

(342
030133
H 2

401954

成都工學院圖書館
基本館藏

化学分析操作方法

(非金屬部份)

第一輯



交通部天津機車車輛機械工廠

一 般 规 定

一、分析试样：

(一) 硅酸盐、碳酸盐及耐火材料等试样，除特别规定外，一般试样应在 $105\sim 110^{\circ}\text{C}$ 之温度烘干一小时后取样。试样应予以先以磁铁吸去其中之铁质，并在玛瑙乳钵中研成细末。

(二) 电镀溶液的试样，可按下法采取：

1. 为了采取能代表电镀溶液成份的试样，可用干净之专用长玻璃管垂直插入电镀槽内，待管内充满镀液后，用手指按住上管口，将溶液移于瓶内，用此法在镀槽的几处采取镀液，混匀后进行分析。

2. 采取的镀液试样，应是澄清的，如混浊时应待澄清后，吸取上层清液，或用干滤纸过滤后进行分析。

3. 在室温时，有盐类结晶析出的镀液，应在加温下采取，但每次用吸管吸取试样，进行分析时，也应在同温度下进行，以免由于取样的温度不同，而影响测定结果。

二、试剂配制及分析所用的水，均为蒸馏水或无离子水。

三、试剂一律使用化学纯品，如有怀疑时，应作空白检查。

四、方法中所载之溶液，除指明溶剂外，均为水溶液。

五、试剂配制的表示方法：

(一) 按体积表示：如1:2之溶液，系指盐酸（比重1.19），硫酸（比重1.84），硝酸（比重1.42）或氨水（比重

0.9) 一份和水二份之溶液。

(二) 按百分比表示: 如 5 % 氯化钠溶液, 系指 5 克氯化钠溶在 95 水中, 冲稀至 100ml。

六、方法中所列硫酸、盐酸、硝酸、和氨水等未指明浓度者, 均为浓溶液。

七、方法中所载之温水或温溶液, 系指温度在 $40\sim 50^{\circ}\text{C}$, 热水或热溶液, 系指温度在 $70\sim 80^{\circ}\text{C}$ 。

八、方法中所用温度, 均为摄氏温度。

九、蒸发、或发生有毒性气体时, 必须在良好的通风橱中进行。

十、脱水时, 除特殊规定外, 一律采用水浴。

十一、方法中有关于干燥或灼烧至“恒重”, 系指干燥、灼烧、冷却、称量等手续重复进行, 至最后两次称量之差不大于 0.0005 克为止。

毛主席语录

路线是个纲，纲举目张。

在生产斗争和科学实验范围内，人类总是不断发展的，自然界也总是不断发展的，永远不会停止在一个水平上。因此，人类总得不断地总结经验，有所发现，有所发明，有所创造，有所前进。

人们为着要在自然界里得到自由，就要用自然科学来了解自然，克服自然和改造自然，从自然里得到自由。

读书是学习，使用也是学习，而且是更重要的学习。从战争学习战争——这是我们的主要方法。

中国人民有志气，有能力，一定要在不远的将来，赶上和超过世界先进水平。

备战、备荒、为人民。

前 言

伟大领袖毛主席教导我们：“在生产斗争和科学实验范围内，人类总是不断发展的，自然界也总是不断发展的，永远不会停止在一个水平上”。

随着无产阶级文化大革命斗、批、修的群众运动的深入发展，全国亿万军民在毛主席关于“路线是个纲，纲举目张”的教导下，通过批修整风，路线觉悟普遍提高，狠抓革命，猛促生产，一个伟大的社会主义革命和社会主义建设的新高潮正在兴起，技术革新和技术革命也正在蓬勃开展。

为了适应工业跃进的新形势，确保产品质量的不断提高，切实搞好生产服务工作，我厂试验人员，遵照毛主席“**要认真总结经验**”的伟大教导，在工厂党委的正确领导下，针对我厂当前生产需要，根据我室历来积累的资料，并参考和吸取了各兄弟单位的先进经验，对我厂原有“化学分析操作规程”进行了修订和补充，并将黑色金属分析、有色金属分析、非金属分析和化学分析手册分为四辑出版。

