

# 国定全苏标准

(中译本)

ГОСТ 1987—43

## 無錫青銅

### 化学分析法

(七)

冶金工業出版社

## 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。炼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专家工作室等单位进行翻譯、审核，最后交稿排印。由于翻譯的質量不够高，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**

正式頒佈

蘇 聯 蘇聯人民委員會議 全蘇標準委員會	國 定 全 蘇 標 准	ГОСТ 1987—43
	無 錫 青 銅 化 學 分 析 法	B 59 組

本標準廣泛採用於按ГОСТ 493—54製造的無錫青銅化學分析法。

### 1. 銅品位的測定

#### 1. 試劑：

- 1) 氨：ГОСТ 3760—47。
- 2) 硫酸銨：ГОСТ 3769—47。
- 3) 硝酸：ГОСТ 4461—48（稀釋 1:1 和 1:2）。
- 4) 硫酸：ГОСТ 4204—48（稀釋 1:2 和 1:5）。
- 5) 亞硫酸（二氧化硫—SO<sub>2</sub>飽和的蒸餾水）。

#### 2. 儀器：

- 1) 電解裝置（直流電源，帶攪拌器的電解用支架，伏特計，直流安培計，變阻器）。
- 2) 菲舍爾網狀白金電極。
3. Бр.С 30 和 Бр.СН 60—2.5 品號除外的所有各品號青銅中銅

#### 品位測定分析手續。

稱取 1.5 克青銅（稱准至 0.0002 克）置入 250—300 毫升容量之高杯中，在加熱至 70—80°C 的情況下溶解於 20 毫升之硝酸(1:1)。溶解時加入 60 毫升水，5 毫升亞硫酸飽和溶液，添加 3 克硝酸銨，並經 5—10 分鐘之沸騰。

溶液在 80—90°C 溫度下保持 1—1.5 小時，並在直徑 7—9 厘米

蘇聯有色金屬 人民委員會提出	全蘇標準委員會批准 1943 年 12 月 2 日	實 施 日 期 1944 年 3 月 1 日
-------------------	------------------------------	---------------------------

之密濾紙上濾出偏錫酸沉淀物。用1%的硝酸溶液將沉淀物在濾紙上洗滌5—7次。洗水合併於青銅之主液中。（由於本品號青銅中錫的含量不高、溶液中被偏錫酸所吸入的銅為數甚少，以致可以不加過問）。

把所獲溶液加水至150毫升，並借電極把銅析在陰極上，鉛析在陽極上，為此應使用菲舍爾電極，此時其電流為2安培，電壓為2.5—2.8伏。電解經15—20分鐘後，電解液中應加入2毫升硫酸(1:2)。電解時應攪拌電解液。帶有電解液之燒杯應用表玻璃蓋上，玻璃上有一個為放置攪拌棒用的小孔。

電解結束時電流降至0.5安培。檢查銅和鉛的析出的完整情況，加水，並經10分鐘後觀察電極之新鮮附着面；如在表面上未形成沉淀，即析銅和鉛之析出已告結束。

立即取下帶有電解液之燒杯，保存起來，以便按7節進行鋁的測定。

電極就地洗滌，並依次浸入帶有水的兩個燒杯中，然後閉斷電流，用酒精洗滌陰極和陽極，在105°C溫度下干燥陰極，而帶有吸附着沉淀物的陽極則保存起來，以便按21節進行鉛的測定。

銅品位的百分數按下式求出：

$$\% \text{Cu} = \frac{G_1 \times 100}{G_2},$$

式中  $G_1$ ——陰極上銅沉淀物的重量，克；

$G_2$ ——青銅試量，克。

銅測定準確度……±0.075%

#### 4. Бр.С 30 和 Бр.СН 60—2.5 品號青銅中銅品位測定分析手續。

稱取 Бр.С 30 品號青銅 1.5 克，Бр.СН 60—2.5 品號青銅 2 克（稱准至 0.0002 克），置入 250—300 毫升之高杯中，在加熱至 60—70°C 溫度情況下溶解於 30 毫升的硝酸 (1:2)。溶解後加入 60 毫升水，5 毫升亞硫酸，添加 3 克硝酸銨，並使溶液經 2—3 分鐘之沸騰。用 150 毫升冷水稀釋溶液，在用玻璃棒以細流做經常攪拌時加入 5—6 毫升硫酸 (1:5)，添加 2 克硫酸銨，靜置溶液 3—4 小時。在直徑

