

# 国定全苏标准

(中译本)

ГОСТ 634—50

## 镍

### 化学分析法

(一)

冶金工业出版社

正式頒布

苏联 苏联部長會議國民 經濟先進技術推廣 國家委員會	國定全蘇標準	ГООТ 634—50
	鎳	代替 ГООТ 634—41
	化學分析法	B 59 組

本標準確定為 ГООТ 849—49 所規定各品號金屬鎳的仲裁分析方法。

### I. 一般規定

1. 對品號 H2, H3 和 H4 鎳的測定用三份稱樣進行，而對品號 H0 和 H1 的鎳測定用 6 份稱樣進行。分析結果要符合於每個雜質之“分析手續”所規定之誤差範圍，取其平均值作為最後結果。

2. 凡進行分析和配制試劑時均用蒸餾水。

3. 《稀釋 1:1, 1:2, 1:10, 2:98 等》表示酸的體積部分（第一個數字），或某種溶液對 1, 2, 10, 98 等（第二個數字）水的體積部分之比。

4. 關於溶液中濃度百分含量的規定是指物質的克含量，即等於 100 毫升溶液中數量百分率。

5. 在任何處所指出的比色法，如所述均可用目視法完成測定，如目前的比色儀帶有硒光電池，或質量相同的其它光電池和帶有靈敏度不低於  $10^{-6}$  安培的電流計時，也可用光度計，或光电比色計進行比色。

### II. 品號 H0, H1, H2 鎳中鎘的測定

所用試劑：

1) 硝酸“分析純” ГООТ 4461—48 (3:2)。

冶金工業部 提出	蘇聯國家技術院批准 1950 年 9 月 29 日	實施日期 1951 年 4 月 1 日
-------------	------------------------------	------------------------

2) 亞硝酸鉀“分析純”ГОСТ 4144—48

將 50 克鹽溶解於 100 毫升的水中，以石蕊試紙為指示劑用醋酸酸化之。採用新配制的溶液。

註：亞硝酸鉀溶液可用 ГОСТ 4197—48 “分析純”亞硝酸鈉溶液代替之。40 克鹽溶解於 100 毫升水中，石蕊為指示劑，用醋酸酸化。

3) 醋酸“分析純”ГОСТ 61—51 (4:1)。

4) 碳酸鉀“分析純”ГОСТ 4221—53，冷的飽和溶液。

5) 鹽酸“分析純”ГОСТ 3118—46 (1:2)。

6) 檸檬酸“分析純”ГОСТ 3652—51，10% 的溶液。

7)  $\alpha$ -亞硝基- $\beta$ -萘酚的鈉鹽溶液。

將 0.25 克  $\alpha$ -亞硝基- $\beta$ -萘酚加入 50 毫升的 0.5% 苛性鈉溶液中，加熱至沸騰，過濾於 500 毫升的容量瓶中，冷卻，用水稀釋至標線並混勻。

8) 醋酸鉀“分析純”ГОСТ 5820—51。

9) 硝酸鉀“分析純”ГОСТ 4217—48。

10) 氨水，ГОСТ 3760—47。

11) 鈷標準溶液。

### 溶液 A

將 0.404 克氯化鈷“分析純”ГОСТ 4525—48 溶解於 50 毫升的水中，將此溶液移入 100 毫升的容量瓶中，用水稀釋至標線並混勻。1 毫升溶液 A 約含 0.001 克鈷。

### 溶液 B

將 10 毫升溶液 A 移入 100 毫升容量瓶中，用水稀釋至標線並搖勻。1 毫升溶液 B 約含 0.0001 克鈷。

在 1 毫升溶液 A 中鈷的含量 ( $T_{Co}$ ) 用電位滴定法標定之，為此取 25 毫升溶液。按品號 H3 和 H4 鎳中鈷的測定法所述進行滴定。

## 6. 分析手續

稱取 2 克的鎳 (稱准至 0.005 克) 緩緩地加熱溶解於 20 毫升的

硝酸 (3:2) 中，並將溶液蒸發至 3—4 毫升 (不可使其蒸干)。然後加入 50 毫升水，並在用力攪拌下分小份加入碳酸鉀的飽和溶液至形成攪拌而不消失的沉淀為止。此沉淀用醋酸 (4:1) 溶解之，然後再加入過量的醋酸 8 毫升。攪拌下謹慎分次注入 50% 的亞硝酸鉀 30 毫升，用水稀釋至 100 毫升並放置 15 小時。

