

国定全苏标准

(中 译 本)

ГОСТ 1953—54

錫青銅

化学組成測定法

(六)

冶金工业出版社

前 言

一九五六年去苏联参加社会主义陣营标准化工作經驗交流會議的代表团帶回的国定全苏标准中的金屬及金屬制品。耐火材料及耐火制品。煉焦化学产品等部份标准，經我們組織了黑色冶金設計院、有色冶金設計院、鞍山鋼鐵公司、有色金屬綜合研究所及本部專家工作室等單位进行翻譯、审核，最后交稿排印。由於翻譯的質量不够高，在文字組織及內容方面可能有不够妥当或錯誤的地方，有关部門如有意見希及时函告，以便再版时改正为盼。

冶金工業部技术司

苏联 国家計劃委员会 标准化管理局	国定全苏标准	ГOCT 1953—54
	錫青銅	代替 ГOCT 1953—43
	化学組成測定法	B 59 組

本标准系規定 ГOCT 5017—49, ГOCT 613—50, ГOCT 614—50 各种品号錫青銅及 ГOCT 4116—48 BX1 和 BX2 品号錫青銅的成分和雜質的測定法。

也容許采用其他測定法。此时測定結果須定期用本标准所規定的方法加以檢驗，其差数不得超过本标准所規定的平行試驗的容許差数。

仲裁測定必須按本标准所規定的方法进行。

I. 总 則

1. 在进行分析和制备溶液时均应采用蒸餾水。
2. “稀 1:1, 1:5, 1:10 等”中，前一个数字表示酸或某种溶液的体积部分，后一个数字表示水的体积部分。
3. “热水或热溶液”中表示液体温度为 60—70°C, “溫水或溫溶液”中表示液体温度为 40—50°C。
4. 沒有固定标准的試剂应采用化学純或分析純。
5. 进行錫青銅的化学分析时須采用下列試剂：
 - 鋁試剂（金黃色素三甲酸鋁鹽）
 - 氯化鋁，ГOCT 3759—47。
 - 鋁，Al 品号，ГOCT 3549—47。
 - 氨水，分析純，ГOCT 3760—47。
 - 硝酸鋁，分析純，ГOCT 3761—47。
 - 鉬酸鋁，分析純，ГOCT 3765—53。

冶金工業部 提出	标准化管理局 1954 年 2 月 10 日批准	实施日期 1954 年 7 月 1 日
-------------	-----------------------------	------------------------

- 硫酸銨，分析純，ГОСТ 3769—47。
硫氰化銨，分析純，ГОСТ 3768—47。
碳酸銨，化學純，ГОСТ 3770—47。
醋酸銨，分析純，ГОСТ 3117—51。
氯化銨，分析純，ГОСТ 3773—47。
磷酸銨，分析純，ГОСТ 3772—47。
二甲基乙二醛肟，分析純，ГОСТ 5828—51。
氯化高鐵，分析純，ГОСТ 4147—48。
金屬碘，分析純，ГОСТ 4159—48。
溴酸鉀，化學純，ГОСТ 4457—48。
硝酸鉀，分析純，ГОСТ 4217—48。
碘化鉀，分析純，ГОСТ 4232—48。
酒石酸鉍鉀，分析純。
卑磷酸鈣（卑磷酸鹽）。
鉀明礬，分析純，ГОСТ 4329—48。
鐵銨礬，化學純，ГОСТ 4205—48。
可溶性淀粉。
濃硝酸，化學純，ГОСТ 4461—48。
酒石酸，化學純，ГОСТ 5817—51。
檸檬酸，分析純，ГОСТ 3652—51。
濃硫酸（比重1.8300—1.8350），化學純，ГОСТ 4204—48。
濃鹽酸（比重1.740—1.1833），化學純，ГОСТ 3118—46。
硫基水楊酸，ГОСТ 4478—51。
氫氟酸。
草酸，化學純，ГОСТ 5873—51。
正磷酸（比重1.7），ГОСТ 6552—53。
剛果紅，ГОСТ 5552—50（紙）。
甲基紅，ГОСТ 5853—51。
甲基橙。
甲基紫。