9—11 厘米的濾紙（藍帶）上濾出硫酸鉛沉淀物，並用 2 % 的硫酸溶液洗滌濾紙 5—6 次。

在與洗水合在一起不超過 200 毫升容積的濾液中用電解法析出銅和鉛殘余部份，並根據 3 節所指出的方法測定銅的百分含量。

已析出銅和鉛的溶液（電解液）應保存，以按 7 節進行鋁的測定。

銅測定準確度…… $\pm 0.10\%$ 。

## II. 鋁品位的測定

### 5. 試劑：

- 1) 氨：ГОСТ 3760—47。
- 2) 硝酸銨：ГОСТ 3761—47。
- 3) 過硫酸銨：ГОСТ 3766—47。
- 4) 醋酸銨，化學純。
- 5) 磷酸氫二銨：ГОСТ 3772—47。
- 6) 氯化銨：ГОСТ 3773—47。
- 7) 鐵氰化鉀：ГОСТ 4206—48，2 % 溶液。
- 8) 硝酸：ГОСТ 4461—48 (1 : 1)。
- 9) 硫酸：ГОСТ 4204—48。(1 : 4)。
- 10) 亞硫酸（二氧化硫— $\text{SO}_2$ ，飽和的蒸餾水）。
- 11) 甲基紅：ГОСТ 5853—51，0.2 % 乙醇溶液。
- 12) 硫代硫酸鈉：ГОСТ 4215—48。
- 13) 醋酸鈉：ГОСТ 199—52。
- 14) 羥基喹啉：ГОСТ 5847—51，3 % 醋酸溶液。
- 15) ПI 品號金屬汞：ГОСТ 4658—49。

### 6. 儀器：

1) 帶有汞陰極之電解裝置（直流電源，電解槽，白金絲，安培計，伏特計，變阻器）：ГОСТ 1652—54。

7. Бр.С 30 品號除外的所有各品號青銅中鋁品位測定分析手續。

在已將銅鉛用电解析出的溶液中（見3, 4节），加3克氯化銨，加入3—5滴0.2%甲基紅之乙醇水溶液，加热至沸騰，並小心地一滴一滴地添加氨水，直至沉淀物上方溶液的顏色變黃為止。此后，再加10滴氨水，並繼續沸騰1—2分鐘。濾出沉淀用熱（70—80°C）的2%氯化銨溶液洗滌。洗滌后之氫氧化物沉淀在濾紙上溶解于分次加入的20毫升之熱（50—60°C）硫酸（1:4）。溶液集於進行水合物沉淀的燒杯中，用氨水在甲基紅指示劑存在下中和溶液，並加入1毫升硫酸（比重1.84）（見註1）。

把溶液（容量不應超過50毫升）加入帶有汞陰極的電解容器中，在電流4安培，電壓5—6伏的情況下進行電解（見註2）。電解繼續到從溶液中不再充分地排鐵為止，這一點是用2%之新制鐵氰化鉀溶液借在磁片或濾紙上起良導作用的點滴反應來檢查的。

不閉斷電流，把溶液倒入帶濾紙的漏斗而濾入燒杯。汞在器皿中用10毫升之0.5%硫酸洗滌2—3次，然後以10毫升水洗滌3次。洗水合併於溶液之主液中。

在各次洗滌時，除最後一次，在汞的上面都有一層保證不與陽極接觸的2—3毫米的液體。最後一次洗水全部排掉。

用氨水在甲基紅指示劑存在下中和溶液，加入0.5—1.2毫升硫酸（比重1.84），添加2—3克過硫酸銨，並加热至70—80°C。濾出二氧化錳沉淀，並用2%硫酸溶液洗滌3—5次。

