

国 定 全 苏 标 准

无 机 試 剂

第 三 册

(内部資料・注意保密)

化学工业出版社

無 机 試 劑 標 准

第 三 冊

硫 酸 銨 鎳—蚊 酸 銅

國 家 標 准 出 版 局

1 9 4 9

11039

无机试剂标准

第一、二、三册

书号: (内)95 定价: 三册共7.40元

化学工业出版社(北京安定门外和平街)出版

北京市书刊出版业营业许可证出字第092号

化学工业出版社印刷厂印刷 内部发行

1957年第1版 1960年第2版第3次印刷

开本: 787×1092¹/₁₆ 字数: 55

印张: 47¹/₁₆ 印数: 3 600

譯校

中央重工業部上海工業試驗所

終校

吳文章 馮文蔚

目 录

	頁次
ГОСТ 4464—48 硫酸鋁	3
ГОСТ 4055—48 硝酸鋁	8
ГОСТ 4465—48 硫酸鋁	14
ГОСТ 4466—48 盐基性碳酸鋁	19
ГОСТ 4038—48 氯化鋁	25
ГОСТ 4173—48 氧化鉄	31
ГОСТ 4467—48 氧化鈷	35
ГОСТ 4526—48 氧化鎂	39
ГОСТ 4468—48 粒状氧化銅	43
ГОСТ 4469—48 粉状氧化銅	46
ГОСТ 4331—48 氧化鋅	50
ГОСТ 36—40 氯化亚錫(二氯化錫)	55
ГОСТ 4470—48 二氧化錳	58
ГОСТ 4521—48 硝酸亚汞	63
ГОСТ 4520—48 硝酸汞	66
ГОСТ 3206—46 碘化汞	70
ГОСТ 3203—46 氯化亚汞	73
ГОСТ 4519—48 氯化汞	76
ГОСТ 4236—48 硝酸鉛	79
ГОСТ 4210—48 氯化鉛	83
ГОСТ 4524—48 铬酸鉛	87
ГОСТ 4277—41 硝酸銀	90
ГОСТ 4140—48 氯化銀	94
ГОСТ 311—41	98
ГОСТ 91—41 純三氯化磷	102
ГОСТ 4471—48 硝酸鎘	104
ГОСТ 4196—48 氢氧化鎘	107
ГОСТ 4472—48 硫酸鎘	111
ГОСТ 4473—48 氯化鎘	115
ГОСТ 4474—48 碘化鋅	118
ГОСТ 989—41 无砷金属鋅	121
ГОСТ 4174—48 硫酸鋅	125
ГОСТ 4529—48 氯化鋅	129
ГОСТ 4212—48 比色法、混浊法溶液之制备	133
ГОСТ 4517—48 无机試剂分析中使用之輔助溶液	142

ГОСТ 5916—49	鉛及銀之消耗率及收回率	153
ГОСТ 3385—47	采样、包装及标记	155
ГОСТ 5106—49	硝酸鋅	157
ГОСТ 5144—49	爱斯卡混合剂	162
ГОСТ 5230—50	黃色氧化汞	165
ГОСТ 5231—50	硫酸氧化汞	168
ГОСТ 5407—50	盐基性碳酸鈷	171
ГОСТ 5427—50	金屬硒	178
ГОСТ 5508—50	溴化汞	181
ГОСТ 5509—50	醋酸汞	184
ГОСТ 5559—50	蚁酸鈉	187
ГОСТ 5429—50	硝酸錫	191

苏联部长會議 全苏标准委員會	国 定 全 苏 标 准	ГОСТ 4464—48
	試 剂	代替 ГОСТ 10163—39
	硫 酸 銨 鎳	Л 5 1 組

硫酸銨鎳为翡翠綠色的結晶，或为結晶的藍綠色粉末，能溶于水。

分子式： $\text{Ni}(\text{NH}_4)_2(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 。

