沉澱仔細擦淨，用熱（70—80℃）鹽酸（5:95）將沉澱及濾紙洗滌8—10次，至洗液用硫氰酸鉍溶液試驗不呈鐵之反應為止，最後用熱水洗滌約2—3次。

將濾液及洗液（附註1）一同置於第一次蒸發所用之器皿中，蒸發至生白煙2—3分鐘，待冷，加鹽酸（1:1）15ml，於1—2分鐘後，加熱水 120 ml，並加熱，使所有之可溶性鹽完全溶解，將再析出之砒酸沉澱過濾，照前述方法洗滌之。

將兩次所得之砒酸沉澱連同濾紙一併置於鉑坩堝中，於1000—1050℃燒灼至恆重。

置坩堝於乾燥器中，待冷，稱之，然後再加氫氟酸處理之（附註2）：其法為加水3—5滴使沿坩堝壁流下，將坩堝內殘質仔細潤濕後，加硫酸（1:2）2—3滴及氫氟酸 3—5ml。將坩堝用低溫仔細蒸發之，至停止發生白煙（須在通風櫥內），然後將坩堝於1000—1050℃燒灼15—20分鐘，並於乾燥器中冷卻後稱之。至恆重。

砒之百分率按下式計算之：

$$\%Si = \frac{(G - G_1) \cdot 0.4672 \cdot 100}{G_2}$$

式中：G = 氫氟酸處理前坩堝與二氧化矽沉澱及其他氧化物重量之 g 數，

G₁ = 氫氟酸處理後坩堝及殘質重量之 g 數，

G₂ = 試樣之 g 數，

0.4672 = 由二氧化矽換算成砒之換算係數。

砒量測定的準確率：

含 砒 量	公 差
至0.10%	±0.0075%

0.10%以上至0.25%	±0.017%
0.25%以上至0.50%	±0.023%
0.50%以上至1.0 %	±0.035%
1.0 %以上至2.5 %	±0.050%
2.5%以上至4.0%	±0.060%
4.0%以上	±0.070%

附註：1. 日常分析，可省去第二次蒸發。

2. 在日常工作中，如 SiO_2 沉澱潔白，可不必用氫氟酸處理，其計算方法如下：

$$\% \text{Si} = \frac{\text{SiO}_2 \text{ 之重} \cdot 0.4672 \cdot 100}{\text{試樣之重}}$$

六、錳 量 的 測 定

亞砷酸鈉——亞硝酸鈉法

1. 試劑：溶解低合金鋼用之硫酸——磷酸混合酸：於 760 ml 之水中謹慎攪拌，加硫酸（比重 1.84）160ml，溶液稍冷後加磷酸（比重 1.7）80ml。
2. 溶解碳素鋼及生鐵用混合酸：於 525 ml 水中攪拌並加入硫酸（比重 1.84）100 ml，待冷，加磷酸（比重 1.7）125ml 及硝酸（比重 1.42）250ml。
3. 稀硝酸：2：98 之溶液。
4. 硝酸銀溶液：1.7%。溶液須貯存於暗色玻瓶中。為使溶液較為安定起見及避免金屬銀之析出可加硝酸（比重 1.42）數滴。
5. 高硫酸銨溶液：25%，一次不得配製 4 日以上之用量。
6. 稀硫酸：2：3 之溶液，事先應先加檢查，不得含有任何還原性物質。
7. 氯化鈉溶液：1%。
8. 亞砷酸鈉——亞硝酸鈉標準溶液：0.05N. 溶液。製備此溶液 1000ml，可秤三氧化二砷（ As_2O_3 ）1.25—1.30g，置於 600ml 燒杯中，加 NaOH 溶液（16%）25ml，溫熱溶解之，然後加冷水稀釋至 200ml 加 40% 硫酸使呈酸性後（用藍色石蕊試紙試驗）再多加硫酸 2—3 ml，用碳酸鈉溶液（15%）將以上之酸性溶液（用石蕊試紙試驗）中和後，加亞硝酸鈉 0.85g，過濾，以水稀釋至 1000ml。