在溶液中添加5—10克醋酸钠或醋酸銨，用3%羥基喹啉醋酸溶液（每一克鋁加0.5—0.7毫升）沉淀鋁。溶液加热至60—70°C，並在該溫度下靜置3—4小時。

鋁的羥基喹啉沉淀在無灰密濾紙上濾出，用熱（70—80°C）水洗滌，把濾紙包在另外一張濾紙中，在1000—1500°C溫度下於白金或磁坩堝中燃燒，並稱取氧化鋁。

鋁（Al）品位的百分數按下式求出：

$$\%Al = \frac{G_1 \times 0.5291 \times 100}{G_s}$$

式中  $G_1$ ——氧化鋁沉淀物重量，克；

$G_2$ ——青銅試量，克；

0.5291——氧化鋁換算為鋁的係數。

經基喹啉鋁沉淀物可以在4號玻璃絲漏斗濾出，用熱水（70—80°C）洗滌到洗水完全無色為止，在130—140°C溫度下干燥之衡重，並稱取鋁經基喹啉。

鋁品位百分數按下式求出：

$$\%Al = \frac{G_1 \times 0.0587 \times 100}{G_2},$$

式中  $G_1$ ——經基喹啉鋁沉淀物重量，克；

$G_2$ ——青銅試量，克；

0.0587——經基喹啉鋁換算為鋁的係數。

在下述品位情況下鋁測定準確度：

5% 以下..... ±0.10%

從 5.01% > 12%..... ±0.15%

註：

1. 在分析 Бр.КМн 3—1 品號青銅時溶液在電解前應蒸發至產生濃厚白煙，冷卻，用 60 毫升冷水洗滌，並經 5—7 分鐘的沸騰。濾出矽酸沉淀物，用 3% 硫酸洗滌 3—5 次，在白金坩堝中灰化，用氫化氫和硫酸處理，蒸發至干，並進行灼燒。沉淀物與 1—2 克之酸式硫酸銅熔融已除去硅，反之，用濾液處理熔融物，對所獲溶液應按分析手續中所指示的那樣加以處理。

2. 可用下述方法代替汞陰極電解：

受硫酸酸化的溶液加熱至 60°C，通入硫化氫氣流 10—15 分鐘。濾出銅和其他金屬硫化物的沉淀。濾液中添加 20—25 毫升 15% 的酒石酸或檸檬酸溶液，在甲基橙指示劑存在下加入氨水，直至產生鹼性反應為止，並重新通入硫化氫氣流，至鐵、錳等硫化物全部沉降為止。沉淀物濾出，並用在 100 毫升水中含有 0.5 克亞硫酸銨和 0.5 氯化銨的溶液洗滌它。洗水合併於主液中。

沸騰已獲溶液，以排除硫化氫，然後按分析手續指示用經基喹啉沉淀鋁。

### 8. Бр.С 30 品號青銅中鋁品位測定分析手續。

稱取 10 克青銅（稱准至 0.01 克），置入 350—400 毫升容量之燒杯中，在加熱至 60—70°C 溫度的情況下溶解於 80 毫升之硝酸（比重 1.84）中。冷卻溶液，並借硫酸把鉛析出。從分離去硫酸鉛沉淀之濾液中借電解將全部銅和殘余的鉛除去。按 7 節指示測定所獲溶液

中的鋁。

鋁測定準確度…………… ±0.005%。

## Ⅷ. 鐵品位的測定

### 9. 試劑:

1) 氨: ГОСТ 3760—47。

2) 氯化銨: ГОСТ 3773—47。

3) 高錳酸鉀: ГОСТ 4527—48, 0.05N 溶液。1 毫升這種溶液相當於 0.002792 克鐵 (見 10 節註 1)。

4) 硝酸: ГОСТ 4461—48。

5) 硫酸: ГОСТ 4204—48。

6) 王水 (1 份比重 1.4 的硝酸與 2 份比重 1.19 的鹽酸的混合物)。

7) Ц0 品號金屬鋅: ГОСТ 3640—47 (見 10 節註 2)。

10. Бр.С 30 和 Бр.СН 60—2.5 品號除外的所有各品號青銅中鐵品位測定的分析手續。

稱取 Бр.А 5, Бр.А 7, Бр.КМц 3—1 品號青銅 5 克; Бр.АМц 9—2 品號青銅 3 克; Бр.АЖС 7—1.5—1.5, Бр.АЖ 9—4, Бр.АЖМц 10—3—1.5 品號青銅 2 克和 Бр.АЖН 10—4—4, Бр.АЖН 11—6—6 品號青銅 1 克 (稱准至 0.0002 克), 置於 250—300 毫升容量之燒杯中, 並相應地在 15—10 毫升之王水中溶解。所得之溶液用 50 毫升熱 (70—80°C) 水稀釋, 添加 5 克氯化銨, 並加入氨水, 直至取得銅銨絡合物為止, 此後還需添加 2—3 毫升氨水。