分子量：(根据1947年国际原子量)——39500。

Ⅰ. 技术条件

1. $\text{Ni}(\text{NH}_4)_2(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 的含量，以%計，不得小于：

“分析純”样品.....98

“純”样品.....96

2. 容許雜質的最大含量，以%計：

雜 質 名 称	“分 析 純”	“純”
(1) 水不溶物	0.005	0.01
(2) 氯(Cl)	0.002	0.005
(3) 鉄(Fé)	0.0005	0.002
(4) 鋅(Zn)	0.005	0.02
(5) 鈷(Co)	0.05	0.1
(6) 硫化氫組重金屬(Cu)	0.002	0.005
(7) 鎂与鎂土金屬(或硫酸鹽)	0.05	0.1

注：如样品含鎂小于0.002%，則对其品質，加添“无鎂”二字。

Ⅱ. 取 样

3. 取样按ГОСТ3885——47进行之，所取試样的总重量，应不少于0.25kg。

Ⅲ. 測定方法

4. $\text{Ni}(\text{NH}_4)_2(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 含量的測定

(一) 需用试剂及溶液：

二甲基乙二醛肟，OCT4433, 1%酒精溶液。

氨水，ГОСТ 3760——47, 10%溶液。

蒸餾水。

(二) 測定手續：

称取約0.6g先已磨細之样品，称准至，0.0002g溶于300ml水中，将溶液加热至沸，加入60ml二甲基乙二醛肟溶液混勻之，加入4ml氨溶液冷却后在玻璃过滤坩堝上过滤之。

用冷水冲洗滤器上的沉淀 并在100——120°C干燥至恒重。

$\text{Ni}(\text{NH}_4)_2(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 含量的百分率(X)按下式計算：

苏联化学工业部提出	全苏标准委员会批准	实 施 日 期
	1948年11月9日	1949年6月1日

$$X = \frac{G \cdot 1.3670}{G} \cdot 100 = \frac{135.7 \cdot G_1}{G}$$

式中:

G——干燥沉淀的重量,以g計;

G——样品重量,以g計;

1.3670——二甲基乙二醛肟鎳重量換算成 $\text{Ni}(\text{NH}_4)_2(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 重量的系数。

5. 水不溶物含量的測定

称取20g样品,称准至0.01g盖以表玻璃,于烧杯内溶解于500ml蒸餾水中,并在水浴上加熱1小时。通过玻璃过滤坩埚过滤溶液,用100ml,热蒸餾水洗滌过滤器上的沉淀,在105—115°C,干燥至恒重。

若干燥沉淀的重量不大于下列数值,即認為样品符合标准:

“分析純”样品.....1mg

“純”样品.....2mg

6. 氯含量的測定(Cl)

(一) 需用試剂及溶液:

硝酸,ГОСТ 4461—48,比重1.15。

硝酸銀,ГОСТ 1277—41,0.1N溶液。

含Cl⁻溶液,按ГОСТ 4212—42,制备之。

蒸餾水。

不含Cl⁻之样品,依下列方法制备:溶解4g样品于90ml水中,加入4ml硝酸,4ml硝酸銀溶液,靜置18—24小时,将溶液过滤,取滤液24.5ml以制备溶液。

(二) 測定方法

称取1g样品,称准至0.01g,溶于25ml水中,于溶液中加入1ml硝酸及1ml硝酸銀溶液。

如試液經20分钟后所呈现之乳色,不深于标准溶液所呈现之乳色时,則認為样品符合标准。标准溶液为与試液同容积內含有同量24.5ml无氯的硫酸鋅鎳溶液及下列Cl量:

“分析純”样品.....0.02mgCl

“純”样品.....0.05mgCl

注:1.硝酸銀溶液应同时加于試液及标准液中。

2.如有不含Cl⁻的硫酸鋅鎳,則取1g此种样品,1ml硝酸,1ml硝酸銀溶液,适量的水和含Cl⁻溶液,以制备标准溶液。

7. 鉄含量的測定(Fe)