苛性鈉，化學純，ГОСТ 4328—48。
重碳酸鈉，化學純，ГОСТ 4201—48。
矽酸鈉，分析純，ГОСТ 4239—48。
硫化鈉，分析純，ГОСТ 2053—43。
無水或晶狀碳酸鈉，化學純，ГОСТ 83—41 和 ГОСТ 84—41。
卑磷酸鈉，分析純，ГОСТ 200—41。
二氯化錫，分析純，ГОСТ 36—40。
氧化鈹。
过氧化氫（雙氧水），ГОСТ 177—41。
过氧化鈉。
金屬汞，PI 品號，ГОСТ 4658—49。
金屬鎘，Cyl 品號，ГОСТ 1089—41。
粗丁醇。
精餾乙醇，ГОСТ 5962—51。
硫脲，ГОСТ 6344—52。
酚酞，ГОСТ 5850—51。
三氯甲烷，ГОСТ 3160—51。
無鉀金屬鋅，ГОСТ 989—41。
乙酸乙酯，ОСТ НКПП 528。

I. 銅的測定

6. 需用的試劑：

- 1) 濃硝酸和 1:1 稀硝酸。
- 2) 1:1 稀硫酸。
- 3) 10% 硝酸銨溶液。
- 4) 乙醇。

7. 除 Бр.ОЛС 4—4—17 品號以外一切品號青銅的分析程序

將稱准至 0.0002 克碎屑狀的 1 克青銅稱樣在蓋以表玻璃的 150—250 毫升燒杯中溶於 10 毫升 1:1 稀硝酸中。在劇烈反應結束後，注入 4—5 毫升濃硝酸，小心地在砂浴上加熱，直至熔融物完全分解並

析出氮的氧化物为止。然后用少量洗瓶內的水冲洗燒杯上的表玻璃，將表玻璃掀开，注入 50 毫升热水，15 毫升硝酸鉍溶液，將溶液加热至开始沸騰，使偏錫酸的沉淀在 80—90°C 的水浴上靜置 30 分鐘。

將热溶液用帶紙漿的濾紙濾入 300 毫升燒杯內，在過濾結束時將沉淀移在濾紙上。仔細地用每升含 10 毫升濃硝酸的热水洗滌濾紙上的沉淀 7—8 次。將濾液和洗液蒸發至約 150 毫升，並在加入 4 毫升 1:1 稀硫酸后进行电解。当分析鉛青銅時，硫酸在电解开始 20 分鐘以后加入。电解时使用網狀鉑電極，电流强度为 2.5 安培，攪拌电解液，不許断电。为避免噴出損失，將盛有电解液的燒杯用兩枚半塊表玻璃盖复。

溶液褪色后，用少量水洗滌燒杯壁和表玻璃，並繼續电解 10—15 分鐘，同时再加入少量水檢驗銅是否析出完全。如果加水后經 15 分鐘，新浸入溶液中的電極部分未复有銅的沉积物，則停止电解。在不断电的情况下迅速取下盛有电解液的燒杯，迅速用盛有蒸餾水的燒杯輪流交換洗滌電極。然後將電極从電極夾上取下。

用乙醇洗滌帶有銅沉积物的陰極，置於 100°C 左右的烘箱內干燥 5—6 分鐘並秤重。

銅的百分含量按下式計算：

$$\% \text{Cu} = \frac{G_1 \times 100}{G},$$

式中 G_1 ——沉积在陰極上的銅量（克）；

G ——合金的称样（克）。

平行測定的容許差数为 0.10%。

8. Бр. ОЦ 4—4—17 品号青銅的分析程序

称样 1 克的溶解与錫的分离均与其余品号青銅的分析相同（見第 7 条）。在偏錫酸的热濾液中（蒸發至 150 毫升）注入 5 毫升 1:1 稀硫酸，攪拌，使硫酸鉛沉淀在不加热下靜置 20 分鐘。然後將沉淀用小張濾紙過濾，用冷水洗滌 4—5 次，將濾液与洗液一齐注入 300 毫升燒杯中，將所得溶液蒸發至 150 毫升，在不加硫酸的情况下与第 7 条所示相同用电解法測定銅。