把溶液置於砂浴上 (溫度 70—80°C), 直到所有沉淀物不聚集在杯底為止。在中等密濾紙 (黃帶) 上將沉淀物濾出, 用 0.5% 氨水洗滌 5—8 次。濾液和洗水拋掉。然後沉淀物在濾紙上以分次加入的 40 毫升熱 (70—80°C) 硫酸 (1:5) 溶解。如此時在濾紙上留有硫酸鉛沉淀, 需用熱 (70—80°C) 水洗滌此沉淀。所獲溶液與洗水一起從燒杯倒入容量 350—400 毫升的長頭圓底燒瓶。燒杯用 15% 的硫酸沖洗數次, 其總用量約 80 毫升, 全部硫酸皆合併於溶液主液中。將約 1—1.5



克的 II 0 品号鋅放入燒瓶，燒瓶口擰上一個帶有本生活門的軟木塞，將燒瓶固定為微傾斜狀，並在 90—95 °C 溫度下加熱至鋅全部溶解為止，此後還需加熱 5—10 分鐘。冷燒瓶的內容物，拔出帶有本生活門的軟木塞，並用 0.05 N 高錳酸鉀溶液滴定，直至產生穩定的淡玫瑰色為止。

鐵品位百分數按下式求出：

$$\%Fe = \frac{v \times a \times 100}{G_6},$$

式中  $v$ ——消耗於滴定的高錳酸鉀容量，毫升；

$G_6$ ——青銅試樣重，克；

$a$ ——1 毫升 0.05N 高錳酸鉀溶液所相當的鐵的數量，克。

註：

1. 1 毫升 0.05 N 高錳酸鉀溶液所相當的鐵數應按與所分析品号青銅相符合的標準（標準試樣）標定。
2. 嚴格遵守分析手續的一切條件以進行鋅的空白試驗。用來滴定鋅中所含的鐵的高錳酸鉀的毫升量由用於滴定青銅中所含的鐵的高錳酸鉀的毫升量算出。

### 11. Бр.С 30 和 Бр.СН 60—2.5 品号青銅中鐵品位測定分析手續。

稱取 5 克青銅（稱准至 0.0002 克），置於 250—300 毫升容量之燒杯中，於 40 毫升之硝酸（1:1）中溶解。如 4 節所述，在所獲溶液中析出呈硫酸鹽狀之鉛，並按 10 節指示測定濾液中鐵的品位。

在下列品位情況下鐵測定準確度：

0.5 % 以下.....	± 0.005 %
從 0.51 % 到 1 % .....	± 0.015 %
從 1.01 % 到 3 % .....	± 0.03 %
從 3.01 % 到 6.50 % .....	± 0.05 %

## IV. 錳品位的測定

### 12. 試劑：

- 1) 過硫酸銨：ГОСТ 3766—47，6 % 的溶液。
- 2) 三氧化二砷。

- 3) 硝酸: ГОСТ 4461—48 (稀釋 1:1)。
- 4) 硫酸: ГОСТ 4204—48 (稀釋 1:1)。
- 5) 正磷酸。
- 6) 無水碳酸鈉: ГОСТ 83—41。
- 7) 亞砷酸鈉溶液。

用下述方法制备該溶液: 使 5 克無水碳酸鈉溶解於 100 毫升之蒸餾水中, 加热至 90 °C, 添加 1.7 克三氧化二砷, 繼續加热至砷及酸酐完全溶解。溶液冷却后应過濾, 用蒸餾水稀釋至 1 公升容量並仔細攪拌之。