(一)需用試剂及溶液:

硝酸,ГОСТ 4461—42,比重1.15。

硫氰化鉍,ГОСТ 3768—47,4N溶液。

异戊醇,ОСТ НКТП 7670/662。

氨水,ГОСТ 3760—47,10%溶液。

氯化鉍,ГОСТ 3773—47。

含Fe⁺⁺⁺溶液ГОСТ 4212—48制备之。

蒸餾水。

不含 Fe^{+++} 之样品，依下列方法制备之：溶解3g样品于75ml水中，加入1.5ml硝酸，并煮沸2分钟。冷却后，用氨液使溶液中和，加入3g氯化銨，加热至沸，加入数滴氨溶液至有硷性反应，（用石蕊試紙）。冷却溶液过滤之；加水至90ml并混匀之。取30ml滤液以制备标准溶液。

(二) 測定手續

称取1g样品，称准至0.01g溶于25ml水中。于溶液中加入0.5ml硝酸，煮沸2分钟。冷却后，将溶液移入容积50ml量筒内（带有磨口瓶塞），加入10ml 硫氰化銨溶液，10ml异戊醇，加水使溶液至50ml，并充分搖蕩之。

如試液酒精层所呈现之顏色，不深于标准溶液酒精层所呈现之顏色时，則認為样品符合标准。溶液为与試液同体积内含有同量30ml 无鉄硫酸銨鎳，同量的硝酸，硫氰化銨，异戊醇溶液及下列 Fe 量：

“分析純”样品.....0.005mg Fe

“純”样品.....0.02 mg Fe

注：1.比色应将各量滴的内容物搖动后进行之

2.如有不含 Fe^{+++} 硫酸銨鎳的样品，取1g此种样品，0.5ml 硝酸，5ml 硫氰化銨溶液，10ml 异戊醇和适量的水和含 Fe^{+++} 溶液，以制备标准溶液。

8. 鋅含量的測定(Zn)

(一) 需用試剂及溶液：

氨水，ГОСТ 3760—47, 10%溶液。

冰醋酸，ГОСТ 61—40。

硫化氢水，ГОСТ 4517—48，新制备者。

含 Zn^{++} 溶液，按ГОСТ 4212—48，制备之。

蒸餾水。

不含 Zn^{++} 之样品，制备如下：溶解4g样品于90ml水中，溶以石蕊試紙作試驗用氨溶液使溶液中和，加入2ml醋酸，2ml硫化氢水，靜置18—24小时。将溶液过滤，取28ml清彻液体，以制备标准溶液。在加入所需量含 Zn^{++} 溶液之后加水使溶液至35ml，并加入5ml硫化氢水。

(二) 測定手續

称取1g样品，称准至0.01g，溶于25ml水中。溶液在以石蕊試紙作試驗，用氨溶液将溶液中和，加入0.25ml醋酸，加水使溶液至30ml，并加入10ml硫化氢水。

如試液經1小时后，所呈现之乳色不深于标准溶液所呈现之乳色时，則認為样品符合标准。标准溶液中含有下列 Zn 量：

“分析純”样品.....0.05mg Zn

“純”样品.....0.05mg Zn

注：1.如受驗的样品中，含有重金屬，則在标准溶液中与含 Zn 溶液同时，加入相当于按第10条測得数量之 Cu 。

2.如有不含 Zn^{++} 的硫酸銨鎳，則制备标准溶液如下：以石蕊試紙作試驗，將含有1g此种样品之25ml溶液，相当量的含 Zn^{++} 溶液用氨溶液中和，加入0.25ml醋酸及10ml硫化氢水。

9. 鈷含量的測定(Co)