平行測定的最大容許差數為 0.1%。

III. 鉛的測定

9. 需用的試劑：

- 1) 濃硝酸和 1:1 稀硝酸。
- 2) 硝酸銨。將 100 克硝酸銨溶於 1 升蒸餾水中。

10. 一切品號鉛青銅的分析程序

將稱准至 0.0002 克的 0.5—1 克（視含鉛量而定）和 0.25 克（在分析 Бр.ОЦС 4—4—17 品號青銅時）合金稱樣置於 150—200 毫升燒杯中，用表玻璃蓋復，並在微熱下溶於 10 毫升的 1:1 稀硝酸中。

在劇烈反應結束後，注入 5 毫升濃硝酸並小心加熱至氮的氧化物析出為止，然後再在 70—80°C 下靜置 10 分鐘。然後注入 50 毫升熱水，20 毫升硝酸銨熱溶液，小心地加熱 10 分鐘，並在溫砂浴上靜置 20—30 分鐘。熱溶液用帶有紙漿的中密濾紙濾入 250—300 毫升燒杯內，只有在過濾快結束時才將沉淀移到濾紙上。

濾紙上的沉淀用每升含 20 毫升 1:1 稀硝酸的熱水洗滌 7—8 次。將濾液加熱至 70°C，使用網狀鉛電極，在攪拌電解液下進行電解，鉛在電極的大網上析出。電流強度規定為 1.5 安培。在電解的全部過程中，為避免噴出，燒杯上用兩枚帶電極孔和攪拌器孔的半塊表玻璃蓋復。

電解開始後經 30 分鐘，掀開表玻璃，用水沖洗表玻璃和燒杯壁，再繼續電解 10—15 分鐘。如果加水後經 10—15 分鐘，新浸入溶液中的電極部分未復有鉛沉積物，則認為電解完全。在不斷電的情況下迅速取下盛有電解液的燒杯，同時用盛有蒸餾水的燒杯輪流交換洗滌電極。此操作應尽可能進行快些。然後將電極從電極夾上取下。帶有過氧化鉛沉積物的陽極在 160—170°C 下干燥 30 分鐘，冷卻並稱重。

鉛的百分含量按下式計算：

$$\% \text{ Pb} = \frac{G_1 \times 0.866 \times 100}{G}$$

式中 G_1 ——沉積在陽極上的過氧化鉛的重量（克）；

0.866——过氧化鉛換算成鉛的係數，

G ——合金的稱樣（克）。

平行測定的容許差數為 0.15%，而對於 Бр.ОЦС 4—4—17 品號的青銅則為 0.30%。

11. Бр.ОЦ 4—3, Бр.ОФ 6.5—0.15及Бр.ОФ 4—0.25 等品號青銅的分析程序

將稱准至 0.01 克的 10 克合金稱樣置於 250—300 毫升燒杯中，注入 80 毫升 1:1 稀硝酸，蓋以表玻璃，並在微熱下使之溶解。稱樣溶解並煮沸析出氮的氧化物以後，用水沖洗表玻璃和燒杯壁，在溶液中注入 100 毫升水，混勻，並使偏錫酸沉淀在砂浴上靜置 20 分鐘。

熱溶液經過帶紙漿的濾紙濾入 250—300 毫升燒杯內，只有在過濾快結束時才將沉淀移在濾紙上。濾紙上的沉淀用每升含 20 毫升 1:1 稀硝酸的熱水洗滌 6—7 次。將沉淀傾出。將濾液蒸發至開始結晶。然後注入 150 毫升熱水，並加熱至鹽類完全溶解。溶液冷卻並進行電解，使鉛沉積在 170°C 下烘乾並已稱重的網狀電極上。電解時不進行攪拌，電流強度為 1 安培，共進行 30 分鐘。然後加水，如果 10 分鐘以後，鉛未在新浸入的電極部分上沉積，則認為電解完全。迅速取下盛有電解液的燒杯，同時用盛有水的燒杯輪流交換洗滌電極。將帶有過氧化鉛沉積物的陽極在 160—170°C 下乾燥 15 分鐘，並在冷卻後稱重。