用帶有紙漿的致密濾紙將沉淀過濾，並用 1 升中含有 2 毫升醋酸 10 克亞硝酸鉀和 10 克醋酸鉀的溶液洗滌 5—6 次。

將沉淀在濾紙上以 30 毫升熱鹽酸 (1:2) 溶解之，並用熱水洗滌濾紙。

將溶液和洗液收入進行過沉淀的燒杯中。將所得的溶液煮沸，然後蒸發至干，殘渣中注入 5 毫升的鹽酸重新蒸干殘余物。用 1 毫升的鹽酸浸濕並溶解於 50 毫升水中。在分析品號 H0 和 H1 鎳時，將溶液移入 250 毫升的容量瓶中，分析品號 H2 鎳時，移入 500 毫升容量瓶中。

分析品號 H0 鎳時，從容量瓶中吸取 10 毫升溶液；分析品號 H1 和 H2 鎳時，吸取 5 毫升溶液作為鈷比色測定之用。

將取出整分部份溶液注入 100 毫升的比色管中，用水稀釋至 15—30 毫升，加入 10% 的檸檬酸溶液 5 毫升並混合之。再加入 25% 的氨溶液 10 毫升，用水稀釋至 93—94 毫升，加入  $\alpha$ -亞硝酸- $\beta$ -苯酚的鈉鹽溶液 5 毫升，用水稀釋至 100 毫升並搖勻。

在另一個 100 毫升直徑與盛試液者相同的比色管中注入 50 毫升水，100 毫升 25% 的氨溶液，5 毫升 10% 的檸檬酸溶液及 5 毫升  $\alpha$ -亞硝酸- $\beta$ -苯酚的鈉鹽溶液，用水稀釋至 97—98 毫升並搖勻。

然後從微量滴管中加入鈷標準溶液 B 至溶液顏色的強度與試驗顏色強度相同為止。然後將溶液稀釋至 100 毫升，如果需要時，再加幾滴鈷標準溶液。

鈷 (Co) 含量百分數依下式計算：

$$Co = \frac{v \times T_{Co} \times 100 \times v_1}{G \times v_2},$$

式中  $v$ ——達到與試驗溶液顏色相同時所消耗的鈷標準溶液數量，

以毫升計；

$v_1$ ——比色取用的整分部份溶液數量，以毫升計；

$v_2$ ——取用於稀釋溶液的容量瓶的容積，以毫升計；

$G$ ——鎳稱量，以克計；

$T_{Co}$ ——1毫升標準溶液  $B$  中鈷的含量，以克計。

平行測定允許的相對誤差為 10%。

### Ⅲ. 品號 H3 和 H4 鎳中鈷的測定

所用試劑：

1) 硝酸“分析純”ГОСТ 4461—48 (3:2)。

2) 氨水ГОСТ 3760—47。

3) 檸檬酸“分析純”ГОСТ 3652—51, 10% 的溶液。

4) 硫酸銨“分析純”ГОСТ 3769—47, 10% 的溶液。

5) 鐵氰化鉀(赤血鹽)“分析純”ГОСТ 4206—48, 用水進行再結晶後，於 70—75°C 下干燥之。為了配制定用的溶液，將 5.587 克再結晶鹽溶解於 50—60 毫升的水中，將溶液移入 1 升的容量瓶中，用水稀釋至標線並搖勻。此溶液 1 毫升相當於 0.001 克鈷。

註：鐵氰化鉀溶液滴定度可用 № 91 標準鎳試樣進行標定，為此取 1 克稱樣，其次依照分析手續所述進行之。

儀器：

帶有輔助裝置的灯泡电位計。

電極，系用長 2—2.5 厘米的白金絲封入玻璃細管中作成。其中一端電極置於玻璃細管中，玻璃細管一端拉成一個毛細管。電極的下端應當伸出於毛細管的孔外 1 毫米長。將電極置入試液中 2—2.5 毫米，同時在管中將電極提高 2—3 毫米，將試液吸入毛細管中。用注入管中的水銀作為接頭。

#### 7. 分析手續

稱取 2 克鎳(稱准至 0.0005 克)，加入 15 毫升的硝酸 (3:2) 徐徐加熱溶解之，將溶液蒸發至 5—6 毫升，加入 20 毫升水煮沸使其排出氮的氧化物。溶液冷卻，注入 10% 的硫酸銨溶液 10 毫升；50%

的檸檬酸溶液 4 毫升及氨水 50 毫升。注入氨水時要分成數小份加入並注意不使溶液過熱，否則則要使其冷卻。

將電極及攪拌器浸入盛有溶液的燒杯中，開動攪拌器，開開電位計並進行攪拌，至濃度徹底均勻，即至電位計的指針不再擺動。然後用鐵氰化鉀溶液滴定，此溶液係由 10 毫升的滴定管滴入，每分鐘滴入的速度為 25—30 滴，至電位計的指針在幾個分度上成顯著的偏轉為止。