大量分析時常一次配製以上之溶液 20—25L。1ml 亞砷酸鈉—亞硝酸鈉溶液相當於含錳量 (a) 可用含錳量與試樣相近之標準樣品確定之，將求得近似結果 2—3 個之平均值計算標準溶液之係數，其計算公式如下：

$$a = \frac{x \cdot G}{v \cdot 100}$$

式中：x = 標準樣品中錳量百分率，

G = 標準樣品之 g 數，

v = 滴定所用亞砷酸鈉—亞硝酸鈉標準溶液之 ml 數（平均值）。

9. 高錳酸鉀溶液：0.16%

II、分析方法

稱試樣 0.5—1 g（視錳量之多寡而異），置於 250 ml 之錐形瓶中，加混合酸（見試劑 1 或 2）30ml（附註）於砂浴上加熱溶解之。俟溶解完畢，煮沸 2—3 分鐘以除去氮氧化物。

如係分析生鐵，應在劇烈作用停止後，立刻以水 25ml 將溶液稀釋，並將石墨及矽酸沉澱過濾，用稀硝酸（2：98）洗 3—4 次。

於溶液中加入冷水 50 ml，硝酸銀溶液 5 ml 及高硫酸銨溶液 10 ml，然後加熱至沸並煮沸。

30—45秒鐘。

停止加熱，將熱溶液靜置 2 分鐘，使錳質氧化為高錳酸之作用更為完全，然後用流水將溶液冷卻至 15—20°C。

於冷卻之溶液中加硫酸 (2:3) 10 ml 及氯化鈉溶液 5 ml，立刻用亞砷酸鈉—亞硝酸鈉標準溶液滴定之。

亞砷酸鈉—亞硝酸鈉標準溶液應以不變之速度滴入，每分鐘不宜超過 5—6 ml (須將被滴定之溶液不停搖動)，直至溶液呈淡紅色，此後仍繼續滴定，但每兩滴相隔之時間不得少於 5 秒鐘，且最後 2—3 滴應彼此相隔約 10 秒鐘。

當溶液由淡紅色突然轉為因浮有氯化銀而呈淨白色時 (如溶液中有鉻存在，則呈淡黃色)，則係滴定到達終點。

於滴定完畢之溶液中加高錳酸鉀溶液 (0.16%) 1 滴，如係滴定正確，則溶液此時應呈紅色，且於 1—2 分鐘內不致褪色。

錳之百分率可用下式計算之：

$$\% \text{Mn} = \frac{a \cdot v \cdot 100}{G}$$

式中：a = 1 ml 亞砷酸鈉—亞硝酸鈉標準溶液相當於錳量之 g 數，

v = 滴定所用亞砷酸鈉—亞硝酸鈉標準溶液之 ml 數，

G = 鋼或生鐵試樣之 g 數。

錳量測定的準確率：

含 錳 量	公 差
至 0.2 %	±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 1.50%	±0.030%
1.50% 以上至 3.00%	±0.040%
3.00% 以上	±0.050%

附註：用試劑溶解低合金鋼時，如有碳化物不被溶解，可滴加硝酸 (比重 1.42) 2—3 ml 或加入少量固體的過硫酸銨，同時搖動使碳化物全部分解。

七、鉻 量 的 測 定

I、普通鋼鐵含鉻在 0.15% 以上時，依照合金鋼化學分析法中鉻量的測定法進行之。生鐵含鉻在 0.75% 以上時，應將石墨碳矽酸等連同濾紙在鉑坩堝中灰化，灼燒至碳全部被氧化，以氫氟酸及硫酸處理，加入少量碳酸鈉熔融，熔塊浸出後之溶液，與主液合併。以下照方法所述進行。

II、在 0.15% 以下時，則依照合金鋼鐵化學分析法中少量鉻 (0.15% 以下) 的測定法進行，或依照鋼鐵比色法中鉻量的測定法進行之。

八、鎳 量 的 測 定

普通鋼鐵中鎳量的測定，依照鋼鐵比色法中鎳量的測定進行之 (如係分析生鐵，在移入容量瓶以前，應予過濾)；或根據含鎳量之範圍，依照合金鋼鐵化學分析法中鎳量的測定所載相當之方法進行之。

九、銅 量 的 測 定

普通鋼鐵中銅量的測定，可依照鋼鐵比色法中銅量的測定進行 (如係分析生鐵，在移入容量瓶前，應予過濾) 含銅量在 0.1% 以上時，亦可依照合金鋼鐵化學分析法中銅量的測定進行。

