

帆纜器材實驗指導

(化学材料部分)

后 勤 帆 纜 班

中国人民解放军海軍高級专科学校

一九五九年 九 月

目 录

实验一 分析天平的安装和使用.....	1
实验二 制备指示剂和当量浓度溶液.....	3
实验三 蓄电池硫酸的分析.....	4
实验四 蒸馏水的分析.....	10
实验五 锅炉水的分析.....	18
实验六 几种主要化学试剂的鉴别及专用溶液的配制.....	23
实验七 氟利昂的检漏和充灌.....	25
表1 统一公制计量单位中文名称方案.....	27
表2 原子量.....	28
表3 当量.....	29
表4 硫酸的比重和浓度.....	30
表5 盐酸的比重和浓度.....	31

实验一 分析天平的安装和使用

I 分析天平的安装

一、复习教材中有关分析天平的安装条件和方法。

二、安装方法：利用装在立柱筒上的铅直锤（或另备水准器），並以底板下的水平螺絲将天平放置平稳。然后，轉动制动器，使横梁支架落下，隨将横梁架上，並即轉动制动器。支起支架，这时横梁上的三个刀子应垂直落在刀承上，最后掛上吊耳和秤盘（按其所载的特別記号，分別左右掛置），开启天平，观测横梁摆动情况，並檢定其感量、不等臂性和变动性。

天平摆动的观测 开启天平后，横梁指针的摆幅，應該是均匀逐減的。

感量的測定即求出在一定的載荷量下（或空秤时）的标牌一个分度的重量值。其測定方法，首先在一定的載荷量下（或空秤）連續观测天平摆动的表示数，然后，向任一秤盘加入一个小砝碼，再連續观测天平摆动表示数。以小砝碼重量值除以天平两次摆动表示数之差，即为感量。

注：一等分析天平的感量不得超过0.1毫克。二等分析天平的感量不得超过0.2毫克。

不等臂性和变动性的測定方法（略）。

II 分析天平的使用方法

一、平衡位置的測定：在分析天平进行衡量时，不要求指针尖端正好与标牌中央分度相重合，因普通分析天平开启后，往往要摆动很長時間才能停下，因此，平衡位置的確定，通常是以指针摆动的讀数所得結果来判定，即观测指针沿标牌摆动时記下的連續三个格数（以 l_1, l_2, l_3 表示）来计算。其計算公式为：

$$\frac{l_1 + 2l_2 + l_3}{4} \dots\dots\dots (1)$$

注：指针摆动范围，应在标牌分度8~12格之間，否則，須調整平衡螺帽。观测指针摆动时，应經常遵守从标牌的某一边开始。讀取指针两边摆动格数，应在开启天平横梁摆动三、四次后而且摆幅是均匀逐減的情况下进行。讀取摆动格数，应讀至 $\frac{1}{10}$ 分度。

二、衡量方法：衡量前，首先估計被称重物的重量（或事先用架盘天平称好），然后把物体放入左盘（化学試剂及其它有害物質不能直接放入秤盘，应盛在表玻璃、坩堝或称量瓶中，为此，应先求出容器的重量），砝碼放入右盘，关好玻璃門，轉动隔离器手柄。若砝碼表示过重过輕了，須更換砝碼，如将最小砝碼加上去了，指针的摆动，仍偏于右方，这时就須使用游碼，同时观测指针的摆动，並按照公式（1），求出其平衡

位置。

三、計算：首先計算秤盘中砝碼的重量，然后用鑷子取出，由大至小地放入固定的洞孔中，同時核對所有砝碼的重量是否都已記下，最後，再加上游碼所當之重量值，即為被稱物的全部重量。

注：游碼所當之重量，是以空秤與載荷時指針擺動格數之差乘以感量（標牌分度值）所得。

四、復習分析天平使用規則。

五、稱出下列器皿的重量（精確至小數第四位）。

蒸發皿（ ），坩堝（ ），稱量瓶（ ）。

注：預先將器皿洗淨，用藍黑墨水寫好號碼，並經烘烤。

实验二 制备指示剂和当量浓度溶液

I 指示剂

- 一、1%酚酞指示剂：称取酚酞1克，溶解于96%的乙醇100ml中，经过滤即得。
- 二、0.05%甲基橙指示剂：称取甲基橙0.05克溶解于蒸馏水100ml中，经过滤即得。
- 三、5%铬酸钾溶液：称取铬酸钾5克，溶解于95ml蒸馏水中即得。