鈷 (Co) 含量百分數依下式計算：

$$Co = \frac{v \times 0.001 \times 100}{G},$$

式中  $V$ ——滴定时鐵氰化鉀溶液所消耗的数量，以毫升計。

0.001——1 毫升鐵氰化鉀溶液相當於鈷的数量，以克計。

$G$ ——鎳試樣重，以克計。

平行測定允許的相對誤差為 10%。

#### IV. H0, H1, H2 品號鎳中鐵的測定

所用試劑：

- 1) 硝酸“分析純”ГОСТ 4461—48 (3:2)。
- 2) 氨水，ГОСТ 3760—47。
- 3) 硫酸“分析純”ГОСТ 4204—48 (1:1)。
- 4) 鹽酸“分析純”ГОСТ 3118—46 (1:1)。
- 5) 硝酸銨“分析純”ГОСТ 3761—47。
- 6) 二氯化錫“分析純”ГОСТ 36—40，10 克溶解於鹽酸(1:4)內。
- 7) 鉬酸銨“分析純”ГОСТ 3765—47。
- 8) 硅酸鈉“分析純”ГОСТ 4239—48。
- 9) 苛性鈉“分析純”ГОСТ 4328—48。
- 10) 硅鉬酸溶液(指示劑)。用 0.17 克硅酸鈉溶解於 5 毫升 0.5% 苛性鈉溶液內所配製之溶液同用 15 毫升水溶解 0.44 克鉬酸銨配製的溶液相混合。將混合液用水稀釋至 25 毫升，並加入 1.2 毫升硫酸

(1:1)。

准备少量的硅钼酸溶液以供 3—4 天需用。

11) 鄰苯氨基苯甲酸鈉溶液(指示剂)。將 0.1 克鄰苯氨基苯甲酸溶解於 30 毫升的 0.3% 的温热的碳酸鈉溶液中, 然后用水稀釋至 100 毫升。

12) 0.02N 的重鉻酸鉀溶液。將重鉻酸鉀“分析純”ГОСТ 4220—48 在水中再結晶並在 150—160°C 干燥之。再將 0.9807 克再結晶重鉻酸鉀溶解於 1 升的水中。此溶液 1 毫升相当於 0.001117 克鉄。

13) 0.02N 重鉻酸鉀溶液。將 2.4518 克再結晶重鉻酸鉀溶解於 1 升的水中。此溶液 1 毫升相当於 0.0027925 克鉄。

### 8. 分析手續

称取鎳 10 克(称准至 0.001 克), 加入 80 毫升的硝酸(3:2)徐徐加热, 使之溶解。將溶液煮沸使其排出氮的氧化物, 用水稀釋至 300 毫升, 加入 10 克硝酸銨和氨水, 使全部的鎳成为氨的絡合物。將帶有沉淀的溶液放置在水浴上 20—30 分鐘。用中密的濾紙將沉淀過濾, 然后用含有少量氨的热水洗滌 2—3 次。

將沉淀从濾紙上洗回到原来进行沉淀的燒杯中, 用 20 毫升热鹽酸(1:1)使之溶解。用热水將濾紙洗滌 5—6 次。將溶液用水稀釋至 200 毫升, 再用氨重复沉淀二次。用第一次氨沉淀后過濾时的濾紙將沉淀過濾。

用含有約 0.5% 氨溶液的热水將沉淀洗滌 8—10 次, 在濾紙上將其溶解於 20 毫升热鹽酸中(1:1)。用含有少量鹽酸的热水將濾紙洗滌。將溶液和洗液合併於原进行沉淀的燒杯中。溶液的总容积不得超过 30—40 毫升。

將溶液加热至开始沸騰, 滴加 10% 的二氯化錫溶液至溶液褪色后, 並过量 1—2 滴。以后於热溶液中加入 2 滴硅钼酸溶液並用滴管滴加 0.02 N 重鉻酸鉀溶液, 至溶液由藍色轉变为純綠色为止。

將溶液冷却至正常定温, 用水稀釋 100 毫升, 加入 8 滴鄰苯氨基苯甲酸鈉溶液; 如分析品号 H0 和 H1 鎳时, 需用 0.02 N 重鉻酸鉀溶液滴定; 如分析品号 H2 鎳时, 需用 0.05 N 重鉻酸鉀溶液滴定。