鉛的百分含量按下式計算：

$$\%Pb = \frac{G_1 \times 0.866 \times 100}{G}$$

式中 G_1 ——沉積在陽極上的過氧化鉛的重量（克）；

0.866——過氧化鉛換算成鉛的係數；

G ——合金的稱樣（克）。

平行測定的最大容許差數為 0.004%。

IV. 錫的測定

12. 需用的試劑：

- 1) 濃硝酸。
- 2) 濃鹽酸和 1:1 稀鹽酸。
- 3) 氯化高鉄。將 12 克 $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 溶入 50 毫升 1:1 稀鹽酸中，溶液用水稀至 1 升。
- 4) 25% 氨水溶液。
- 5) 2% 氯化銨溶液，每升加 10 毫升氨。
- 6) Al 品号的鋁板或鋁線。
- 7) 10% 碳酸鈉溶液。
- 8) 0.05 当量金屬碘溶液。称取 0.1 克的金屬錫或錫青銅的标准試样来确定溶液的滴定度，在溶解和进行溶液滴定的准备时应遵循与分析試样时相同的条件。
- 9) 0.5% 可溶性淀粉溶液。
- 10) 碘化鉀。

13. 分析程序

將称准至 0.001 克的 1 克青銅称样在徐徐加热下溶於 250—300 毫升燒杯內的 20 毫升等体积濃硝酸和濃鹽酸的混合液中。溶解后加入 25 毫升氯化高鉄溶液，用水稀至 140—150 毫升，加热至 60—70°C，注入保持氨液中全部銅所需数量的氨水，並过量少許。將溶液在水浴上加热（約 10 分鐘）至沉淀凝聚。濾出沉淀，用 2% 氯化銨热溶液（每升加 10 毫升氨）洗滌 6—7 次，然后在濾紙上將其溶於 40 毫升热鹽酸（1:1）中，用热水洗滌濾紙並將溶液濾入进行沉淀的燒杯中。

用稍許过量的氨水重新沉淀所得溶液中的鉄和錫，与第一次一样將沉淀濾出並洗滌，將濾紙上的洗过的沉淀溶於 60 毫升热鹽酸（1:1）中，濾紙用热水洗滌。將溶液收集到 500 毫升錐形瓶內，加入 60 毫升濃鹽酸，並用水稀至 250—270 毫升。

在溫溶液中加入 1.5 克鋁（切成小塊），为避免空气进入，在溶液中連續通入二氧化碳气流或用注滿 10% 苏打溶液的盖氏漏斗塞住瓶口。剧烈反应结束后，將溶液加热至开始沸騰，並小心煮沸至鋁完全溶解与錫（和鉛）析出为止。然后在不停止二氧化碳气流的情况下

进行冷却，已冷却的溶液在加入 0.7—0.8 克碘化钾和数毫升淀粉溶液以后，用碘液进行滴定。

锡的百分含量按下式计算：

$$\% \text{Sn} = \frac{v \times T \times 100}{G}$$

式中 v ——滴定碘液量（毫升）；
 T ——碘液滴定度（锡的克数）；
 G ——青铜的称样（克）。

平行测定的最大容许差数为 0.10%。

V. 磷的测定

14. 需用的试剂：

- 1) 浓硝酸。
- 2) 浓盐酸。
- 3) 钼液。溶解 80 克钼酸铵于 640 毫升水与 150 毫升 25% 氨水的混合液中。将所得溶液在搅拌下以细流注于充分冷却的 950 毫升 1:1 稀硝酸与 250 毫升水的混合液中，过 2—3 日以后进行过滤。
- 4) 硝酸铵。
- 5) 2% 硝酸钾溶液。
- 6) 不含二氧化碳的 0.1 当量苛性钠溶液。
- 7) 0.1 当量硫酸（或硝酸）溶液，准 0.1 当量的溶液可用固定量试剂制得。
- 8) 酚酞，1% 乙醇溶液。