(一) 需用試剂及溶液：

碳酸鋇, ГОСТ 4158—45。

过氧化氢, ГОСТ 177—41, 30%溶液。

硫氰化鉍, ГОСТ 3768—41, 1:1溶液, 新制备的。

异戊醇, OCT HKTH 7670/662。

工业用乙醚, OCT HKTH 2576。

醇醚混合物: 混合异戊醇与乙醚。其体积之比为2:5。

醋酸鉍, ГОСТ 3117—46, 1:2溶液。

酒石酸, OCT HKTH 7404/558, 10%溶液。

含 Co^{++} 溶液, ГОСТ 4212—48 制备之。

蒸馏水。

不含 Co^{++} 的样品, 依下列方法制备之: 溶解4g样品于100ml水中。加入4g磨細的碳酸鉍, 3—4滴过氧化氢加热至沸(不断搅拌), 将溶液过滤, 冷却取25ml滤液, 以制备标准溶液。

(二) 測定手續

称取1g样品, 称准至0.01g, 在带有磨口瓶塞的量筒内, 溶解于25ml水中。于溶液内注入5ml硫氰化鉍溶液, 10ml 醇醚混合物, 5ml 醋酸鉍溶液, 搖蕩之, 加入3滴酒石酸溶液, 再搖蕩之。

如在透射光中, 于白色背景下, 观察試液醇醚层的顏色, 不深于标准溶液醇醚层与呈现之顏色时, 則認為样品符合标准。标准溶液为在同体积内, 含有25ml无鉍的硫酸鉍鎳溶液, 硫代氰酸鉍, 醋酸鉍, 酒石酸, 醇醚混合液及下列Co量:

“无鉍”样品	0.02 mg Co
“分析純”样品	0.5mgCo
“純”样品	1 Co

注: 如有“无鉍”的硫酸鉍鎳, 則取1g此种样品, 5ml硫氰化鉍溶液, 10ml 醇醚混合物, 5ml 醋酸鉍溶液, 3滴酒石酸溶液, 适量的水与含 Co^{++} 溶液, 以制备标准溶液。

10. 硫化氢組重金属含量的測定(Cu)

(一) 需用試剂及溶液:

盐酸, ГОСТ 3118—46, 比重1.12。

硫化氢水, ГОСТ 4517—48, 新制备的。

含 Cu^{++} 溶液, ГОСТ 4212—48制备之。

蒸馏水。

不含重金属的样品, 依下列方法制备之: 溶解4g样品于 90ml 水中, 加入 12 滴盐酸, 20ml硫化氢水, 靜置18—24小时。小心吸取溶液, 取27.5ml清彻溶液, 以制备标准溶液。

(二) 測定手續

称取1g样品, 称准至0.01g溶于25ml水中。溶液中加入3滴盐酸及10ml硫化氢水。

如試液所呈现之顏色, 不深于标准溶液所呈现之顏色, 則認為样品符合标准, 标准溶液为与試液同体积内含有同量30ml无重金属的硫酸鉍鎳溶液, 5ml硫化氢水及下列Cu量:

“分析純”样品	0.02mgCu
“純”样品	0.05mgCu

注：如有不含重金屬的硫酸銨鎳，則取1g此種製品，3滴鹽酸，10ml硫化氫水，適量的水與含 Cu^{++} 溶液，以制各標準溶液。

11. 銨與銨土金屬含量的測定(成硫酸鹽)

(一) 需用試劑：

鹽酸，ГОСТ 3118—46，比重1.12。

硫化銨，ГОСТ 4517—48製備之。

冰醋酸，ГОСТ 61—40。

蒸餾水。

(二) 測定手續：

稱取8g样品，稱准至0.01g溶于200ml水中，于溶液內加入鹽酸至微呈酸性反應(用石蕊試紙)，加熱至沸，逐漸加添硫化銨溶液至不再生硫化鎳沉淀為止，加水至250ml，冷卻後，將液體之一半過濾，濾液中加入醋酸使呈酸性(通常為棕色)，加熱至沸，冷卻後過濾入蒸發皿內，並相繼在水浴與沙浴上蒸發至干。