按符合於分析青銅品号的标准 (标准試样) 标定 1 毫升亞砷酸鈉溶液所相当的錳量 ( $a$ )。

### 13. 分析手續:

称取 Бр. Мц 5 品号青銅 0.05 克; Бр. АМц 9—2, Бр. АЖМц 10—3—1.5, Бр. КМц 3—1 品号青銅 0.1 克和 Бр. А 5, Бр. А 7, Бр. АЖС 7—1.5—1.5, Бр. АЖ 9—4, Бр. АЖН 10—4—4, Бр. АЖН 11—6—6 品号青銅 0.3—0.5 克 (称准至 0.0002 克), 置於 150—200 毫升容量之錐形燒瓶中, 在加热至 70—80 °C 时於 10—15 毫升硝酸 (1:1) 中溶解。溶解后加入 3 毫升磷酸 (比重 1.70), 5 毫升硫酸 (1:1), 120 毫升水, 燒瓶中預先加入 3—5 毫升 1% 硝酸銀溶液並在燒瓶的內容物加热至 90—95 °C 时, 錳借 15—20 毫升, 6% 之过硫酸銨氧化为錳酸。热溶液在試驗台上置放 3—5 分鐘, 以便使錳全部氧化, 然后把它冷却到 15 °C, 用亞砷酸鈉溶液滴定至玫瑰色消失为止 (溶液为銅鹽顏色)。

为了便於观察玫瑰色的消失应利用“見証”溶液, 即同样的青銅試样, 但未受过硫酸銨氧化的溶液。

錳 (Mn) 品位百分数按下式求出:

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

式中  $v$ ——消耗滴定的亞砷酸鈉溶液之体积, 毫升;  
 $a$ ——1 毫升亞砷酸鈉溶液所相当的錳量, 克;

G——青銅試樣重，克。

在下述品位情況下錳測定準確度：

1.0 % 以下	±0.02%
從 1.01% 到 3.0%	± 0.025 %
從 3.01% 到 6%	±0.05%

## V. 鎳品位的測定

### 14. 試劑：

- 1) 氨：ГОСТ 3760—47。
- 2) 硝酸銨：ГОСТ 3761—47。
- 3) 二甲基乙二醛肟：ГОСТ 5828—51，溶於 95 % 乙醇或 15 % 氨水中之 1 % 溶液。
- 4) 硝酸：ГОСТ 4461—48。
- 5) 亞硫酸。二氧化硫 (SO<sub>2</sub>) 飽和蒸餾水。
- 6) 酒石酸：ГОСТ 5817—51。
- 7) 檸檬酸，化學純。
- 8) 草酸：ГОСТ 5873—51。

### 15. 分析手續：

稱取 Бр. АЖН 11—6—6 品號青銅 1.0 克；Бр. АЖН 10—4—4，Бр. СН 60—2.5 品號青銅 2.0 克和 Бр. А 5，Бр. А 7，Бр. АМу 9—2，Бр. АЖ 9—4，Бр. АЖМу 10—3—1.5，Бр. КМу 3—1，Бр. Му 5 品號青銅 5.0 克（稱准至 0.0002 克），置於 250 毫升容量之燒杯中，相應地在 20—25—40 毫升硝酸（1：1）中溶解。溶解後加入 60 毫升水，5 毫升亞硫酸飽和溶液，添加 3 克硝酸銨，沸騰 3—5 分鐘，並使溶液在 80—90°C 溫度下保持 1—1.5 小時。如產生偏錫酸沉淀時，應通過密濾紙將其濾出，並用 1 % 硝酸溶液洗滌 5—7 次。從溶液（除去偏錫酸沉淀的濾液）中以電解（見 3 節）析出銅和鉛。在溶液無色時停止電解，取出電極，並在燒杯上方用洗瓶中之水沖洗它。溶液蒸發到 5—10 毫升容量，以便排除過剩的硝酸。

往燒杯中的物質里加入 15 毫升，20% 檸檬酸或酒石酸溶液，180

毫升水，在有甲基橙指示剂存在下用氨水中和，添加 50—80 毫升 1% 二甲基乙二醛脲溶液，加热至 50—70 °C，静置溶液 15—20 分钟，在称量过的玻璃或石英过滤坩埚上滤出脲的镍盐沉淀，用水冲洗，在 120 °C 温度下干燥至恒重，并称量。

镍 (Ni) 品位百分数按下式求出：

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

式中 G——脲的镍盐沉淀重量，克；

G<sub>1</sub>——所试验青铜的试样重 1 克；

0.2032——脲镍盐换出为镍的系数。

在沒有过滤坩埚时用滤纸（無灰）滤出脲镍盐沉淀。將帶有洗滌沉淀的滤紙用第二張濾紙包好，置於称量过的磁坩埚中，用草酸饱和溶液湿润滤紙，小心地烘干，逐渐灰化（避免脲镍盐昇华），此后在 850—900 °C 温度下离热沉淀物 25—30 分钟。当坩埚在干燥器中冷却后称量沉淀物，並得出氧化亞镍沉淀物之重量。