15. 分析程序

将称准至 0.001 克的 1 克 Бр.ОФ 6.5—0.15 和 Бр.ОФ 4—0.25 品号及 5 克 Бр.ОЦ 4—3 和 Бр.ОЦ 4—4—2.5 品号的青铜称样在 250—300 毫升锥形瓶（或烧杯）中溶于 15—40 毫升（视称样的多少而定）由三体积浓盐酸和一体积浓硝酸新制备的混合液中。溶液在砂浴上蒸发至糖浆浓度，冷却后将蒸发残渣溶于 30—50 毫升的水中。如果有氯化铅沉淀出来，则将其用小张滤纸过滤，并用少量冷水洗涤，使磷

液体积不超过 70—80 毫升。

在溫溶液（或濾液）中注入 25—30 毫升銅液並加入 4—5 克硝酸鈹，將溶液搖動 2 分鐘並靜置 1—2 小时。

沉淀后將沉淀用帶紙漿的小張濾紙過濾，並用 2% 硝酸鉀中性溶液洗滌至酸液完全洗去为止。为檢驗洗酸完全，取用 5 毫升洗滌液（使它从漏斗流出），加入 1 滴酚酞液和 1 滴 0.1 当量苛性鈉滴定液。如果洗滌完全应呈紅色。

將帶有沉淀的洗过的濾紙置於进行沉淀的瓶（燒杯）中，再注入 20 毫升水和 20—25 毫升 0.1 当量鹼液（用滴管）。搖動溶液至沉淀完全溶解，同时用玻璃棒弄开濾紙。然后拿开棒，用少量水冲洗，以酚酞作指示剂用 0.1 当量酸液滴定过量鹼。

磷的百分含量按下式計算：

$$\%P = \frac{(v-v_1) \times T \times 100}{G}$$

式中 v ——滴定鹼液量（毫升）；

v_1 ——反滴定酸液量（毫升）；

T ——鹼液滴定度，以磷克数表示（1 毫升准 0.1 当量鹼液相当於 0.000135 克磷）；

G ——青銅的称样（克）。

平行测定的最大容許差数：

Бр.ОФ 6.5—0.15 和 Бр.ОФ 4—0.25 0.01%，

Бр.ОЦ 4—3 和 Бр.ОЦС 4—4—2.5 0.003%。

VI. 銻的測定

16. 需用的試剂：

1) 磷酸鈹溶液。將 100 克磷酸鈹 $(NH_4)_2HPO_4$ 溶液溶於 1 升水中，注入 10 滴酚酞，並將溶液用 1 : 30 稀硫酸中和至变成淺玫瑰色为止。

2) 0.1 当量硝酸溶液。硝酸的滴定度用銻来标定，为此將 0.1 克 ИО 品号的銻溶於 20 毫升 1 : 1 稀硝酸中，用氨液中和至出現显明嗅

味，然后再按照第 17 条所示的分析程序进行。

以鋅克数表示的硝酸滴定度按下式計算：

$$T_{\text{HNO}_3} = \frac{0.1}{(v - v_1 K)}$$

式中 0.1——鋅的称样（克）；

v ——用来溶解沉淀的硝酸（毫升）；

v_1 ——反滴定量（毫升）；

K ——当量濃度因数。

3) 0.1 当量苛性鈉溶液。

4) 0.1% 甲基紅乙醇溶液。

5) 0.1% 甲基橙水溶液。

6) 洗滌用的 1:100 稀氨水。

7) 1:30 和 1:10 稀硫酸。

17. 分析程序

称取称准至 0.0005 克的称样 1 克。称样的溶解以及錫和銅（随同鉛）的分离均与第 7 和 8 条中銅的测定相同。用电解法分离銅和鉛以后，將燒杯內溶液蒸發至 150 毫升，溶液中併入預先蒸發至 80 毫升的第一次洗滌液（此洗液是在洗滌帶有銅和鉛的电极时得到的）。混合液以甲基紅为指示剂用氨液中和，然后过量注入 5 毫升氨水，在水浴上靜置 5—10 分鐘，使沉淀凝聚，然后將其用中密濾紙過濾，用热稀氨水洗滌 5—6 次，將濾液和洗液收集到 500 毫升錐形瓶內。