沉淀在105—110°C，干燥之，並小心灼燒至清除銨鹽。用2—3ml水濕潤灼燒殘渣三次，每次均蒸發至干，然後，在加熱之下，用20ml水提取可溶解的物質。過濾溶液，收集濾液于一已知重的蒸發皿內，在水浴上蒸發至干，並灼燒殘渣至恒重。

如灼燒殘渣的重量不大干下列數值，則認為样品符合標準：

“分析純”样品.....2mg

“純”样品.....4mg

IV. 包裝及標志

12. 样品包裝及標志依照ГОСТ 3885—47進行，包裝形式為1或5。

苏联部长會議 全苏标准委员会	国 定 全 苏 标 准	ГОСТ 4055—48
	試 剂	代 替 OCT HKTH 6765/372
	硝 酸 鎳	Л 5 1 組

硝酸鎳为翡翠綠色的結晶，在干燥空气中微被风化；在潮湿空气中立即潮解。

分子式： $\text{Ni}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 。

分子量：（根据1947年国际原子量）—290.80。

Ⅰ. 技术条件

1. 硝酸鎳 $\text{Ni}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 的含量在“分析純”与“純”样品，应不少于98%。
2. 容許杂质的最大量，以%計：

杂 质 名 称	“分 析 純”	“純”
(1). 不溶物	0.005	0.01
(2). 氯化物(Cl)	0.002	0.01
(3). 硫酸盐(SO_4)	0.01	0.03
(4). 鉄(Fe)	0.0005	0.001
(5). 硫化氢鍍重金屬(Cu)	0.002	0.01
(6). 鋅(Zn)	0.01	0.05
(7). 鈷(Co)	0.1	0.3
(8). 鎳金屬与鎳(硫酸盐)	0.2	0.5

注：若样品鎳含量为0.002%，或更小，則对于其品級加添“无鎳”二字。

Ⅱ. 取 样

3. 取样依 ГОСТ 3885—47 进行之。

所取試样的总重量应不少于0.4kg。

Ⅲ. 測定方法

4. 硝酸鎳 $[\text{Ni}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}]$ 含量的測定

(一) 需用試剂及溶液：

二甲基乙二醛肟，OCT4433, 1% 的酒精溶液。

氨水，ГОСТ 3760—47, 10% 的溶液。

盐酸，ГОСТ 3118—46, 0.01N 溶液。

苛性鈉，ГОСТ 4328—48, 0.01N 溶液。

蒸餾水。

中性紅試紙，按 ГОСТ 4517—48, 制备之。

(二) 測定手續

开瓶后立即取出約8g样品，迅速研細成粉末，在有磨口瓶盖之量瓶中，称取磨細的样品

苏联化学工业部提出	全 苏 标 准 委 員 会 批 准 1948年3月12日	实 施 日 期 1949年6月1日
-----------	---------------------------------	----------------------

試 劑。 硝 酸 銀

ГОСТ 4055—47

約5g, 秤准至0.0002g, 在500ml量瓶內溶解于少量水中。加水使溶液至刻度, 并仔細混勻之。用移液管吸取25ml所得溶液, 移入400ml燒杯中, 加入140ml水。所得溶液加熱至沸, 加入40ml二甲基乙二醛肼溶液, 攪拌之, 加氨溶液(約2ml)至微呈鹼性反應(中性紅試紙控制之)靜置之, 冷卻至室溫后, 經玻璃過濾坩堝過濾溶液, 用100ml冷水洗滌濾器上的沉淀, 并在110—120°C干燥至恒重。

硝酸銀含量的百分數(X)依下式計算之:

$$X = \frac{G_1 \cdot 100 \cdot 1.0065}{G} = \frac{100.65 \cdot G_1}{G}$$

式中: G_1 ——干燥沉淀的重量, 以g計;

G ——稱取試樣重量, 以g計;