当重铬酸钾溶液滴定至呈现难以消失的红色时，则再加入 2 滴同样的指示剂溶液，此时徐徐滴定至其呈现不能消失的红色为止。

铁 (Fe) 含量的百分数，按下式计算：

$$Fe = \frac{v \times T_{Fe} \times 100}{G}$$

式中  $v$ ——滴定铁所消耗 0.02 N 或 0.05 N 重铬酸钾溶液的数量，以毫升计（为了使锡氧化，第一次滴定时所消耗的重铬酸钾溶液数量不加以计算）；

$T_{Fe}$ ——1 毫升 0.02 N 或 0.05 N 重铬酸钾溶液相当于铁的数量，以克计；

$G$ ——镍的试样重，以克计。

平行测定允许的相对误差为 10%。

### V. 品号 H0 和 H1 镍中硅的测定

所用试剂：

- 1) 硝酸“分析纯”ГОСТ 4461—48 (3:2 和 1:2)。
- 2) 氨水。用气体氨饱和的水配制。在蜡制瓶中以少量的水 (100—150 毫升) 使之饱和，在全部饱和时间内强烈冷却之。
- 3) 盐酸“分析纯”ГОСТ 3118—46 (1:1)。
- 4) 钼酸铵“分析纯”ГОСТ 3765—53, 5% 的溶液。配制时，将称样溶解于沸水中。

使用新配制的溶液。

註：如無上述質量之鉬酸鉍時，可將稍不純的試劑用下列方法提純之：即將 70 克的鉬酸鉍溶解於 200 毫升的熱水中，用密的濾紙過濾二次。將溶液冷卻並加入 25 毫升的乙醇並放置 1 小時。將析出的結晶用瓷漏斗抽吸過濾，溶解於熱水中並重復進行再結晶。第二次結晶後的晶體用水和酒精混合劑洗滌數次，在空氣中使之乾燥。

5) 三氯甲烷“分析纯”ГОСТ 3160—51。將試劑在水浴上蒸餾並收集在 61°C 分餾出的部分。

6) 氫氟酸。用下述方法檢查純度：將 20 毫升的酸注入於預先在 1000—1200°C 灼燒並稱量過的鉑皿中，加入 3—4 滴硫酸 (1:1)，



最初在水浴上蒸發至干燥，以后在沙浴上蒸發至排除三氧化硫的气体。然后将铂皿在 1000—1200°C 灼燒，於干燥器中冷却並称量之。增加重量不应超过 0.0005 克，否則將氫氟酸在铂皿頸甌中在石蜡浴上蒸餾之，然后重新檢查其純度。

7) 正丁醇。將試劑在油浴上蒸餾，收集在 114°—118°C 之間分餾出的部分。

8) 乙酸乙酯。將試劑在水浴上蒸餾，收集在 78°C 分餾出的部分。

9) 提取磷絡合物所用的混合液：將蒸餾过的乙醇与三氯甲烷相混合，比例为 1 : 3。

10) 抽出神絡合物用的混合液：將蒸餾过的正丁醇同乙酸乙酯以 1 : 1 的比例相混合。

11) 硅酸鈉溶液。將 2.71 克硅酸鈉（化学純）ГОСТ 4239—48 加热溶解於 20 毫升的 5% 的碳酸鈉溶液中。冷却之，將溶液移入蜡的瓶中，用水稀釋至 500 毫升並搖勻之。

用重量法測定 1 毫升溶液中的硅含量。为此將所得的 100 毫升溶液放置於瓷皿中，以甲基橙为指示剂用鹽酸（1 : 1）使其酸化，再加入 2 毫升过量的酸，將溶液在水浴上蒸干。用 3 毫升濃鹽酸湿润残渣，並重复蒸發。然后用 2 毫升濃鹽酸湿润残渣注入 100 毫升热水，加热至沸騰。用無灰濾紙過濾，先用 100 毫升含有 2 毫升鹽酸的热水洗滌 3 次，以后用热水洗滌至洗水中無氯离子的反应为止。

濾紙与沉淀放入白金坩堝中，而將濾液和前三次的水蒸干，並重复使矽酸脱水。按上述方法將残渣溶解，用無灰濾紙過濾並洗滌之。

將帶有沉淀的濾紙在铂坩堝中与第一次的濾紙合併，使其干燥，然后将濾紙灰化並在 1100°—1200°C 灼燒。在干燥器中冷却並称量  $G_1$ 。用数滴水將残渣湿润之，加入 5—6 滴硫酸（1 : 1）及 3—4 毫升氫氟酸。在水浴上蒸發，以后在沙浴上排除硫酸。在 1100°—1200°C 灼燒，在干燥器中冷却並称量  $G_2$ 。