镍 (Ni) 品位百分数按下式求出：

$$\%Ni = \frac{G \times 0.7858 \times 100}{G_1},$$

式中 G——氧化亞镍沉淀物重量，克；

G<sub>1</sub>——試驗用青铜試量，克；

0.7858——氧化亞镍換算为镍的系数。

### 16. Бр.С 30 品号青铜中镍测定分析手續。

称取 Бр.С 30 品号青铜 3 克（称准至 0.0002 克），置於 200—250 毫升容量之錐形燒瓶中，以 35 毫升硝酸（1:1）溶解之。用硫酸把鉛从已获溶液中排除於沉淀中，然后，按 3 节指示借电解沉淀銅和鉛残余。

在已排除了銅和鉛的溶液中，应按 15 节指示用二甲基乙二醛脲將镍沉淀。

在下述品位情况下镍测定准确度：

0.1% 以下……………±0.01%

从 0.11% 到 0.50 %	±0.02%
从 0.51% 到 2.00 %	±0.03%
从 2.01% 到 7.0 %	±0.05%

## VI. 硅品位的測定

### 17. 試劑：

- 1) 亞鐵氰化鉀：ГОСТ 4207—48。
- 2) 硝酸：ГОСТ 4461—48。
- 3) 硫酸：ГОСТ 4204—48。
- 4) 鹽酸：ГОСТ 3118—46。
- 5) 氫氟酸。
- 6) 王水（一份比重 1.4 的硝酸 和二份比重 1.19 的鹽酸 之混合物）。

### 18. 分析手續：

称取 Бр.КМц 3—1 品号青銅 2.0 克和其余各品号青銅 3.5 克(称准至 0.0002 克)，在耐化学腐蝕之玻璃制成的广口杯或 250—300 毫升容量之磁燒杯中溶解於 20 毫升之王水。用夾子把广口漏斗借夾子固定在燒杯上方（以避免掉入塵土），在沙浴上將溶液蒸干，用 10 毫升之鹽酸（比重 1.19）湿潤沉淀物，並再次蒸干。干固之沉淀物在 110—120°C 溫度下繼續加热一小时，此后，稍微冷却一下燒杯，用 10 毫升鹽酸（比重 1.19）湿潤沉淀物，放 3—5 分鐘，加 70—80 毫升热水（70—80°C），5 毫升，1% 明膠溶液，並沸騰至鹽全部溶解。用密濾紙加少量無灰濾紙漿過濾溶液，用受鹽酸酸化的热水（70—80°C）洗滌沉淀物，直至洗水对銅沒有反应为止（用硫化氫水或 3% 的亞鐵氰化鉀溶液試驗之）。最后用热水（70—80°C）洗滌沉淀物 3—4 次。濾液加鹽酸經兩次蒸發，濾出矽酸剩余沉淀，並用热水洗滌。兩次沉淀与濾液一起置入白金坩堝，灰化，並在 1000—1050 °C 溫度下灼燒 30—35 分鐘，在干燥器中冷却，称量（G<sub>1</sub> 重量）。往白金坩堝中沉淀物里加入 1 毫升，40% 的氫氟酸，2—3 滴硫酸，然后小心地蒸發至蒸气停止析出为止，此后加热至硫酸全部排出，在 1000—1050 °C 温

度下加灼燒 20—25 分鐘，在干燥器中冷却，称量 ( $G_2$  重量)。

如在排除矽酸后坩堝中有黑色元素硅沉淀殘留，則应加苏打使其熔融，熔融物用硫酸 (1:4) 处理，蒸發至产生白煙，冷却，加入 5 毫升鹽酸 (比重 1.19)，60—80 毫升热水 (70—80°C)，沸騰之。將剩余的矽酸析出沉淀濾出，洗滌，並与主要沉淀一起灰化。