II 克当量浓度溶液

一、近似0.05N盐酸溶液：先用比重计测出备用的盐酸的比重（ ），在表5中检得其所含HCl重量百分数（ ），已知制备1升0.05N盐酸溶液，须用HCl（ ）克，若制备（ ）ml，该用（ ）克，再换算成体积为（ ）ml。

因盐酸常有HCl气体逸出，所以只能制得近似浓度，其规定度须加标定。

通常以碳酸钠作为基准物质。因须标定的盐酸溶液的规定度是近似0.05N，故Na₂CO₃标准溶液也须制取近似0.05N，若欲制取250ml，需称取Na₂CO₃（ ）克。

用吸管取出Na₂CO₃溶液25ml于三角烧瓶中，加入2—3滴甲基橙指示剂，再用滴定管以近似0.05N的盐酸溶液滴定之。直至溶液呈现橙红色为止。进行三次，取其平均值。

从天平上称出的Na₂CO₃重量（ ）克，以蒸馏水溶解于250ml量瓶中，其规定度为（ ）。滴定25ml的Na₂CO₃溶液，平均消耗盐酸溶液（ ）ml，其规定度为（ ），滴定标准（ ）。

注：计算公式规定度： $\frac{V \cdot N}{V_1}$ ；滴定标准： $\frac{9 \cdot N}{1000} V$ ——NaOHml数，V₁——平均消耗HCl

数，N——NaOH规定度

二、近似0.5N氢氧化钠溶液：用架盘天平称取氢氧化钠（ ）克，并用蒸馏水洗去表面所附着的碳酸钠。洗涤时，须将其放入量瓶中，加入20—30ml的蒸馏水，应立即倒出。最后倒入不含CO₂的蒸馏水。制成的溶液，贮藏于带橡皮塞的试剂瓶中。

标定NaOH的规定度，通常以草酸作为基准物质。称取草酸31.52克（因须制取与NaOH同样浓度的溶液，而草酸的克当量为63.04克），将称出的草酸，放入漏斗中，置于量瓶上，用蒸馏水将其洗入瓶中，待其完全溶解后，再加入蒸馏水至刻度处，并摇匀混合均匀。

从天平称出的草酸为（ ）克，已知草酸的克当量为63克，其规定度为（ ）。

用吸管吸取草酸溶液25ml，放入三角烧瓶中，加入2—3滴酚酞指示剂，再用滴定管以NaOH溶液滴定之，直至溶液呈现玫瑰色为止（须能持续一分钟）。滴定应进行二次，取其平均值。

求出NaOH的规定度（ ），滴定标准（ ）。

三、制备近似0.1N氯化钡溶液，0.1N软脂酸钾溶液。

实验三 蓄电池硫酸的分析

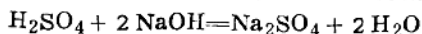
蓄电池硫酸的规格

蓄电池硫酸的质量可以分为A和B两级，对它有如下的要求：其中酸的含量必须在92—94%的范围内，在酸里混合物的容许含量，举出如下表：

项 目	容 许 含 量 %	
技 术 指 标	A 级	B 级
1. 含酸量	92—94%	92—94%
2. 灼烧后残渣	<0.03	<0.05
3. 铁 (Fe) 含量	<0.006	<0.012
4. 砷 (As) 含量	<0.00005	<0.0001
5. 锰 (Mn) 含量	<0.00005	<0.0001
6. 氯 (Cl) 含量	<0.0005	<0.001
7. 氧化氮 (N ₂ O ₃) 含量	<0.00005	<0.0001
8. 重金属 (Pb)		
9. 高锰酸钾还原物质	<0.0001	<0.0002

I 含硫酸量的测定

一、分析原理：用酸碱中和法以甲基橙为指示剂，用NaOH滴定之。



二、分析方法：

准确称取±5克硫酸于称量瓶中，小心移入加有150毫升蒸馏水的250毫升量瓶中，溶液冷却至20°C，加水稀释至刻度，充分振荡均匀之，用移液管吸取50毫升于三角瓶中，以2—3滴甲基橙为指示剂，用0.5N氢氧化钠溶液滴至橙红色为终点。

三、计算：

$$\text{H}_2\text{SO}_4 \% = \frac{a \times 0.02452 \times 250 \times 100}{50 \times b}$$