將溶液冷却至室溫，注入兩滴甲基紅溶液，用玻璃棒攪拌，小心地以 1:30 稀硫酸溶液中和，用滴管加入硫酸，至加入一滴酸时从黄色变成玫瑰色为止。將弱酸溶液加热至沸騰，蒸發至 200 毫升，並在攪拌下注入 25—30 毫升磷酸銨溶液。

將溶液与沉淀加热至沸騰並在接近沸点的溫度下靜置 1 小时。此时溶液中的氨析出，非晶形沉淀变成晶形。然后將沉淀濾出，並用冷水洗滌 3—4 次。將帶有沉淀的濾紙置入进行沉淀的瓶中，注入 30 毫升冷水，20—40 毫升（視含鋅量而定）0.1 当量硝酸溶液，兩滴甲基橙溶液，用玻璃棒將濾紙碎成片狀物后，用 0.1 当量苛性鈉溶液滴定过量硝

酸至溶液从玫瑰色变成橙色为止。

应确定硝酸溶液与苛性钠溶液的比值。

鋅的百分含量按下式計算：

$$\%Zn = \frac{(v - v_1 K) \times T \times 100}{G}$$

- 式中 v ——准 0.1 当量硝酸溶液量 (毫升)；
 v_1 ——0.1 当量苛性钠滴定液量 (毫升)；
 K ——苛性钠换算成 0.1 当量硝酸溶液的系数；
 T ——0.1 当量硝酸溶液的滴定度 (鋅的克数)；
 G ——合金的称样 (克)。

註：在分析再生青銅时，將鋅-磷酸銨沉淀重新沉淀，为此將其溶於 30 毫升 1:10 稀硫酸中，用氨液中和至微現臭味。用水稀至 150 毫升，注入兩滴甲基紅溶液，將溶液冷卻，使成弱酸性。然后加热至沸騰，注入 20 毫升磷酸銨，然后按第 17 条所示繼續进行。

平行測定的最大容許差数：

Бр.ОЦ 4—3 青銅.....	0.10%
Бр.ОЦ 3—12—5 和 Бр.ОЦ 3—13—4 青銅	0.30%
其余青銅.....	0.20%

Ⅵ. 鋅的測定

18. 需用的試剂：

- 1) 濃硝酸和 1:1 稀硝酸。
- 2) 硝酸銨。將 100 克硝酸銨溶於 1 升蒸餾水中。
- 3) 1% 二甲基乙二醛肟乙醇溶液。
- 4) 1:1 和 1:4 稀硫酸。
- 5) 1:1 稀氨水。
- 6) 0.1% 甲基橙溶液。
- 7) 20% 檸檬酸溶液。

19. 分析程序

將稱准至 0.001 克的 0.5 克合金稱樣 (Бр.ОФ 6.5—0.15 和 Бр.ОФ 4—0.25 品号青銅的稱量为 1 克) 置於 150—200 毫升燒杯

中，用表玻璃蓋復，並在微熱下溶於 10 毫升 1:1 稀硝酸中。劇烈反應結束後，注入 5 毫升濃硝酸，並小心地加熱至析出氮的氧化物為止，然後在 70—80°C 溫度下再靜置 10 分鐘。然後注入 50 毫升熱水，20 毫升熱硝酸銨溶液，小心地加熱 10 分鐘，並將沉淀在溫砂浴上靜置 20—30 分鐘。將熱溶液用帶無灰紙漿的中密濾紙濾入 250—300 毫升燒杯中，只有在過濾快結束時才將沉淀移於濾紙上。

將濾紙上的沉淀用每升含 20 毫升 1:1 稀硝酸的熱水洗滌 7—8 次，將 150 毫升濾液加熱至 70°C 並進行電解，在電解液攪拌下，銅和鉛在費舍爾電極上析出，電解開始後經 20 分鐘，加入 5 毫升 1:1 稀硫酸，並繼續電解至銅和鉛完全析出為止。