十、鋁 量 的 測 定

I、鋼之分析方法：稱取試樣2—10 g 依照合金鋼鋁量的測定法——安息香二脒法進行測定。

II、生鐵之分析方法：稱試樣1—5 g 置於600 ml 燒杯中，加硫酸（1：4）100 ml，加熱溶解之，溶解完畢後滴加硝酸（比重1.42）至劇烈反應停止，（一般需2—5 ml）並加2—3滴過量，蒸發溶液至生白色濃烟，稍冷卻後，加水100 ml，再加熱至鹽類完全溶解，用快速濾紙過濾，用熱水洗滌燒杯，濾紙及殘渣5—7次，濾液體積應為150—160ml，使濾液冷卻至25℃，加硫酸亞鐵（0.5—0.8 g）將鉻及釩還原，冷卻至5℃等；以下依照合金鋼中鋁量的測定——安息香二脒法進行。

III、普通鋼鐵中鋁量的測定，也可用鋼鐵比色法中鋁量的測定法進行測定，但在分析生鐵時，移入容量瓶前應予過濾。

十一、鋁 量 的 測 定

I、試 劑：

1. 硝酸：比重1.42。
2. 鹽酸：比重1.19，3：2，1：4，1：20及5 N 之溶液。
3. 硫酸：1：9，1：10之溶液。
4. 氨水：1：1之溶液。
5. 亞硝基代苯胺（銅鐵試劑）：6%之溶液（此溶液須在操作前新配）。
6. 乙醚。
7. 硫酸鋁鉍 $[\text{NH}_4\text{Al}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}]$ （保證試劑）。
8. 醋酸鉍：25%之溶液。
9. 焦硫酸鉀。
10. 8—羥基喹啉之醋酸溶液：3%。取以上之試劑3 g，加水醋酸12 ml 溶解後，以水稀釋至100 ml，將不溶物濾去。
11. 阿刺伯樹膠：5%之溶液。
12. 緩衝溶液：溶解醋酸鉍156 g，氯化鉍108 g 於水中，稀釋至1 L。
13. 鋁試劑0.1%之溶液：稱取鋁試劑1.000 g 溶於水中，過濾，洗滌並稀釋至1000 ml，靜置3晝夜後應用。
14. 水銀：汞陰極用。

II、分析方法

甲、用乙醚——銅鐵試劑分離鐵鋁法：

稱試樣5 g（含鋁小於0.03%）於400 ml 高型燒杯中，加稀鹽酸（1：4）150 ml，蓋以表皿，置於水浴上保持溫度在65—70℃進行溶解，至作用停止後（即無氫氣泡發生）〔註1〕即刻用快速無灰濾紙過濾，以熱（65—70℃）稀鹽酸（1：4）洗滌燒杯及沉澱至無鐵質反應，然後用熱水洗至無氯離子，保留濾液作分析金屬鋁之用。

氧化鋁：

轉移濾紙及不溶殘渣於鉑坩堝中，灰化灼燒之。冷卻後，加入焦硫酸鉀少許，混和後，在較低之溫度下熔融。待冷後，熔塊溶於稀硫酸（1：10）100 ml 中，蒸發至冒硫酸酐白煙，稍冷，加水稀釋至70 ml 左右，濾去二氧化矽，以熱水洗滌之（保持總體積約為100 ml）濾液放在冰水中冷卻，加入無灰紙漿少許，滴加新配之銅鐵試劑（6%）溶液，同時攪拌，至生成乳白色之沉澱而立刻溶解為止；再加5—10 ml 過量。放置15分鐘（並不時攪拌，使沉澱凝聚）後，立刻用快速濾紙過濾，以冷鹽酸（1：20）〔1000 ml 內含20ml 銅鐵試劑溶液〕洗滌燒杯及沉澱6—7次〔註2〕將濾液蒸至少量，加入濃硝酸30—40 ml，蓋以表皿，徐徐蒸至出硫酸酐白煙，待冷後，再加硝酸10—20 ml 作第2次蒸發，以破壞有機試劑。〔註3〕冷卻，加水稀釋至100 ml，以稀氨水（1：1）中和，至近中性（PH5—7）（以PH試紙試驗）如此時溶液顯現混濁時，可以加入適量〔註4〕之5 N 鹽酸溶液，加熱使之溶