1.0065——二甲基乙二醛肼重量換算成 $\text{Ni}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 重量的系數。

5. 不溶物含量的測定

(一) 需用試劑及溶液。

鹽酸, ГОСТ 3118—46, 比重1.19。

蒸餾水。

(二) 測定手續

秤取50g樣品, 秤准至0.01g, 溶于200ml水中。溶液于蓋有表玻璃的燒杯內, 在沸水浴上加熱1小時, 經玻璃或瓷過濾坩堝過濾之, 用100ml熱水洗滌濾器上的沉淀, 并在105—110°C干燥至恒重。

如沉淀的重量, 不大于下列數值, 即認為樣品符合標準:

“分析純”樣品……………2.5mg

“純”樣品……………5mg

6. 氯含量的測定(Cl)

(一) 需用的試劑及溶液:

硝酸, ГОСТ 4461—48, “化學純”, 比重1.16。

硝酸銀, ГОСТ 1277—41, 0.1N溶液。

含 Cl^- 溶液, 按 ГОСТ 4212—48. 制备之。

蒸餾水。

不含 Cl^- 的硝酸銀依下列方法制备之:

取5g所备的樣品, 溶解于150ml水中。加入5ml硝酸, 5ml硝酸銀, 靜置之, 經18—20小時后, 將溶液過濾, 取32ml所得濾液, 以制备標準溶液。

(二) 測定手續

秤取1g樣品, 秤准至0.01g置入100—150ml三角燒瓶內, 溶于40ml水中。溶液用曾經以熱水三次洗滌的濾紙過濾, 加入1ml硝酸與1ml硝酸銀溶液。

如試液所呈現的乳色于20分鐘后不比標準溶液的乳色深, 即認為試液符合標準。標準溶液為與試液在同體積中, 含有32ml不含Cl的硝酸銀及下列Cl量:

“分析純”樣品……………0.02mgCl

“純”樣品……………0.1 mgCl

ГОСТ 4055—48

試 劑、。 硝 酸、 鎳

7. 硫酸盐含量的測定(SO_4)

(一) 需用試剂及溶液:

盐酸, ГОСТ 3118—46, 比重1.19及1.12。

氯化鋇, ГОСТ 4108—48, 10%溶液。

硝酸銀, ГОСТ 1277—41。

蒸餾水。

(二) 測定手續

称取5g样品, 称准至0.01g在瓷蒸发皿內, 溶解于10ml水中, 加入25ml盐酸, (比重1.19) 并在水浴上蒸发溶液至干。将干燥残渣溶解于40ml水中, 所得溶液混浊时, 则过滤之, 溶液中加入0.5ml盐酸(比重1.12), 加热至沸, 加入2ml氯化鋇溶液, 并靜置 12—18 小时之后, 溶液經瓷坩过滤坩过滤, 用冷水洗滌沉淀, 至不发生 Cl^- 的反应为止(用硝酸銀溶液控制), 干燥之, 并灼烧至恒重。

如残渣重量不大于下列数值, 認為样品符合标准。

“分析純”样品.....1.2mg

“純”样品.....3.6mg

8. 鉄含量的測定(Fe)

(一) 需用的試剂及溶液:

硝酸, ГОСТ 4461—48, 比重1.15。

硫酸, ГОСТ 4201—48, 比重1.11。

硫氰化鋁, ГОСТ 3768—47, 4N溶液。

氯化鋁, ГОСТ 3773—47。

异戊醇, OCT HKTH 7670/662。

氨水, ГОСТ 3760—47, 10%溶液。

含 Fe^{+++} 溶液, 依ГОСТ 4212—48制备之。

蒸餾水。

中性紅試紙, 按ГОСТ 4517—48制备之。

不含 Fe^{+++} 的硫酸鎳溶液, 依下列方法制备:

称取3g所制样品, 溶于70ml水中, 加1.5ml硝酸, 煮沸2分钟, 然后加入3g氯化鋁, 重行加热至沸, 并加入数滴氨溶液, 至溶液呈蓝色并有微臭为度。冷却后, 过滤溶液, 滤液用硫酸溶液中和至由于氨所生之蓝色轉变为綠色为止, 加水使溶液体积达75ml,

(二) 測定手續

称取1g样品, 称准至0.01g在瓷蒸发皿內, 溶于5ml水中, 加入3ml硫酸, 开始在水浴上, 而后在沙浴上蒸发至发生硫酸蒸汽为止, 残渣在加热下溶解于60ml水中, 并移入100ml带磨口塞的數筒內, 加入5ml硫氰化鋁溶液, 10ml异戊醇, 充分搖蕩之。

如試液醇层所呈现的顏色, 不深于标准溶液的顏色, 即認為样品符合标准。标准溶液为含有25ml不含 Fe^{+++} 的硫酸鎳溶液, 5ml硫氰化鋁溶液, 10ml异戊醇及下列 Fe 量:

“分析純”样品.....0.005mg Fe

“純”样品.....0.01 mg Fe

試 劑。 硝 酸 鎳

ГОСТ 4055—48

并加水至75ml。

注：比較顏色應將試液與標準溶液搖動後進行之。

9. 硫化氫組重金屬含量的測定(Cu)

(一) 需用試劑及溶液：

醋酸，ГОСТ 61—40“化學純”或“分析純”。

硫化氫水，ГОСТ 4517—48，新鮮製備的。

蒸餾水。

含Cu⁺⁺溶液，ГОСТ 4212—48製備之。

不含重金屬的硝酸鎳依下列方法製備：

溶解4g所備樣品，于116ml水中，加入4ml醋酸，20ml硫化氫水，靜置之，經18—20小時後將溶液過濾。

(二) 測定手續

稱取1g樣品，稱准至0.01g置于100—150ml三角燒瓶內，溶于34ml水中，加入1ml醋酸與10ml硫化氫水。

如試液所呈現的顏色經10分鐘後，不深于標準溶液的顏色，即認為樣品合于標準。標準溶液含有5ml硫化氫水35ml無重金屬的硝酸鎳溶液及下列Cu量：

“分析純”樣品.....0.02mgCu

“純”樣品.....0.1 mgCu

并加水至45ml。

10. 含鋅量的測定(Zn)

(一) 需用試劑及溶液：

碳酸鈉，ГОСТ 83—41，5%溶液。

氯代乙酸，ГОСТ 10913—40，2N溶液。

硫化氫水，ГОСТ 4517—48，新鮮製備的。

醋酸鈉，ГОСТ 199—41，1N溶液。

含Zn⁺⁺溶液，按ГОСТ 4212—48製備之。

不含Zn⁺⁺的硝酸鎳依下列方法製備之：

溶解4g所備樣品于64ml水中，以碳酸鈉溶液中和之，至呈顯示混濁為度。加入數滴氯代乙酸溶液，至混濁消失為止。之後再加入4ml氯代乙酸溶液，4ml醋酸鈉溶液，20ml硫化氫水，靜置之，經18—20小時後將溶液過濾。

(二) 測定手續，

稱取1g樣品，稱准至0.01g置入錐形燒瓶內，溶解于16ml水中，（如溶液混濁，則過濾之）用碳酸鈉溶液（2—3滴）中和之，至發現混濁為止。然後，加數滴氯代乙酸以溶解此混濁物之後，于溶液內再加添1ml氯代乙酸，1ml醋酸鈉溶液，加水至25ml使混勻，并加入10ml硫化氫水。

如試液所呈現的乳色于40分鐘後，不深于標準溶液的乳色，則認為樣品符合標準。標準溶液為含有23ml無Zn⁺⁺硝酸鎳溶液，與試液同量的氯代乙酸與醋酸鈉溶液，5ml硫化氫水及下列Zn量：