銅和鉛析出後，將溶液煮沸並蒸發至 100 毫升，加入 5 毫升檸檬酸溶液。在冷卻到 60—70°C 的溶液中加入 15—20 毫升熱至 70—80°C 的 1% 二甲基乙二醛肟溶液。

用氨液中和並過量加入 2—3 毫升。將溶液與沉淀在浴上靜置 25—30 分鐘，將沉淀用 2 號玻璃過濾坩堝過濾，用熱水洗滌 8—10 次，在 120°C 溫度下干至恒重，冷卻後稱重。

鎳的百分含量按下式計算：

$$\%Ni = \frac{G_1 \times 0.2032 \times 100}{G}$$

式中 G_1 ——二甲基乙二醛肟鎳鹽沉淀的重量（克）；

0.2032——二甲基乙二醛肟鎳鹽換算成鎳的係數；

G ——合金的稱樣（克）。

平行測定的最大容許差數為 0.05%，對於磷青銅則為 0.02%。

（修正編輯——“標準通報索引” 1954 年 11 號）。

Ⅳ. 鐵的測定

20. 需用的試劑：

- 1) 濃硝酸。
- 2) 濃鹽酸和 1:1 稀鹽酸。
- 3) 硫化氫。

4) 3% 过氧化氢溶液 (或溴水)。

5) 鉀明矾或鉍明矾。將 10 克明矾溶於 1 升用 10 毫升硫酸酸化的水中。

6) 25% 氨水溶液和 2:1 稀氨水溶液。

7) 10% 檸檬酸溶液。

8) 10% 硫基水楊酸溶液。

9) 硫基水楊酸法的鐵标准溶液。將 0.43 克鐵鉍矾称样溶於 1 升 1:10 稀鹽酸中。1 毫升的这种溶液含鐵 0.00005 克。

10) 硫化氰法的鐵标准溶液。將 0.43 克鐵鉍矾称样溶於 100 毫升用 4 毫升硫酸酸化的水中，並在量瓶內稀至 1 升。將 20 毫升的所得溶液在量瓶內稀至 100 毫升。1 毫升的这种溶液含 Fe 0.00001 克。稀溶液只有当天制备的才合用。

11) 溶解氢氧化鋁与氢氧化鐵所用的酸混合液，每升含 100 毫升濃硫酸和 30 毫升濃硝酸。

12) 供制备校准試料 (每升含 20 毫升濃硫酸与 6 毫升濃硝酸) 用的酸混合液。

13) 20% 硫氰化鎂溶液。

14) 0.1% 甲基橙溶液。

21. Бр.ОФ 6.5—0.15 和 Бр.ОФ 4—0.25 品号青銅的分析程序

將称准至 0.01 克的 1 克青銅称样在 250—300 毫升燒杯內溶於 15—20 毫升三体积濃鹽酸与一体积濃硝酸合成的混合液中。將溶液蒸發至糖漿濃度 (鹽类开始結晶)，在加入 2 毫升鹽酸和 150 毫升水以后，將其加热至 60—70°C，並在溶液中通入硫化氫 15 分鐘。將溶液冷却，随同沉淀悉数移入 200 毫升量瓶中，加水至刻度並混勻。

將大部分溶液用干燥濾紙濾入干燥燒杯中，称取 100 毫升濾液並注入 250—300 毫升燒杯內，將其煮沸 (約 10 分鐘) 使硫化氫析出，然后加入 2—3 滴 3% 过氧化氢 (或 2 毫升溴水)，並繼續煮沸 3—5 分鐘。然后注入 2 毫升硝酸和 5 毫升明矾溶液，溶液用氨水以甲基橙为指示剂进行中和，同时过量加入 1—2 滴。將沉淀在浴上靜置 15—20 分鐘，將其用小張濾紙過濾，並用热水洗滌 2—3 次。將洗过的沉

淀在濾紙上溶入 20 毫升熱酸混合液中（試劑 11），並用熱水洗滌濾紙。冷卻後，將溶液在量瓶內稀至 100 毫升並混勻。從所得溶液中取用 10 毫升，並將其加入量筒中。