式中：a——滴定时所用去0.5N苛性钠溶液量（毫升计）

0.02452——相当于1毫升0.5N苛性碱液的硫酸量。

（以克计）

$$\frac{250 \times 100}{50} \text{——把酸的含量換算成\%；}$$

b——酸的試样（以克計）。

II 灼燒后殘渣的測定

一、測定方法：

吸取10毫升已知比重（或正確稱量的酸样）的酸样放在灼燒稱重的瓷蒸发皿中，于砂浴上蒸发至干，將殘渣灼燒至全無黑色小粒为止。

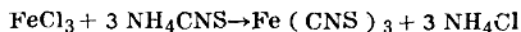
二、計算：

$$\text{殘渣\%} = \frac{\text{殘渣重量}}{\text{酸液（毫升）} \times \text{比重}} \times 100$$

III 鐵的測定

一、反应原理：

上面灼燒殘渣中的三氧化二鐵（ Fe_2O_3 ）用鹽酸溶解或者用硝酸（ HNO_3 ）氯化硫酸中的低鐵成高鐵，然后与硫氰酸鉍溶液作用成 $\text{Fe}(\text{CNS})_3$ 的紅色溶液与标准含鐵量相比。



二、标准鐵液的制配：

取0.864克鐵鉍矾溶于含4毫升濃硫酸之1升水中，取10毫升此液稀释至100毫升，此液1毫升含鐵0.00001克，此稀液应当日配制使用。

三、測定方法：

1法：在灼燒殘渣的蒸发皿中加入濃鹽酸3—4毫升，于水浴上加热至鐵的氧化物全部溶解为止，溶解后移入100毫升容量瓶中，加水到刻度攪勻，吸取此液5毫升于比色管中（磨口），加蒸餾水25毫升及不含鐵的硫酸1毫升，15%硫氰酸鉍（ NH_4CNS ）5毫升，異戊醇（或乙醚）10毫升，小心振搖混勻。

于另一比色管中加入25毫升蒸餾水，1毫升不含鐵的25%硫酸，同量之鹽酸，硫氰酸鉍和異戊醇，由滴定管滴入标准鐵液至兩筒異戊醇層顏色相等为止。

兩比色管之液面可加蒸餾水保持平衡。

2法：取上面測定含酸容量瓶中的酸50毫升于250毫升量瓶內，稀释至刻度，混和后吸取25毫升，加25毫升純硝酸並煮沸3—5分鐘，溶液冷却后移置于50毫升比色管中，如1法处理比色。

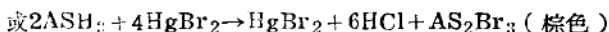
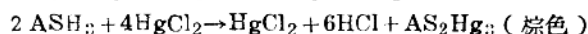
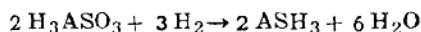
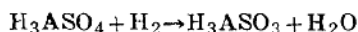
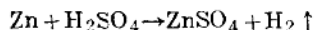
四、計算：

$$\text{Fe\%} = \frac{\text{Fe标准液毫升数} \times 0.00001}{\text{样品（克）}} \times 100$$

N 砷的測定

一、反应原理:

用硫酸与鋅作用所生成的 H_2 来还原 H_3AsO_4 中之AS成三氢化砷(ASH_3)，再使其与二氯化汞($HgCl_2$)或溴化汞($HgBr_2$)作用呈棕色 AS_2Hg_3 或 AS_2Br_3 于紙上，根据棕色深浅不同，与标准色譜比較。



二、标准砷液的配制:

1. 亞砷酸液: 取0.132克 AS_2O_3 溶于25毫升25%氢氧化鈉液中，以10%硫酸中和移注于1升量瓶中，加浓硫酸10毫升稀释成1升，取此液10毫升稀释成1升，每毫升含砷0.000001克，(配制的NaOH和浓硫酸不得含砷)。

2. 标准色譜制备: 于定砷瓶中分别加入5、10、15、20、25和30毫升标准砷液，加5毫升浓硫酸，5.5毫升蒸餾水，0.5毫升10%二氯化汞和5克鋅，反应1小时后溴化汞或二氯化汞紙上生成棕紅色斑点的长度作为标准色，塗上石腊保存比色。

三、測定方法:

于250毫升广口瓶中，加入蒸餾水50毫升，10%二氯化汞2—3滴，並估計試样之砷含量加入硫酸試样1—2毫升，另加入3—4毫升之純硫酸(如硫酸含砷量低可取試样5毫升，不另加純硫酸)，保持溫度 $60^\circ C$ ，广口瓶內加入約5克无砷鋅，然后迅速連接，經1.5小时后取下着色之昇汞或溴化汞紙条，置于熔融石腊中，与已配备之标准色譜进行比色。