在编辑本书过程中，我厂试验人员虽做了最大的努力，但由于认真学习毛主席著作不够，加之水平有限，缺点必然不少，希望同志们批评指正。

1972年 月

目 录

硅酸盐的分析	1
一、石英粉、石英砂的分析	1
二氧化硅的测定 氢氟酸挥发法	1
二、红砂、黄砂、陶土及粘土的分析	2
(一) 二氧化硅的测定 重量法	2
(二) 氧化铁的测定 E.D.T.A.络合滴定法	3
(三) 氧化铝的测定 E.D.T.A.络合滴定法	5
碳酸盐的分析	7
一、镁砂的分析	7
(一) 二氧化硅的测定 重量法	7
(二) 氧化镁的测定 E.D.T.A.络合滴定法	8
(三) 氧化钙的测定 E.D.T.A.络合滴定法	10
二、石灰石、白云石的分析	11
(一) 二氧化硅的测定 重量法	11
(二) 氧化钙的测定 E.D.T.A.络合滴定法	12
(三) 氧化镁的测定 E.D.T.A.络合滴定法	13
其他冶炼材料的分析	16
一、氟石(萤石)的分析	16

(一) 二氧化硅的测定 重量法	16
(二) 氟化钙的测定 E.D.T.A.络合滴定法	17
二、水玻璃的分析	19
模数的快速测定 中和法	19
三、氯化铵溶液的分析	21
(一) 氯化铵的测定 碱滴定法	21
(二) 氢氧化铵的测定 酸滴定法	22
四、铁矿石的分析	24
(一) 二氧化硅的测定 重量法	24
(二) 全铁量的测定 E.D.T.A.络合滴定法	25
煤及焦炭的分析	27
一、水份(实际水份)的测定	27
二、挥发物的测定	27
三、灰份的测定	28
四、固定碳的测定	29
五、硫的测定 燃烧碘量法	29
六、煤中发热量的计算	30
锅炉水的分析	32
一、总硬度的测定 E.D.T.A.络合滴定法	32
二、碱度的测定 中和法	34
三、氯化物的测定 硝酸银滴定法	35
油脂的分析	37
一、酸值的测定 中和法	37
二、闪点的测定 布林克开口法	38

三、粘度的测定 恩格勒法	40
煤气的成份分析	42
二氧化碳、不饱和碳氢化合物、氧、一氧化 碳、氢、甲烷及氮的测定	43
电镀溶液的分析	48
一、镀铬溶液的分析	48
(一) 六价格的测定 亚铁滴定法	48
(二) 三价格的测定 亚铁滴定法	49
(三) 硫酸根的测定	50
I、硫酸钡重量法	50
II、硫酸钡沉淀——E.D.T.A.络合滴定法	52
(四) 铁的测定 E.D.T.A.络合滴定法	54
(五) 氟硅酸的测定 硝酸钍滴定法	55
二、氰化镀锌溶液的分析	58
(一) 锌的测定 E.D.T.A.络合滴定法	58
(二) 全部氰化物的测定 硝酸银滴定法	59
(三) 全部氢氧化钠的测定 中和法	61
三、低锡青铜溶液的分析	63
(一) 游离氰化钠的测定 硝酸银滴定法	63
(二) 游离氢氧化钠的测定 中和法	64
(三) 铜的测定 碘量法	64
(四) 锡的测定 E.D.T.A.络合滴定法	66
四、硫酸镀锡溶液的分析	68
(一) 总锡量的测定 碘量法	68
(二) 硫酸根的测定 盐酸联苯胺中和法	69