1 毫升硅酸鈉（ $T_1$ ）溶液中硅含量的克数按下式計算：

$$T_1 = \frac{(G_1 - G_2) \times 0.4672}{100},$$

式中  $G_1$ ——殘渣与坩堝的重量，以克計；

$G_2$ ——用氫氟酸和硫酸处理后坩堝的重量，以克計；

0.4672—— $\text{SiO}_2$  換算为  $\text{Si}$  的系数。

### 12) 硅标准溶液。

將 25 毫升矽酸鈉溶液放入 200 毫升的分液漏斗中，加入 50 毫升的水，2—3 滴酚酞溶液，並用有刻度的管滴加硝酸（1:2）至淡紅色消失，然后再加入过量的同一濃度的硝酸 1.1 毫升。於溶液中加入 6 毫升 5% 的鉬酸銨溶液。用水稀釋至 100 毫升，搖勻並放置 10 分鐘。以后加入 5 毫升正丁醇；10 毫升硝酸（1:2）；將溶液用力搖勻。再加入 25 毫升丁醇並將漏斗反复顛倒 25—30 次謹慎搖勻。此时，硅鉬絡合物抽进到丁醇里，而成微帶有綠蔭的黄色。

放置至液体分層，將水層注入於另一分液漏斗中。再用丁醇返復抽取 5 次，每次用丁醇 10 毫升。最后一次的溶液应完全無色。將所有的丁醇抽取液合併，並用 50 毫升水，12 毫升濃硝酸及 3 毫升 5% 鉬酸銨溶液所組成的混合溶液洗滌。丁醇中絡合物洗好的溶液与水溶液分离，將其放入帶有磨沙塞子的 100 毫升容量瓶中，用丁醇稀釋至标線並搖勻。

在 1 毫升标准溶液中含有硅的克数  $T_2$ ：

$$T_2 = \frac{T_1}{4},$$

此矽标准溶液在一个月內是稳定的。

13) 甲基紫，0.1% 的水溶液。

14) 甲基橙，0.1% 的水溶液。

15) 酚酞“分析純”ГОСТ 5850—51，0.1 克溶解於 100 毫升 60% 的乙醇內。

## 9. 分析手續

当測定硅时，將鍍作成細屑（厚 1 毫米），当分析品号 H0 鍍时秤取 5 克，当分析品号 H1 时則秤取 3 克（秤准至 0.005 克），分別加

入 35 毫升和 20 毫升預先加热至  $60^{\circ}$ — $70^{\circ}\text{C}$  的硝酸 (3:2) 在水浴上加热溶解之。称样溶解后, 通入空气 15 分鐘, 將氮的氧化物从溶液中排除。

用水將溶液稀釋至 75 毫升, 並在不断的攪拌下分次注入少量的氨水, 至溶液 pH 等於 1.5 为止, 試驗此溶液 pH 值的方法, 可同在白瓷板上的甲基紫溶液进行点滴試驗以測定之: 当溶液 pH 值小於 1.5 时, 試驗溶液的滴与指示剂溶液的滴相混合的顏色呈綠色; 当达到 pH 值等於 1.5 时, 混合滴液的顏色变为純藍色。

將这样配制的溶液移入於容量 200 毫升分液漏斗中, 用水稀釋 100 毫升, 加入 6 毫升 5% 的鉬酸鉍溶液, 搖勻並放置 10 分鐘。然后加入 5 毫升丁醇, 10 毫升硝酸 (1:2) 並仔細地搖勻。加入 10 毫升为抽取磷絡合物 (試剂 9) 的混合剂並謹慎的將漏斗返復顛倒 25—30 次混勻並避免其成为乳狀液。

靜置使其溶液分層 (水層应当透明), 將下部有机層放出, 每次用 5 毫升混合剂从水溶液中再进行兩次抽取。

向分液漏斗的水溶液里注入 10 毫升为抽取神絡合物用的混合剂 (試剂 10) 並用力搖盪之。然后在溶液分層以前, 即注入 10 毫升三氯甲烷, 並返復顛倒漏斗 50—60 次以謹慎搖混溶液。

靜置之, 使溶液分層 (水層应为透明), 將下層的有机層放出, 再从水溶液中进行兩次抽取, 每次用 5 毫升的混合剂及 5 毫升三氯甲烷。

向分液漏斗中的水溶液注入 10 毫升硝酸 (1:2), 10 毫升丁醇並返復顛倒漏斗 25—30 次以謹慎搖盪溶液。

靜置之, 使溶液分層 (水層应为透明), 將底層注入另一分液漏斗中再重新进行三次抽取, 每次用 5 毫升丁醇。

向分液漏斗中合併的抽取液加入由 50 毫升水, 12 毫升濃硝酸, 3 毫升 5% 鉬酸鉍溶液所組成的混合剂, 並返復顛倒漏斗 25—30 次, 謹慎地搖盪溶液。

靜置之, 使溶液分層, 將水層放出拋棄掉, 而將有机層用上述混合剂重新洗滌。將洗过的有机層注入直徑为 16—12 毫米, 容量 50 毫

升的比色管中，用丁醇稀釋至 30 毫升的標線並混勻之。

与分析試樣的同時進行校正試驗。為此量取在測定試樣溶液的 pH 值時所必需的氨水數量，稀釋至 100 毫升，加入 2—3 滴酚酞溶液並加硝酸 (1:2) 至溶液變成無色為止，然後用有刻度的移液管滴入過量同樣濃度的酸 1.1 毫升。以後將溶液如上所述的过程進行分析。