硅 (Si) 品位百分数按下式求出：

$$\%Si = \frac{(G_1 - G_2) \times 0.4672 \times 100}{G_3},$$

式中  $G_1$ ——用氫氟酸处理前矽酸沉淀重量，克；

$G_2$ ——氫氟酸处理后矽酸沉淀重量，克；

$G_3$ ——試驗用青銅試样重，克；

0.4672——矽酸換算为硅的系数。

硅測定准确度…………… ± 0.005 %。

### 19. Бр.С 30 品号青銅中硅測定分析手續。

称取 10 克青銅 (称准至 0.01 克)，置於約 400 毫升容量之广口燒杯或 250 毫升容量之磁皿中，於逐漸加入的 90 毫升王水中溶解。

反应结束后，燒杯中的物質放入箱中在 70—80 °C 溫度下蒸發至干。在干沉淀物冷却后，加入 25 毫升鹽酸 (比重 1.19)，再次蒸干。上述作業再重复进行一次。冷却沉淀物，以 20—30 毫升之鹽酸 (比重 1.19) 湿润，放置 3—5 分鐘，加入 150 毫升热水，加热至沸騰，就地濾出矽酸沉淀，用热水 (70—80°C) 洗滌至对鉛离子無反应为止 (用 2 % 碘化鉀或硫化氫水試驗之)。將洗滌过的沉淀与濾紙一起置於白金坩堝中，並繼續按 13 节指示进行操作。

硅測定准确度…………… ± 0.0015 %。

## Ⅵ. 鉛品位的測定

### 20. 試剂:

1) 氨水: ГОСТ 3760—47。

2) 硝酸鉍: ГОСТ 3761—47, 3 % 溶液。

3) 重鉻酸鉀: ГОСТ 4220—48, 1 % 溶液。

- 4) 过氧化氢, 3% 溶液。
- 5) 硝酸: ГОСТ 4461—48 (1:1 和 1:2)。
- 6) 硫酸: ГОСТ 4204—48 (1:5)。
- 7) 草酸: ГОСТ 5873—51, 4% 溶液。
- 8) 醋酸: ГОСТ 61—51, 10% 溶液。
- 9) 醋酸钠: ГОСТ 199—52。

21. Бр.АЖС 7—1.5—1.5 品号青铜中铅测定分析手續。

如在用电解测定铜时所指出, 將帶有析出的过氧化铅和二氧化錳沉淀的陽極置於預先注入有 20 毫升硝酸 (1:2) 和 1—2 毫升, 3% 过氧化氢溶液的 200 毫升容量的燒杯中。加热杯中的物質, 慢慢地轉动陽極使其整个表面能够受到酸的作用, 而把陽極上的沉淀移入溶液。在陽極表面的暗色斑点完全消失以后, 用洗瓶冲洗它, 並將获得的溶液沸騰 5—10 分鐘, 以便使过量的过氧化氢破坏。在甲基橙指示剂存在下往所获溶液中加入 25% 的氨水至产生弱酸反应为止, 此后添加 3 克醋酸钠和 5 毫升, 80% 的醋酸。溶液加热至 85—90°C, 並加 10 毫升 1% 的重铬酸钾热 (80—90°C) 溶液。铬酸铅沉淀靜置 6—8 小时 (最好过夜), 在称量过的過濾坩堝上过濾, 用 1% 醋酸溶液洗滌, 最后用冷水洗一次。在 110°C 溫度下將沉淀物烘干至衡重, 於干燥器中冷却, 並称量。

鉛 (Pb) 品位百分数按下式求出:

$$\%Pb = \frac{G_1 \times 0.6411 \times 100}{G_2},$$

- 式中  $G_1$ ——铬酸铅沉淀重量, 克;  
 $G_2$ ——試驗用青铜的重量, 克;  
 0.6411——铬酸铅換算为鉛的系数。

鉛測定准确度……………±0.03%。

22. Бр.С 30 和 Бр.СН 60—2.5 品号青铜中鉛測定分析手續。

称取 Бр.СН 60—2.5 品号青铜 0.5 克和 Бр.С 30 品号青铜 1 克 (称准至 0.0002 克), 置於約 300 毫升容量的燒杯中, 並相应地在 15—25 毫升硝酸 (1:2) 中溶解。溶解后加入 100 毫升水, 添加 5 克

硝酸鉍，並使溶液沸騰 2—3 分鐘，此後使其在 80—90°C 溫度下靜置 1—1.5 小時。如有偏錫酸沉淀析出，則在直徑 7—9 厘米的密濾紙上將其濾出，並用熱（70—80°C）的 1% 硝酸溶液在濾紙上洗沉淀 5—7 次。洗水合併於主液中。