五、镀镍溶液的分析	71
(一) 硫酸镍的测定 E.D.T.A.络合滴定法	71
(二) 氯化钠的测定 银量法	72
(三) 硼酸的测定 碱滴定法	73
六、氰化镀镉溶液的分析	75
(一) 镉的测定 E.D.T.A.络合滴定法	75
(二) 全部氰化钠的测定 银量法	76
(三) 全部氢氧化钠的测定 中和法	77
七、氰化镀银溶液的分析	79
(一) 银的测定 硫氰酸盐滴定法	79
(二) 游离氰化物的测定 银量法	80
八、镀铅溶液的分析	81
(一) 铅的测定 铬酸铅容量法	81
(二) 游离氟硼酸的测定 氢氧化钠滴定法	83
九、氰化镀铜溶液的分析	84
(一) 铜的测定 碘量法	84
(二) 游离氰化物的测定 银量法	85
十、氟硼酸铅锡镀液的分析	86
(一) 游离氟硼酸的测定 氢氧化钠滴定法	86
(二) 铅的测定 E.D.T.A.滴定法	87
(三) 总锡量的测定 碘量法	89
炉渣的分析	90
一、二氧化硅的测定 重量法	90
二、氧化锰的测定 高硫酸铵比色法	91
三、三氧化二铁的测定 E.D.T.A.络合滴定法	92
四、氧化铝的测定 E.D.T.A.络合滴定法	93

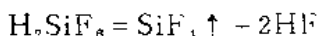
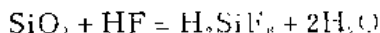
五、氧化钙的测定 E.D.T.A 络合滴定法	95
六、氧化镁的测定 E.D.T.A 络合滴定法	97
附录一、一般水玻璃成份表	99
附录二、波美(°Bé)刻度和比重的的换算	99
附录三、油类粘度换算表	100

硅酸盐的分析

一、石英粉、石英砂的分析：

二氧化硅的测定 氢氟酸挥发法

1. 方法要点：试样用氢氟酸和硝酸处理，使样品中之二氧化硅生成四氟化硅而挥发，然后灼烧，失去之重量即为二氧化硅之含量。



2. 试剂配制：

① HNO_3 ：比重1.42

② HF ：40%

3. 分析方法：称取试样0.5g于称重之铂坩埚中，加水几滴湿润，加 HF 5ml， HNO_3 1~2ml，在低温电炉上蒸发至近干，再加 HF 5ml， HNO_3 1~2ml，再蒸至近干，再加 HNO_3 1~2ml 彻底蒸干，于高温电炉中在 $950 \sim 1000^\circ\text{C}$ 灼烧半小时，放干燥器中冷后称重。

4. 计算：

$$\text{SiO}_2 \% = \frac{G_1 - G_2}{G} \times 100$$

式中： G_1 ——试样和铂坩埚之重量（克）

G_2 ——处理后残渣和铂坩埚之重量（克）

G ——试样重（克）

5. 附注：

①加水润湿，是为了避免加入 HF 后产生激烈反应而使试样溅失。

②加入硝酸是为了金属氟化物之挥发，最后一次加硝酸为了除掉过剩之氢氟酸。

③用 HF 处理时温度要低，否则有溅失之危险。

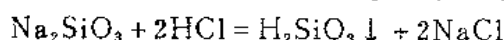
6. 准确度：± 允许误差：0.5%

二、红砂、黄砂、陶土及粘土的分析：

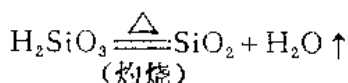
(一) 二氧化硅的测定：重量法

1. 方法要点：试样用 NaOH 熔融，以 HCl 处理，硅成胶体沉淀析出，然后蒸干使其脱水，再用酸处理，使 Fe、Al 等以氯化物形式转入溶液中，和硅分离，把硅酸沉淀在 1000℃ 左右的温度下灼烧，冷后称重。

化学反应如下：



(硅酸)