在另一個同樣的量筒中注入 10 毫升酸混合液（試劑 12）。在兩個量筒中各注入 5 毫升硫氰化鉍溶液，搖動，並用滴管往第二個量筒中注入鐵標準溶液，直至兩個量筒中的顏色相同為止。用照明良好的白色基質或比色計進行比色。

在分析試料的同时，用同樣試劑對校核試料進行分析，並對試料的分析結果作修正。

鐵的百分含量按下式計算：

$$\% \text{Fe} = \frac{v \times 0.00001 \times 100}{G},$$

式中 v ——比色測定時鐵標準溶液的用量（毫升）；

G ——分析時稱樣的等分部分（克）；

0.00001——1 毫升標準溶液的含鐵量（克）。

平行測定的相對最大容許差數為 20%。

22. 其餘青銅的分析程序

將稱准至 0.001 克的 1 克青銅稱樣在 250—300 毫升燒杯內溶於 15—20 毫升三體積濃鹽酸與一體積濃硝酸合成的混合液中。將溶液蒸發至糖漿濃度（鹽類開始結晶），在加入 2 毫升鹽酸和 150 毫升水以後將其加熱至 60—70°C。在溶液內通入硫化氫 15 分鐘。將溶液冷卻，並隨同沉淀悉數移入 200 毫升量瓶中，用水稀至刻度，並混勻。將大部分溶液用干燥濾紙濾入干燥燒杯中，取用 100 毫升濾液並注入 250—300 毫升燒杯中，將其煮沸約 10 分鐘使硫化錳析出，然後加入 2—3 滴 3% 过氧化氫（或 2 毫升溴水），再繼續煮沸 3—5 分鐘。

然後注入 2 毫升硝酸和 5 毫升明礬液，將溶液用氫以甲基橙為指示劑進行中和，並過量加入 1—2 滴。將沉淀在浴上靜置 15—20 分鐘，將其用小張濾紙過濾，並用熱水洗滌 2—3 次。將洗過的沉淀在濾紙上溶於 20 毫升熱鹽酸（1:1）中，同時用熱水洗滌濾紙。冷卻後將溶液在量瓶中稀至 100 毫升並混勻。從所得溶液中取用 20—50 毫

升（視含鐵量而定），將其置於100毫升比色管中，加入10毫升檸檬酸溶液，以石蕊紙作指示劑用氨中和至呈鹼性反應，加入過量7毫升的2:1稀氨水，然後注入25毫升硫基水楊酸溶液並混勻。與校準溶液比較色度。

在分析試料的同时，制备比色校準溶液。為此取用与分析程序中相同数量的試劑，进行同样操作，就是不加入称样。

將这样制得的溶液移入容积和形状均与放置試液相同的比色管中。在攪拌下用滴管加入鐵标准溶液，直至校準溶液与試液的颜色相同为止。加水使两种溶液的体积相等。

鐵的百分含量按下式計算：

$$\%Fe = \frac{v \times 0.00005 \times 100}{G}$$

式中 v ——为使校準溶液的颜色与試液相同，鐵标准溶液的用量（毫升）；

0.00005——1毫升标准溶液的含鐵量（克）；

G ——相当於等分部分的合金称样（克）。

對於ГОСТ 5017—49的Бр.ОЦ 4—3和Бр.ОЦС 4—4—2.5品号，平行测定的相对最大容許差数为20%。對於ГОСТ 613—50和ГОСТ 614—50的青銅，則为10%。

IX. 鋁的測定

23. 需用的試劑：

- 1) 1:1稀硝酸。
- 2) 1:1和1:4稀硫酸。
- 3) 1当量鹽酸溶液。
- 4) 10%氨液。
- 5) 3当量醋酸銨溶液。
- 6) 5%硫氰化銨溶液。
- 7) 0.2%鋁試劑（金黃色素三甲酸銨鹽）水溶液 $C_{22}H_{23}O_9N_3$ 。
- 8) 1毫升溶液含鋁0.00001克的鉀明矾标准溶液。制备的方法