將校正試驗溶液中所得的硅鉬絡合物的抽取液放入比色管中，管的容量及直徑與放有試驗溶液的比色管相同。注入 2 毫升丁醇並混勻之。以後即從 10 毫升的微量滴管中向校正試驗液中加入硅的標準溶液 (試劑 12)，到溶液的顏色強度與試液的相同為止。

加入丁醇使兩個管中的溶液體積相等，必要時在溶液中補加數滴硅標準液以進行比色。

硅 (Si) 含量的百分數以下式計算：

$$Si = \frac{T_2 \times v \times 100}{G}$$

式中  $T_2$ ——1 毫升標準溶液中含硅量，以克計；

$v$ ——消耗於與試液顏色同一深度時的硅標準溶液的數量，以毫升計；

$G$ ——鎳稱量，以克計。

平行測定允許的相對誤差為 20%。

## VI. 品號 H2 鎳中硅的測定

所用試劑：

1) 鹽酸“分析純”ГОСТ 3118—46 (1:1)。

2) 硝酸“分析純”ГОСТ 4461—48 (3:2)。

3) 硫酸“分析純”ГОСТ 4204—48 (1:1)。

4) 氫氟酸，用下列方法試驗其純度：將 20 毫升氫氟酸注入到預先在 1000—1200°C 灼燒並稱量過的鉬皿中，加入 3—4 滴硫酸 (1:1)，首先在水浴上蒸干，然後在沙浴上蒸發至排出三氧化硫的濃煙。以後在 1000—1200°C 煅燒之，在干燥器中冷卻，稱量。差余量不得超過 0.0005 克，否則將氫氟酸置於鉬曲頸蒸餾器在石蜡浴上

蒸餾后，重新進行純度試驗。

5) 無水碳酸鈉“分析純”ГОСТ 83—41。

### 10. 分析手續

2 克鎳（稱准至 0.005 克）徐徐加熱溶解於 20 毫升硝酸（3:2）中。向溶液加入 20 毫升硫酸（1:1）后，先在水浴上蒸發之，后在電熱板上蒸發至排出三氧化硫濃烟為止。

待其冷卻后，加入 5 毫升鹽酸及 150 毫升熱水並煮沸使鹽溶解。用致密濾紙將沉淀過濾，並用熱水洗滌 8—10 次。然后用數滴鹽酸（1:1）將帶有沉淀的濾紙濕潤之，經過幾分鐘后重新用熱水洗滌。

濾液和洗液重新蒸發至排出三氧化硫的濃烟為止。待冷卻后，加入鹽酸及水將其煮沸，均照以上所述進行。然后用致密濾紙將沉淀過濾並洗滌，亦如第一次析出硅酸時一樣。

將兩個帶有沉淀的濾紙全放入鉑坩堝中，干燥，灰化濾紙，在 1000—1200°C 灼燒，在干燥器中冷卻並稱量（重量  $G_1$ ）。

用幾滴水使坩堝中灼燒過的殘渣濕潤，加入 1—2 毫升氫氟酸及 3—4 滴硫酸（1:2），先在水浴上蒸發，然后在沙浴上蒸發至排出三氧化硫濃烟為止，然后在 1100—1200°C 將坩堝灼燒，在干燥器中冷卻並稱量（重量  $G_2$ ）。

矽（Si）含量百分數依下式計算：

$$Si = \frac{(G - G_2) \times 0.4672 \times 100}{G}$$

式中  $G_1$ ——坩堝與濾渣的重量，以克計；

$G_2$ ——用氫氟酸和硫酸處理過后的坩堝重量，以克計；

0.4672—— $SiO_2$  換算為 Si 的係數；

$G$ ——鎳稱量，以克計。

平行測定間允許相對誤差為 10%。

註：如果在坩堝中灼燒后，殘渣不是純白色時（由於碳、鎳而沾污），這樣就不用氫氟酸和硫酸來處理；而須把殘渣用 1—2 克灼燒過的蘇打溶解之。將溶解物用水浸出，用鹽酸化溶液，在水浴上蒸發干。將殘渣用 5 毫升鹽酸潤濕並重新蒸干。