在已獲得的溶液中在有 2 克硫酸鉍的存在下借 5—6 毫升的硫酸（1:5）將鉛沉淀。

在稱量過的濾鍋或古氏坩堝上將硫酸鉛沉淀濾出。坩堝中的沉淀物先用 1% 硫酸溶液洗滌，然後再用酒精洗滌二次。洗水合併於主濾液中。帶有沉淀物的坩堝放入干燥櫃，在 100—105°C 溫度下烘干沉淀物，此後灼燒（事先把帶有沉淀物的坩堝放入帶有石棉環的磁鍋中），並在干燥器中冷卻後稱量沉淀物。

鉛（Pb）品位百分數按下式求出：

$$\% \text{Pb} = \frac{G_1 \times 0.6832 \times 100}{G_2},$$

式中  $G_1$ ——硫酸鉛沉淀重量，克；

$G_2$ ——試驗用青銅之重量，克；

0.6832——硫酸鉛換算為鉛的係數。

用電解析出硫酸鉛濾液中鉛的殘余。如 21 節指出，在硝酸和過氧化氫混合物中溶解過氧化鉛沉淀。沉淀和稱量呈鉻酸鹽狀之鉛，並根據沉淀物的重量計算鉛的數量（見 21 節）。總計已找到的鉛（硫酸和鉻酸鉛中）的百分含量。

鉛測定準確度……………±0.20%。

23. Бр. А5; Бр. А7; Бр. АМц9—2; Бр. АЖ9—4; Бр. АЖМц 10—3—1.5; Бр. АЖН 10—4—4; Бр. АЖН 11—6—6; Бр. КМц 3—1; Бр. Мц 5 品號青銅中鉛測定分析手續。

稱取青銅 5 克（稱准至 0.0002 克），置於 250 毫升容量之燒杯中，在 40 毫升硝酸（1:1）中溶解。用電解從已獲溶液中析出部份的銅和全部鉛。電解結束後，立刻取下帶有電解液的燒杯，往杯中添加幾滴 4% 的草酸溶液，加熱杯中的物質至陽極上的過氧化鉛和二氧化的錳沉淀全部溶解。沉淀物溶解後將陽極從杯中取出，用水在杯上方



冲洗之。冷却杯中的物质，在甲基橙存在下以氨溶液中和硝酸，加醋酸至产生酸性反应，并用硫化氢沉淀铅和铜。滤出沉淀，并用含 2% 硝酸铵的硫化氢水洗滌之。将洗滌过的沉淀物与滤纸一同用 20 毫升硝酸（1:2）於烧杯中加热至 50—60 °C 处理之。

溶解后过滤，并用热（70—80 °C）的 2% 硝酸溶液洗滌滤纸。往溶液中加热（70—80 °C）水至 80—90 毫升，用同一电极在电流 2—2.5 安培，电压 22 伏的情况下电解溶液。电解后（溶液全部无色）迅速将带有电解液的烧杯取下，为洗滌电极应逐次将其放入两个带有蒸馏水的烧杯中。闭断电流，在 180 °C 温度下干燥电极并称量之。

铅（Pb）品位百分数按下式求出：

$$\% \text{Pb} = \frac{G_1 \times 0.866 \times 100}{G_2},$$

式中  $G_1$ ——过氧化铅沉淀重量，克，

$G_2$ ——青铜试样重，克，

0.866——过氧化铅换算为铅的系数。

在下列品位情况下铅测定准确度：

0.02% 以下..... ±0.0025%

从 0.002% 到 0.05%..... ±0.0035%

从 0.05% 到 0.10%..... ±0.015%

## Ⅷ. 砷品位的测定

24. 试剂：

1) 氯化铵：ГОСТ 3773—47，5% 溶液。

2) 硫酸铵：ГОСТ 3769—47。

3) 硝酸：ГОСТ 4461—48（1:1）。

4) 硫酸：ГОСТ 4204—48（1:1）。

5) 盐酸：ГОСТ 3118—46（1:1）。

6) 亚砷酸，0.01 N 溶液。将 0.495 克昇华过的三氧化二砷置於烧杯中，并在 5—6 毫升，20% 苛性钠溶液中溶解，溶液倒入 1 立升容量的量瓶，用水稀释至 400—500 毫升，并在有酚酞指示剂的情