四、計算:

$$AS \% = \frac{a}{V \cdot \gamma} \times 100$$

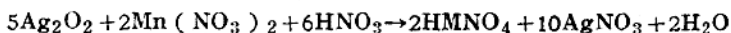
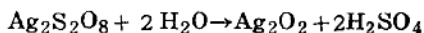
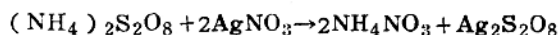
式中: a——着色昇汞或溴化汞紙条与标准色譜相比，檢定出硫酸試样中的砷量。

v——硫酸試样毫升数。

γ ——硫酸試样之比重。

V 錳的測定

一、反应原理:



二、标准錳液的配制:

称取KMnO₄2.876克溶于水，稀释至1升，此液取10毫升再稀释至100毫升，每毫升含锰0.00001克。

三、测定方法：

1法：取样品25毫升，浓缩至2—3毫升，加水20毫升，加热溶解，加0.1N AgNO₃ 1毫升 (NH₄)₂S₂O₈ 1克，煮沸后冷却移入50毫升比色管，另一比色管加入1毫升=0.00001克锰液比较之。

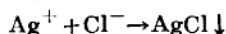
2法：于上不挥发物的蒸发皿中加15毫升水和2毫升纯硫酸（比重1.84）加热煮沸并滤过于100毫升烧杯中，于滤液中如1法加AgNO₃及(NH₄)₂S₂O₈相同的处理比色。

四、计算：

$$\text{Mn}\% = \frac{\text{标准Mn液Ml} \times 0.00001}{\text{样品(ml)} \times \text{比重}} \times 100$$

VI 氯的测定

一、反应原理：



二、标准氯液的配制：

称取NaClO₄ 824克稀释为1升，取此液10ml稀释为100ml，1ml = 0.05mgCl₂

三、测定方法：

取酸样10ml稀释为100ml，液内加1:10稀硝酸2毫升及0.1N硝酸银2毫升，另批比色管如上加标准氯液，20分钟后进行比色。

四、计算：

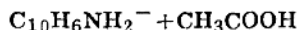
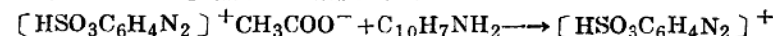
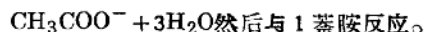
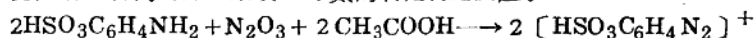
$$\text{Cl}\% = \frac{\text{标准氯液(毫升)} \times 0.00005}{10 \times \text{比重}} \times 100$$

VII 氮的氧化物测定

一、反应原理：

亚硝酸根在酸性溶液中与芳香族胺反应产生重氮化合物，此化合物与另一芳香族胺偶合即生成偶氮色素。

格里薩试剂所含的对氨基苯磺酸与氮的氧化物起反应：



二、标准试剂的配制：

1. 氮氧化物标准比色液之制备：

0.1816克纯NaNO₂溶于1升蒸馏水中，取10毫升此液移注于100毫升量瓶中，加入至刻度，1毫升此液含0.00001克Na₂O₃

2. 格里薩液之制备:

(I) 將0.1克 1 萘胺溶于100毫升热水中, 冷却后加 6 毫升80%醋酸, 即为(甲)液, 放暗处保存。

(II) 称对氨基苯磺酸 1 克溶于100毫升水中为(乙)液。

(III) 等量(甲)(乙)混合液即为格里薩液, 此液只能在制备当日使用。

3. 标准比色管之制备:

每一比色管中加入25毫升蒸馏水, 再用微量移液管分别加入0.25, 0.75, 1.0, 1.5, 2.0和2.5毫升氮的氧化物标准色液, 再入各管中加入 5 毫升格里薩液, 振荡混匀, 静止 15—20 分钟后与受驗液作比色检定。

4. 如受驗液中加入格里薩液后呈现过深颜色不易比较时可加水稀释, 但于计算式中应加矫正值。

三、测定方法:

于500毫升量瓶内注入水350—400毫升, 用移液管取硫酸試样10毫升, 先将移液管末端插入量瓶水中, 再将試样注入, 稀释至刻度混匀之, 吸取 5 毫升試驗液放入有磨口塞之50毫升比色管中, 加入 2—3 滴酚酞, 以0.5N氢氧化鈉滴定至粉红色为止, 过量之氢氧化鈉以0.5N硫酸中和之, 在中和溶液中加入 5 毫升格里薩試剂, 充分混匀, 12—15 分钟后, 与标准比色管进行比色(加蒸馏水使各管液面平衡)。