將殘渣溶解於 5 毫升鹽酸中，然后将溶液用水稀釋至 100 毫升，加熱至沸騰，用致密濾紙將殘渣過濾並用熱水洗滌 8—10 次。

濾液及洗液重新蒸干，將殘渣用鹽酸處理之，重復蒸發，以後再將殘渣用鹽酸和水處理，過濾並洗滌。如第一次析出硅酸時一樣。

## Ⅶ. 銅的測定

### 所用試劑：

- 1) 硝酸“分析純”ГОСТ 4461—48 (3:2, 1:2 和 1:1)。
- 2) 硫酸“分析純”ГОСТ 4204—48 (1:1)。
- 3) 硫酸聯氨“分析純”ГОСТ 5841—51, 1% 的溶液。
- 4) 苛性鈉“分析純”ГОСТ 4328—48, 10% 的溶液。
- 5) 銅標準溶液，將 0.5 克的電解銅溶解於 5 毫升硝酸 (1:1) 中，將溶液煮沸使氮的氧化物排出，然後移入 1 升的容量瓶中，用水稀釋至標線並搖勻之。1 毫升標準溶液含 0.0005 克銅。

6) 儀器是由白金網 (圖 1) 和鋁片 (厚度 1—2 毫米，寬度 6—8 毫米，長度 130—140 毫米) 組成。

將鋁片用鉗子使與白金網相連接，如圖 1 所示。

鋁片應用沙紙很好的擦淨。

### 11. 分析手續

分析品號 H0 鎳時稱取 15 克鎳，分析品號 H1 和 H2 時，稱取 10 克鎳 (稱准至 0.01 克)，分析品號 H3 鎳時稱取 3 克鎳，並分析品號 H4 鎳時稱取 2 克鎳 (稱准至 0.005 克) 徐徐加熱溶解於硝酸中。

溶解時，15 克鎳用 70 毫升，10 克鎳用 50 毫升，3 克鎳用 20 毫升及 2 克鎳用 15 毫升的硝酸 (3:2)。將溶液煮沸排出氮的氧化物，冷卻至標準室溫並用水稀釋至 120 毫升。

在攪拌下向溶液中分次少量注入 10% 的苛性鈉溶液至其生成攪拌時不消失沉淀。然後加入 4 毫升硫酸 (1:1)，4 滴硝酸 (1:1)，10 毫升 1% 的硫酸聯氨溶液並將溶液用水稀釋至 200 毫升。加熱至 80—85°C 並將預先稱量過與鋁片相連接的白金網 (見圖 1) 放入溶液中，並將燒杯放在使溶液溫度保持 80°—85°C 浴器或電解板上。

經過 40 分鐘後將電極從溶液中取出並分離，將白金網用水洗滌，然後再用酒精洗淨，並放置在烘箱內於 100°—105°C 下干燥 5—10 分

鏡。冷卻后將白金網稱量。銅 (Cu) 含量百分數用下式計算：

$$\text{Cu} = \frac{(G_1 - G_2) \times 100}{G},$$

式中  $G_1$ ——帶有沉淀銅的網重，以克計；

$G_2$ ——網純重，以克計；

$G$ ——鍍稱量，以克計。

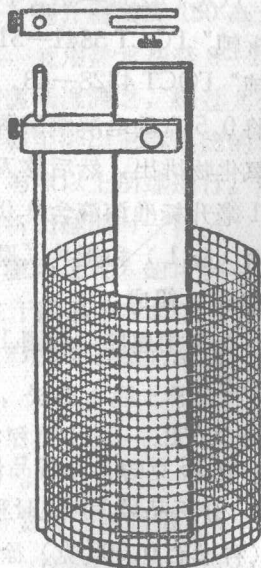


圖 1

平行測定間允許相對差數，如分析品號 H0, H1, 和 H2 鍍時為 20%，如分析品號 H3 和 H4 鍍時為 10%。

註：為了檢查銅是否完全析出，可重新用潔淨的電極浸入溶液中，在 80—85°C 電解 10—15 分鐘。經過了這段時間，如果陰極潔淨則證明銅完全析出，如果陰極有銅析出時，則繼續電解 10—15 分鐘，然後取出兩電極，將陰極洗滌，乾燥，稱量；像以前所述的過程進行。並將此陰極所加的重量計入於第一次析出時銅所得的重量。如果所加重量少於 2 毫克或沉淀不具有銅本身的顏色就進行銅的比色測定。為此將陰極的沉淀溶解於 10 毫升的硝酸 (1:2) 中。將溶液在水浴上蒸發，殘渣溶解於 5 毫升的熱水中並將溶液移入容量 30 毫升的比色管中。待冷卻后加入 5 毫升氨水，將溶液稀釋至 20 毫升並搖勻。在另一同樣的比色管中注入

12 毫升水，5 毫升氨水，然后用微量滴定管滴入的銅标准溶液至得到与試液顏色强度相同的顏色为止。將比較液稀釋至 20 毫升，如果必要时再加入几滴銅标准溶液。把比色测定所得的銅量加入第一次电解析出的銅量中去。