解，濾於 250 ml 量瓶中，稀釋至刻度。然後取出一部份進行比色。

金屬鋁：

將分離氧化鋁後所保留之濾液，加濃硝酸 5—10 ml，蒸發至糖漿狀後，加入濃鹽酸 5—10 ml，再蒸發至糖漿狀，稍冷，加鹽酸 (3:2) 30 ml。將冷溶液倒入分液漏斗中，並以少量鹽酸 (3:2) 洗滌燒杯。加入乙醚 120 ml，在流水冷卻下劇烈搖動數分鐘，靜置片刻，使酸溶液與乙醚分成兩層，放出酸溶液層，並以少量鹽酸 (3:2) 洗滌分液漏斗，分離後併入主液，將乙醚層棄去，再將酸溶液注入分液漏斗中，加乙醚 100 ml 進行第二次抽取，將分離後之酸溶液在水浴上蒸去乙醚，加入濃硫酸 10 ml 蒸至出煙，冷卻，稀釋，過濾，用銅鐵試劑沉澱少量之鐵，依前節所述操作至破壞有機試劑，中和等，稀釋至 250 ml，取出部分溶液，進行比色。

鋁之比色：

1. 標準溶液之配製—每 1 ml 含鋁 0.005 mg，稱取保證試劑之硫酸鋁 3.4g，溶於 2 L 水中，先配成每 1 ml 約含 0.1 mg 之溶液。取出溶液 500 ml 2 份，以氨水中和至弱碱性，加熱至 60—70 °C，加入 8 羥基喹啉之醋酸溶液，每 0.001 g 鋁需加 0.7 ml。滴入醋酸銨 (25%) 溶液至沉澱析出後，不再溶解，於每 100 ml 溶液中，多加 15 ml 醋酸銨溶液，靜置 2—3 小時，過濾，以熱水洗滌於 1000—1100 °C 灼燒成 Al_2O_3 至恆重。或在 120—140 °C，將 8—羥基喹啉化鋁，烘乾。以計算出每 ml 內正確之鋁量。再正確吸取計算量所需之溶液，稀釋至一定體積，以配成每 ml 含鋁 0.005 mg 之標準溶液備用。

2. 標準曲線：

取上述標準溶液 1.0, 3.0, 5.0, 7.0, 9.0, 11.0, 13.0 及 15.0 ml，分別注於 50 ml 之容量瓶內，加入 2.5 N 之鹽酸溶液 2 ml，加水至總體積為 30 ml (此時 30 ml 中應含 5 N 之鹽酸溶液 1 ml) 加入阿刺伯樹膠 (5%) 溶液 1.0 ml，再加入緩衝溶液 5.0 ml 混和，加入鋁試劑 (0.1%) 溶液 4 ml 混和，將容量瓶放在沸水中，保持 30—95 °C 5 分鐘，取出在冷水中冷卻至室溫，稀釋至 50 ml 刻度，搖勻之，將發色溶液注入厚度 30 mm 之比色皿中，在 $\Phi\Xi K-M$ 式光電比色計，用綠色濾光片讀取消光度。以同量各項試劑，但不含鋁溶液者，照同樣方法操作，作為空白，將消光度與鋁之含量在方格座標紙上，繪製標準曲線。

鋁之定量：

吸取上述氧化鋁或金屬鋁之溶液 10.0 ml，加水稀釋至 30.0 ml (此時溶液內應含 5 N 之鹽酸溶液 1.0 ml) 加入膠溶液，緩衝溶液，鋁試劑溶液，並加熱，同時製備空白，均依照「標準曲線」同樣操作，然後讀出消光度，在標準曲線上讀出含鋁量，除以與 10.0 ml 溶液相當之樣品重量，乘以 100，即得到鋁之百分數。

乙、汞陰極電解分離鐵鋁法：

稱試樣 5 g (含鋁少於 0.03%) 加稀硫酸 (1:9) 60 ml 加熱保持沸點以下，使樣品溶解，至作用停止後用快速無灰濾紙過濾，以熱水洗滌燒杯及沉澱，保留濾液作分析金屬鋁之用。

氧化鋁：

移沉澱及濾紙於鉑坩堝中灰化，灼燒，冷卻後，加入焦硫酸鉀少許，拌和，在較低之溫度下熔融之，冷卻後使熔塊溶於稀硫酸 (1:10) 100 ml 中用快速濾紙過濾，洗滌，用氨水調節酸度至 PH2—3，總體積在 150 ml 左右，注入汞陰極電解器中，用 5 A 5 V 進行電解，以硫氰酸鉀及赤血鹽溶液試驗至鐵全部分離，所需時間約為 2 小時。將電解後之溶液取出，過濾，用氨水中和並稀釋至 250 ml 等，如甲法所述處理之。