四、計算:

$$N_2O_3\% = \frac{\text{氮化物标准液(毫升数)} \times 0.00001}{0.1 \times \text{比重}} \times 100$$

VIII 重金屬和鉛之測定

一、反应原理(重金屬):

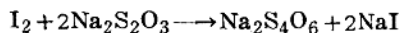
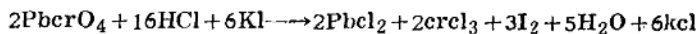
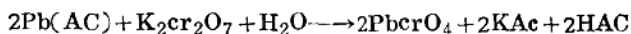
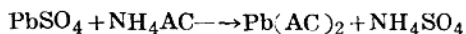
將硫酸中鉛和鉄分离后加 H_2S 或 Na_2S 以检定重金屬含量。

二、測定方法:

取試样25毫升于坩埚中蒸发成1—1.5毫升加水 20 毫升于水浴上热15分鐘, 冷却后加无水酒精20毫升, 靜置 3—4 小时, 过滤析出之 $PbSO_4$ 滤液加硝酸数滴, 煮沸后加10% NH_4OH 至鉄的氧化物沉淀过滤之, 滤液内加等容量饱和 H_2S 水溶液或 2% Na_2S 溶液于20分鐘内不应变色或析出沉淀, 則認為样品符合标准。

鉛之測定:

1 反应原理:



2. 測定方法:

上述所得 $PbSO_4$ 以 1 : 10 硫酸洗 2—3 次, 用热的液 NH_4AC 溶解, 溶液中加入饱和 $K_2Cr_2O_7$ 液10毫升, 煮沸10分鐘, 沉淀出 $PbCrO_4$, 过滤沉淀, 用 1 : 1 盐酸溶解

至无黄色为止。用水清洗滤纸，然后加10%碘化钾液，以0.01N $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 滴定之。

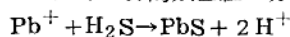
3. 计算：

$$\text{Pb}\% = \frac{\text{NVNa}_2\text{S}_2\text{O}_3 \times \frac{207.21}{3000}}{\text{样品(毫升)} \times \text{比重}} \times 100$$

附註：

(1) H_2S 組重金屬(Pb)含量的測定：

称取10克(5.5毫升)样品称准至0.01克，加水15毫升以氨水中和至呈弱碱性反应(以石蕊试纸为指示剂)，再以1毫升醋酸酸化，加水到50毫升，並加5毫升 H_2S 水溶液，如試驗所呈現的顏色經10分鐘不深于标准所呈現的顏色时則認為样品符合标准。



(2) 标准鉛液之配制：

取 $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$ 1.60克加水成1升，取此液10毫升配成1升，1毫升=0.01毫克。

(3) 当样品中重金屬和Pb含量很少时，可用本方法。

X 高錳酸鉀还原物質的測定

于三角瓶中放水60毫升，加样品20毫升，加热至60—70°C，以0.01N高錳酸鉀滴定至呈現淡紅色5分鐘不褪。

4.5毫升.....A級

8.0毫升.....B級

X 顏色之測定

試管中注入10毫升蒸餾水，3毫升1%阿拉伯膠溶液，25%氨水，2—3滴2%无色 Na_2S 液3毫升及 $\text{Pb}(\text{AC})_2$ 标准液4毫升，振搖混勻后，即与貯有硫酸样品20毫升之同样試管进行比色。

$\text{Eb}(\text{AC})_2$ 标准液之配制：取化学純 $\text{Pb}(\text{AC})_2$ 0.157克溶于水，以水稀释为1升。

实验四 蒸馏水的分析

I 自然沉淀的测定

一、测定方法：

1. 将蒸发皿洗净（预先用含有少量三氯化铁的蓝墨水写好号码经烧灼后即不会脱落）。放在105~110°C烘箱内，30分钟后，用坩埚钳取出，放在干燥器内冷却。
2. 待蒸发皿冷却30分钟后取出，放在分析天平上称其重量至恒重（两次称量结果，相差之重量在0.0004克以内即作为恒重）。
3. 用吸管吸取振荡均匀的水样100毫升放在蒸发皿内（如果水样的自然沉淀极少时，可增加水样体积）。
4. 将蒸发皿放在沸水锅上蒸发约2小时，使所有水接近完全蒸发（不能使蒸发皿完全干涸）；将蒸发皿移入105~110°C烘箱内，1小时后取出放在干燥器内，待冷却30分钟后，再称其重量。
5. 将称过重量的蒸发皿再放入105~110°C烘箱内，30分钟后取出，冷却30分钟后再称其重量至恒重为止。