### Ⅳ. 碳的測定

#### 仪器及試剂.

測量設備（見圖 2）。

- 1) 氧气筒 1 附有整压栓，用以調整氧气进入爐中的速度。
- 2) 为潔淨由氧气筒放出之氧气所使用的裝置是：盛有 30% 苛性鉀溶液的吸收瓶 2，盛有碱石灰及氯化鈣（干燥的）U 形管 3，和盛有濃硫酸的吸收瓶 4。

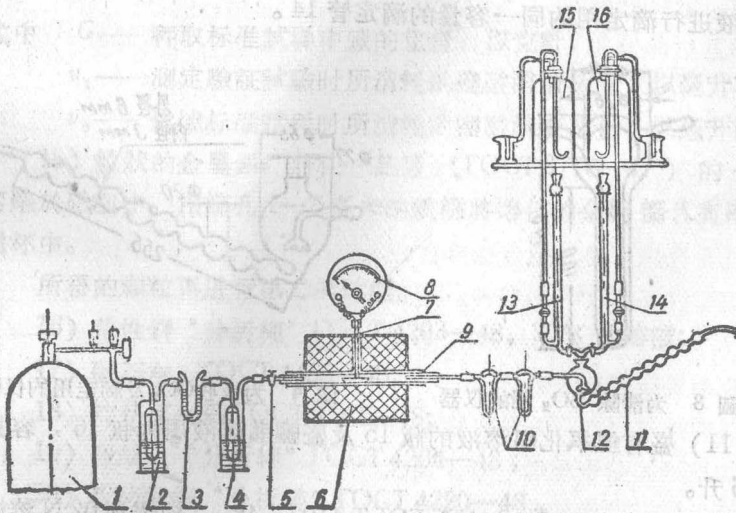


圖 2 用重石法測定碳用的裝置全圖

- 3) 为了使淨化过的氧气便於进入爐中或使其排出到空气中，以及輔助調整氧气通过速度所使用的三路活栓 5。
- 4) 附有西里特（силит）电組器的臥式管狀电爐 6，能容許加热到 1350—1400°C。电爐应裝有变阻器及安培計。
- 5) 測量爐内部溫度的电爐高溫計，該計系由附有电流器 8 之



鉛-鉛銻合金热电偶7所構成。

6) 無釉磁管9。內徑15—20毫米。管之長度應使其兩端露出爐外不少於180—200毫米。管子在使用前應在氧氣中於1300°—1350°C將其煨燒。

7) 長70—130毫米，寬7—12毫米和高5—10毫米的無釉瓷舟，該舟須在氧氣中1300°—1350°C煨燒30分鐘。

8) 裝滿重鉻酸鉀或鉻酸酐濃硫酸\*飽和溶液的吸收器10是淨化爐中出來的氣體混合物，除去二硫化碳(圖3)用的。

9) 吸收CO<sub>2</sub>及滴定用的儀器。用十個球的管11及氫氧化鋇貯液瓶12所組成(圖4)。

10) 為量取氫氧化鋇溶液用的容量為25毫升的滴定管13及用鹽酸溶液進行滴定用的同一容量的滴定管14。

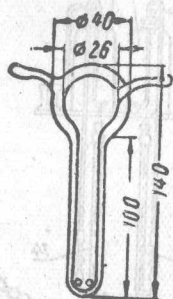


圖3 為清除SO<sub>2</sub>用的儀器

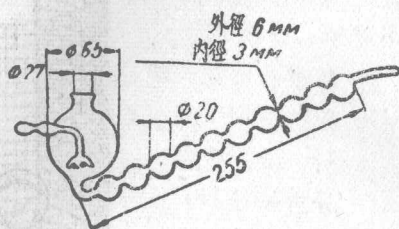


圖4 為吸收CO<sub>2</sub>及滴定用的儀器

11) 盛有氫氧化鋇溶液的瓶15及盛鹽酸溶液用的瓶16，容量為5—6升。

12) 氫氧化鋇“分析純”ГОСТ 4107—48。約為0.02 N溶液。配制此種溶液時，須將蒸餾水煮沸除去碳酸，冷卻，塞子將瓶塞住，用橡皮管將盛有氫氧化鋇溶液的啓申柯(Тищенко)玻璃瓶相連接，然後將水移入容量5—6升的瓶中，該瓶預先清除碳酸，清除方法系將經過氫氧化鋇溶液淨除過CO<sub>2</sub>的空氣通入瓶中1小時半。於此瓶中預先放入氫氧化鋇試劑(1升水中放3.2克)，每升溶液中加入5

\* 15克重鉻酸鉀或鉻酸酐於100毫升濃硫酸中。