2. 试剂配制：

①NaOH：粒状

②HCl：比重 1.19

3. 分析方法：称取经 100 孔筛过筛和干燥的试样 0.2g 于放有 NaOH 4g 左右的银坩埚中，上面再放一层 NaOH，盖好盖，放高温电炉中，逐渐升温到 850℃，熔融至清亮透明，取出冷却后，放高型烧杯中，加少量水，加热煮沸，将熔融物溶介，用少量水清洗坩埚及盖，加入浓 HCl 15ml 左右，使溶液

清亮，放电热板或水浴上蒸干，并赶尽HCl味，取下稍冷，加浓HCl约10ml，水50ml，加热煮沸，把盐类溶介，用快速定量滤纸过滤（滤液收集于250 ml量瓶中），用热水洗7~8次，将滤纸和沉淀移入已称重的磁坩埚中，经烘干灰化后，放高温炉中在900~1000℃灼烧卅分钟左右，取出放干燥器中冷却称重。

4. 计算：

$$\text{SiO}_2\% = \frac{\text{沉淀重}}{\text{试样重}} \times 100$$

5. 附注：

①熔融温度不能超过850℃，否则银坩埚会严重侵蚀而损坏。

②SiO₂的脱水温度在110℃~120℃为宜，过高易使结果偏低。

③样品熔融后如果发现有不熔残渣时，则用HF和H₂SO₄处理。

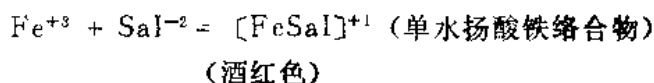
④在蒸干过程中，应经常搅拌，以增加蒸发速度，同时也防止溶液的溅失。

6. 准确度：±允许误差：0.5%

（二）氧化铁的测定：EDTA络合滴定法

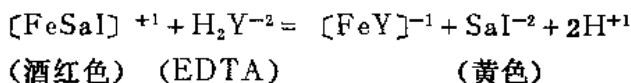
1. 方法要点：吸取分析SiO₂后的溶液，调节pH=2时，以磺基水杨酸为指示剂，用E.D.T.A.标液滴定至溶液由酒红色转为亮黄色为终点。

化学反应如下：



（SaI⁻²代表磺基水杨酸阴离子）

当用 EDTA 标液滴定时，由于 EDTA 与 Fe 生成的络合物比单水杨酸铁络合物更为稳定，所以指示剂阴离子游离出来，使溶液由酒红色变为亮黄色。



2. 试剂配制:

① NH_4OH : 1:1

② 磺基水杨酸: 10%

③ EDTA 标液: 0.02M 称取 EDTA 7.45g 于水中溶介，移于 1000 ml 量瓶中，稀至刻度混匀。

标定: 吸取 0.02M 纯 Zn 标液 25ml 于三角瓶中，加水 50ml， $\text{pH} = 10$ 缓冲溶液 10ml，和 EBT 指示剂 1~3 滴，用 EDTA 标液滴定至溶液由酒红色变为纯蓝色。

$$M_{\text{EDTA}} = \frac{0.02 \times 25}{V}$$

式中: V ——EDTA 标液的用量 (ml 数)。

3. 分析方法: 将分离二氧化硅后之滤液稀至刻度，混匀，吸取 50 ml 于三角瓶中，加水 20 ml，加热到 $50 \sim 60^\circ\text{C}$ ，取下，用 NH_4OH 调至 $\text{pH} = 2$ 左右 (用刚果红试纸试验为蓝灰色)，加磺基水杨酸指示剂 2ml，用 EDTA 标液滴定至亮黄色为终点，(溶液留作测定氧化铝用)。

4. 计算:

$$\text{Fe}_2\text{O}_3\% = \frac{M \times V \times 0.07985}{G} \times 100$$

式中: M ——EDTA 标液的克分子浓度

V ——EDTA 标液用量 (ml 数)

0.07985——三氧化二铁的毫克当量

G——试样重 (克)

5. 附注:

①溶液的 pH 值, 一定要控制, 滴定温度不要超过 60℃。

②试样中含 Fe 量低时, 滴定终点为无色。

6. 准确度:

± 允许误差: 0.3%

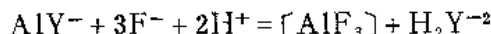
(三) 氧化铝的测定: EDTA 络合滴定法

1. 方法要点: 在测定氧化铁后的溶液中, 加过量的 EDTA, 在 pH = 4.5 时, 铝和其他金属离子和 EDTA 络合。



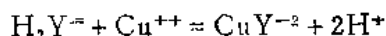
(过量)

过量的 EDTA, 在 PAN 指示剂存在下, 用硫酸铜回滴, 然后用 NH_4F 破蔽, 使 Al—EDTA 络合物转化成氟化铝络合物。



(氟化铝)

释放出来的 EDTA, 用硫酸铜标液滴定。



(红色)

2. 试剂配制:

① EDTA 标液: 0.002M

② PAN 指示剂: 0.2% 乙醇溶液

③ NH_4F : 2% 用 HCl 调节 pH = 5, 贮塑料瓶中。

④ 硼酸: 固体

⑤ NaAc——HAc 缓冲溶液: 20% NaAc 100ml 中, 加冰 HAc 5ml。

⑥ 硫酸铜标液: 0.02M 称取 $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ 5g, 加浓

H₂SO₄ 2~3滴，稀至1000ml，混匀。

标定：称取标样或纯Al，按分析方法操作，求出硫酸铜标液对氧化铝的滴定度 (T_{Al₂O₃})。

3. 分析方法：于测定氧化铁后的溶液中，加入 EDTA 标液10ml，和 NaAc—HAc 缓冲液20ml，在沸水浴中，加热3分钟，取出，加 PAN 指示剂6~8滴，用硫酸铜标液滴定至红色（不计数），加 NH₄F 7~8 ml，放沸水浴中加热3分钟，取出，加硼酸2g，混匀，以除去过剩的氟离子，再加 PAN 指示剂2~3滴，用硫酸铜标液滴定至红色或橙红色为终点。

4. 计算：

$$\text{Al}_2\text{O}_3\% = \frac{V \times T_{\text{Al}_2\text{O}_3}}{G} \times 100$$

式中：V——硫酸铜标液的用量 (ml)

T_{Al₂O₃}——硫酸铜标液对Al₂O₃的滴定度

G——试样重 (克)

5. 附注：

①煮沸时间不可过长，两次滴定终点颜色应一致。

②溶液的 pH 值一定要严格控制。

6. 准确度：

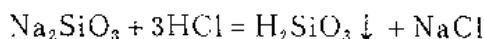
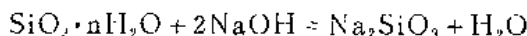
± 允许误差：0.3%

碳酸盐的分析

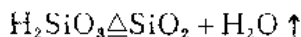
一、镁砂的分析

(一) 二氧化硅的测定：重量法

1. 方法要点：试样用碱熔融后，用酸中和使硅酸沉淀，可溶性盐类溶介，然后过滤、洗涤、灼烧，称量求出 SiO_2 含量。化学反应如下：



(硅酸)



2. 试剂配制：

① NaOH ：粒状

② HCl ：比重1.19

3. 分析方法：称取经100孔筛过筛和干燥的试样0.2g 于放有氢氧化钠 4g 左右的银坩锅中，上边再放一层 NaOH ，盖好盖，放高温电炉中升温到 850°C ，熔融清亮透明，取出冷却后，放高型烧杯中，加少量水，加热煮沸溶介熔融物，把坩锅用少量水冲洗干净，加入浓 HCl 15ml 左右使溶液清亮，放电热板上（或水浴上）蒸发至干，放烘箱中赶尽 HCl 味，稍冷后，加入浓 HCl 约 10ml，水100ml，加热煮沸使盐类溶介，以快速定量滤纸过滤（放定量纸浆少许），用热水洗 7~8 次，（滤液放于250ml 量瓶中以测定钙和镁用），将滤纸和沉淀移入已称量的磁坩锅中，经灰化后于高温电炉（ 900°C ）中灼烧