二、计算：

$$\text{自然沉淀 (毫克/升)} = \frac{(W_2 - W_1) \times 1000 \times 1000}{V}$$

式中：W₁ = 蒸发皿重量（克）

W₂ = 蒸发皿和自然沉淀重量（克）

V = 水样体积（毫升）

一般做此项分析工作应该在每一水样中同时做二个测定，将所得结果，求出平均数；这样才能比较与决定分析结果的准确性。

II 烧灼减重及烧灼后沉淀的测定

一、测定方法：

1. 取上面测定自然沉淀完毕的蒸发皿（内含自然沉淀），放在泥三角架上，用酒精喷灯或煤气灯烧灼至红热；要使蒸发皿内各部份烧灼得均匀。
2. 蒸发皿经过40分钟左右的烧灼，如果发现残渣的颜色不再改变，即停止加热，待完全冷却后，用吸管加入2毫升蒸馏水使残渣润湿。
3. 取下蒸发皿放在105~110°C烘箱内，1小时后取出，放入干燥器内冷却，称其重量至恒重为止，此时所减少的重量就是加热烧灼减重。

二、計算：

$$1. \text{燒灼減重 (毫克/升)} = \frac{(W_2 - W_1) \times 1000 \times 1000}{V}$$

式中：

W_2 = 蒸发皿和自然沉淀重量 (克)

W_1 = 蒸发皿和自然沉淀燒灼后重量 (克)

V = 水样体积 (毫升)

$$2. \text{燒灼后沉淀 (毫克/升)} = \text{自然沉淀 (毫克/升)} - \text{燒灼減重 (毫克/升)}$$

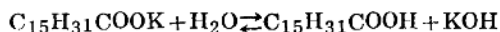
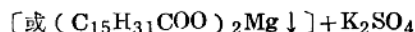
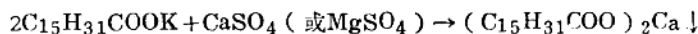
III 硬度的測定

軟脂酸鉀法：

一、反应原理：

軟脂酸鉀与产生水硬度的盐类生成軟脂酸鈣及軟脂酸鎂沉淀。

如果水样含的硬度盐全部和軟脂酸鉀作用完毕，此时再加 1 滴軟脂酸鉀即立刻在水中游离成氫氧化鉀及軟脂酸，因为氫氧化鉀的游离度极大，所以与酚酞指示剂生成玫瑰色；表示到达終点。



二、試剂：

1. 0.1N軟脂酸鉀溶液——将29.4克質量好的軟脂酸鉀放入 1 升烧瓶內，加入重蒸溜过的96%酒精至烧瓶一半的地方；在水浴中加热至完全溶解，然后于溶液中加入 400 毫升甘油，冷却至20°C左右再加入重蒸溜酒精至 1 升，攪匀后，並靜置数日，如果有少量沉淀的話則加以过滤。

2. 0.1N氯化鋇(或硝酸鋇)溶液——精確称取12.22克氯化鋇 ($BaCl_2 \cdot 2H_2O$) 溶于蒸溜水中，並傾入 1 升量瓶稀释至刻度。

3. 酚酞溶液

4. 0.05% 甲基橙溶液

5. 0.05N 盐酸

6. 0.05N 氫氧化鈉。

軟脂酸鉀溶液的标定——用滴定管精確加入10毫升0.1N氯化鋇溶液于250毫升具玻璃塞的錐形瓶內，再加入約80毫升的蒸溜水及4滴酚酞溶液，並逐滴加入0.05N氫氧化鈉至微紅色；然后加入0.05N盐酸至刚褪色为止。再自滴定管加入軟脂酸鉀溶液，盖好瓶塞，用力振盪至生成鮮明橙紅色至3分鐘內不消失为止；記錄用量 (V)。按下式計算軟脂酸鉀的浓度。