金屬鋁：

將分離氧化鋁後所留之溶液，用氨水調節酸度，進行電解，中和並稀釋至刻度，如上法所述進行處理。

比色進行均按甲法鋁之比色法進行之。

附註：1. 氧化鋁及若干碳化物等雜質不被溶解。

2. 如開始時濾液呈混濁，該部份必須再進行過濾。
3. 如溶液顯現黃色時，應再加入硝酸蒸發之至有機試劑全部破壞為止。
4. 依照比色時所需要者，例如加入5N之鹽酸溶液25ml將溶液稀至250ml，然後取10ml進行比色，使10ml溶液中含有5N之鹽酸溶液1ml。
5. 繪製標準曲線時，應以同樣情況發色3—5次，讀取消光度並取其平均值繪製之。
6. 發色時所用藥品，應用保證試劑，尤其銅鐵試劑，應購買新貨，顏色以淺為佳，保存日久後，有部份破壞，對硝酸破壞時發生困難，用銅試劑將鐵分離後，所用試劑不應含有鐵質。

第二部分合金鋼鐵化學分析方法

一、碳、硫、矽量的測定

碳量及硫量的測定法均照普通鋼鐵分析方法，惟定硫量時，試樣預熱之時間為2分鐘，燃燒溫度為1300—1350°C。一般合金鋼鐵中矽量的測定均照普通鋼鐵分析方法。錳鋼及高鉻鋼中矽的測定略有修改及補充：

1. 如有錳（鈮、鎢、鈦）存在時，則 SiO_2 、 WO_3 及其他沉澱之燒灼應於鉑坩堝中進行，在750—850°C但不超過850°C之溫度下燒灼20—25分鐘；如無 WO_3 而有鎢、鈦、鈮及鋁存在時，則燒灼之溫度為1000—1050°C；二氧化矽於變成 SiF_4 除去後，應將含 WO_3 之殘渣於750—850°C燒灼，不含 WO_3 之殘渣於1000—1050°C燒灼，以除去過剩之 HF 及 H_2SO_4 至重量不變。

2. 高鉻鋼中矽量應照下法測定：

稱試樣3g，置於300—400ml 瓷蒸發皿中，加硫酸（1:4）50ml，加熱溶解之，待作用停止後，滴加硝酸（比重1.42）氧化，然後加硫酸（1:1）30ml，繼續加熱，蒸發至初現白色硫酸煙為止，停止加熱，冷卻後沿皿壁加入鹽酸（比重1.19）5ml及水約100ml，微熱至可溶性鹽類溶解，用無灰濾紙過濾，此後洗滌矽酸沉澱，燒灼及氫氟酸之處理手續均與一般操作同。

3. 高鉻鋼中矽量也可用過氯酸法測定：

稱試樣1—3g於等量混合之 HNO_3 — HCl 130—50ml中，蓋以表皿，加熱至溶解畢，加入過氯酸（65%—70%）35—40ml，同時順便沖洗表皿及皿壁，蒸發至生白煙，加蓋繼續加熱使過氯酸沿壁回流15—20分鐘，稍冷，加熱水125ml，攪拌使鹽類全溶，立刻過濾，其他同一般操作。

二、磷 量 的 測 定

I. 試 劑

1. 硝酸：比重1.42；1:1；1:3及2:3之溶液。
2. 鹽酸：比重1.19；1:10；5:95之溶液。
3. 硫氰酸鉍溶液：5%。
4. 過氯酸：65—70%。
5. 高錳酸鉀溶液：4%，溶液應貯存於暗色玻璃瓶中。
6. 亞硝酸鈉或亞硝酸鉀溶液：30%（或用亞硫酸之飽和溶液）。
7. 氨水：比重0.88；1:1及5:95之溶液。
8. 鉍酸鉍溶液：溶液之配製參照普通鋼鐵中磷的測定所用鉍酸鉍溶液。
9. 洗滌沉澱用之混合液：取硝酸（比重1.42）20ml加水980ml混合後，再加入硝酸鉍50g。此溶液於必要時可過濾。
10. 硝酸鉀溶液：1%。
11. 酚鈦溶液：1%，溶粉鈦5g於300ml乙醇內，加水200ml。
12. 硝酸標準溶液：溶液之配製及係數之確定參照普通鋼鐵中磷量的測定所用硝酸標準溶液。