ГОСТ 4055—48

試 劑。 硝 酸 鎳

“分析純”样品.....0.1mgZn

“純”样品.....0.5mgZn

并加水。35ml。

注：如試驗的样品含有重金屬，則在标准溶液中，按第9条測知的重金屬含量，加入适量的含 Cu^{++} 溶液。11. 鈷含量的測定(Co)

(一) 需用試劑及溶液：

硫氰化鉍，ГОСТ 3768—47, 1:1溶液。

酒石酸，OCT HKTH 7404/558, 10%溶液。

异戊醇，OCT HKTH 7670/662	混合剂：2 体积的异戊醇，与 5 体积的乙醚
乙醚	

醋酸鉍，ГОСТ 3117—46, 1:2溶液。

过氧化氢，ГОСТ 177—41, 30%的溶液。

碳酸鉍，ГОСТ 4158—48。

含 Co^{++} 溶液，按ГОСТ 4212—48制备之。

蒸餾水。

不含 Co^{++} 的硝酸鎳，依下列方法制备之：

溶解4g硝酸鎳(含 Co 不大于0.1%)于100ml水中，加入4g磨細的硫酸鉍，3—4滴过氧化氢，并在經常攪拌下，加热至沸。使溶液冷却，然后过滤，檢驗滤液是否不含 Co^{++} 。

(二) 測定手續

称取1g样品，称准至0.01g，在具有磨口塞的量筒內，溶解于30ml水中。加入5ml 硫氰化鉍溶液，3滴酒石酸溶液，并搖动之。然后加入10ml异戊醇与乙醚的混合剂，5ml 醋酸鉍溶液，并再行充分搖动之。之后，在白紙背景下，透射光中，观察上层的顏色，此顏色不应强于标准溶液的顏色，标准溶液內含有25ml无 Co^{++} 的硝酸鎳溶液，5ml 硫氰化鉍溶液，5ml 醋酸鉍溶液，3滴酒石酸溶液，10ml异戊醇与乙醚的混合剂，及下列 Co 量：

“分析純”样品.....1mg Co

“純”样品.....3mg Co

“无鈷”样品.....0.02mg Co

加水至50ml，并充分搖动之。

12. 鎂金屬与鈣含量的測定(硫酸盐)

(一) 需用試劑及溶液：

硫酸鉍，ГОСТ 3769—47。

醋酸，ГОСТ 61—40, 30%溶液。

硫酸，ГОСТ 4204—48，比重1.84。

氮，不含二氧化碳(CO_2)，按ГОСТ 4517—48，制备之。硫化鉍，不含二氧化碳(CO_2)的，按ГОСТ 4517—48制备之。

(三) 測定手續

称取2g样品，称准至0.01g，在200ml錐形烧瓶內，(先在瓶上作出指明120ml容积的标记)，溶解于50ml水中，加入1g硫酸鉍与0.5ml醋酸，加水至100ml，加热至沸，并以小量逐

漸加入約10ml硫化鉍溶液，小心混勻之，在沸水浴上保持30分鐘。將溶液冷卻至室溫，加水使溶液體積達於標記，混勻之，使沉淀沉集，經過中等密細的濾紙，傾濾液體之一半。濾液在瓷蒸发皿內置水浴上，蒸发至干，殘液在烘箱中于 130°C 之溫度下干燥約30分鐘，然後小心加熱以除去鉍鹽。之後，將殘渣微微灼燒之，冷卻後，用2—3ml水湿润殘渣三次，每次蒸发至干，然後，在水浴加熱下，用20ml水，抽提鹽類二次，溶液過濾于已稱重的白金或石英蒸发皿中，加入一滴硫酸蒸发之，殘渣并微微灼燒之。

灼熱殘渣的重量不應超過：

“分析純”樣品.....2mg

“純”樣品.....5mg

IV. 包裝与标志

13. 包裝与标志按ГОСТ 3885—47進行之。包裝形式为 1 或 6。