$$N = \frac{0.1 \times 10}{V}$$

二、測定方法：

1. 用吸管吸取100毫升水樣，放于250毫升錐形瓶內，加入4—6滴甲基橙溶液；自滴定管滴入0.05N鹽酸直至淡桔紅色；記錄用量。

2. 用吸管另取100毫升水樣，放于具玻璃塞的250毫升錐形瓶內（用軟木塞也可代替）。

3. 自滴定管加入第一步驟中所需要的0.05N鹽酸，並再加入約0.5毫升0.05N鹽酸。

4. 取下瓶塞煮沸2分鐘，把二氧化碳都趕出。

5. 待瓶稍冷后，放在冷水槽內使之完全冷卻；加入0.5毫升酚酞指示劑溶液，滴入0.05N氫氧化鈉至生成淡玫瑰色為止；再加入0.05N鹽酸至玫瑰色剛褪去為止。

6. 自另一支滴定管加入軟脂酸鉀標準溶液，緊蓋瓶塞，用力振盪，直至發生淡玫瑰色3分鐘不褪為止；記錄用量（ v_1 ）

三、計算（以100毫升水樣為標準）：

$$\text{總硬度} = \frac{v_1 \times N \times 0.284 \times 100000}{100} = v_1 \times N \times 28.04$$

式中： v_1 = 軟脂酸鉀溶液用量（毫升）

N = 軟脂酸鉀溶液當量。

註：如果水樣的硬度大於30°，則在滴定硬度之前，必須用蒸餾水加以適當的稀釋才可。

標準肥皂溶液法：

一、試劑：

1. 標準氯化鈣溶液——稱取極純的碳酸鈣1.784克置于燒杯中，加入稀鹽酸少許溶解之，溶時將表玻璃蓋上，以免溶液濺溢，溶定后，用不含二氧化碳的蒸餾水沖洗表玻璃及皿壁，再用稀氨水中和溶液內的鹽酸，到石蕊呈微鹼性為止，再注入量瓶內稀釋到一公升（此溶液1毫升沖成100毫升時相當於硬度1°H）。

2. 標準肥皂溶液：用上等肥皂（純脂酸鈉製成）10克切成小片，溶在100毫升80%的酒精里，靜置數日取上層清液用80%酒精稀釋到一公升，並檢定它的濃度。

二、測定方法：

1. 標準肥皂溶液的檢定：

將標準氯化鈣溶液（試制），分別取1；2；4；10；20毫升，各用蒸餾水稀釋成100毫升，即可制硬度為1°；2°；4°；10°；20°的標準水樣，將此水樣放在250毫升具有磨塞的試劑瓶內，用標準皂液仔細滴定，在每加入2—3滴標準皂液，即搖幌玻璃瓶；如果搖幌8次后，所形成的泡沫可三分鐘不散，則終止滴定。

記錄滴定水樣硬度為1°；2°；4°；10°及20°所消耗的标准皂液量，再根据这些数据繪制滴定曲線，橫軸為滴定水樣的硬度，縱軸為滴定每種水樣所消耗的标准皂液量，以毫升計。

2. 確定水樣的總硬度：

取100毫升水樣放在磨塞玻璃瓶內，（容量為250毫升）用標準皂液滴定，至搖幌8次出現泡沫，可三分鐘不散，則終止滴定，記錄滴定100毫升水樣所消耗的酒精皂液量。

三、結果表示方法：

根据滴定100毫升水样所消耗的标准皂液毫升，再查滴定曲线，即可求得水样的总硬度。

四、注意事项：

1. 如求出水样的总硬度超过15°，则必须用蒸馏水冲淡水样后再行滴定，冲淡的倍数必须根据滴定曲线查出的硬度，加以稀释，以不超过15°即可。

2. 两次平行操作时，许可误差为0.3°，此许可误差指水样的总硬度在2°到15°之间。

3. 纯水（硬度等于0）也可溶解少量肥皂而不起泡沫。

4. 镁离子同肥皂的反应，较钙迟缓，所以常发生假终点，泡沫如果经3分钟还没有消灭才是真终点，有人在到达终点时，故意多加0.5毫升皂液，如泡沫散失，就是镁离子化合作用，否则不应有所改变。

5. 标准肥皂溶液浓度并不稳定，需常常加以校对，酒精用作肥皂的溶剂，如酒太浓，则标准皂液易于蒸发，使浓度改变，酒精过淡，肥皂不能完全溶解，并且产生胶状沉淀物。

IV 铁的测定

一法：

一、试剂：

1. 硫酸铁铵标准溶液——溶解0.7022克分析纯硫酸低铁铵晶体 $[\text{FeSO}_4 \cdot (\text{NH}_4)_2\text{SO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}]$ 或0.8636克分析纯硫酸铁铵晶体 $[\text{NH}_4\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}]$ 于50毫升蒸馏水中，加入20毫升浓硫酸，加热后徐徐加入过锰酸钾溶液（约0.2N溶液），每次加入1滴并混合均匀，直到所有的低铁盐被氧化成高铁盐而保存微红色为止，将溶液倒入1升量瓶中，加蒸馏水至刻度，1毫升=0.1毫克高铁（ Fe^{+++} ）。

2. 硫氰酸钾溶液——溶解50克硫氰酸钾晶体于50毫升蒸馏水中必要时过滤一次。

3. 盐酸（1：3）

4. 过锰酸钾溶液（约0.2N）——溶解3.15克过锰酸钾于蒸馏水并稀释至500毫升。

5. 浓盐酸——不含铁质者。

6. 硝酸——取纯浓硝酸（比重1.42）191毫升徐徐加入200毫升蒸馏水中，并稀释至500毫升。

二、测定方法：

（1）用吸管取100毫升（或更适量的水样）于蒸发皿内，于沸水锅上蒸干（也可采用测定自然沉淀完毕的蒸发皿来做）。

（2）加入2—6毫升左右盐酸（1：3）及2—3毫升蒸馏水，徐徐加热2—3分钟，使固体物完全溶解。

（3）徐徐滴入半滴至1滴过锰酸钾溶液（0.2N），如果红色褪尽则继续加入过锰酸钾溶液，直至红色保持5分钟为止；但应该防止过锰酸钾溶液加得太多，因会影响结果。

（4）将蒸发皿内液体全部洗入50毫升比色管中（并用蒸馏水冲洗蒸发皿3次），如

果水中含有不溶性物質，應該過濾一次。

(5)待水樣完全冷卻後，加蒸餾水至刻度。

(6)取50毫升納氏比色管10支，分別加入0.1; 0.2; 0.3; 0.4; 0.5; 0.6; 0.7; 1.0; 1.5; 2.0及3.0毫升硫酸鐵銨標準溶液；再加蒸餾水稀釋至40毫升左右；加入5毫升鹽酸(1:3)及半滴或1滴過錳酸鉀溶液(使其色與水樣經步驟3處理同)；最後再用蒸餾水稀釋至刻度。

(7)向水樣及硫酸鐵銨標準溶液各管，分別用吸管加入1毫升硫氰酸鉀溶液，混合均勻後進行比色；記錄結果。

三、計算：

$$\text{總鐵 (Fe}^{\text{III}}\text{, 毫克/升)} = \frac{\text{硫酸鐵銨標準溶液用量 (毫升)} \times 0.1 \times 1000}{\text{最初水樣體積 (毫升)}}$$

二法：

一、試劑：

1. 硫酸鐵銨標準工作溶液——根據一般技術要求，含鐵量不能超過0.5毫克/升，可自上述硫酸鐵銨標準溶液中取2.5毫升，注入500毫升之量瓶內，並稀釋至刻度，即得每公升含鐵0.5毫克之標準工作溶液。

2. 硫氰酸鉀溶液——溶解20克硫氰酸鉀於80毫升蒸餾水中。

3. 氯酸鉀——搗成粉末狀。

4. 純鹽酸。

二、測定方法：

1. 取水樣20毫升傾注於甲試管中。

2. 取硫酸鐵銨標準工作溶液20毫升傾注於乙試管中。

3. 向每試管中注入少量但必須相等的氯酸鉀。

4. 向每試管中注入等量的分析純鹽酸約1毫升。

5. 用潔淨的玻璃棒攪拌每個試管中的溶液，使氯酸鉀溶解。

6. 將玻璃棒取出，而後用酒精燈加熱每個試管，直到沸騰為止。

7. 用水冷卻並將其攪淨以後放在木架上。

8. 向每個試管添加等量(9——10滴)的硫氰酸鉀溶液，並用潔淨的玻璃棒攪拌溶液。

9. 本試管下放一張白紙，取出玻璃棒，從上面看可看出有一種砒紅色。

三、測定結果鑑定：

如果被試驗水樣顏色較淡時，則鐵之含量在標準限度之內，如果較濃或與標準溶液中顏色相同時，則鐵之含量高過標準。

V 銅的測定

一、試劑：

1. 0.1%二乙基二硫氨基鉀鈉——此液存於棕色有塞玻璃瓶內，防止陽光接觸。

2. 1:5氫氧化鈉。

3. 硫酸銅标准溶液——称取0.3930克化学純硫酸銅($\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$)，溶于蒸餾水內，傾入1升量瓶稀釋至刻度。吸出此液25毫升于250毫升量瓶內，加蒸餾水稀釋至刻度。1毫升=0.01毫克銅。

4. 50%酒石酸鉀鈉溶液。

5. 0.25%淀粉溶液。

6. 5%过硫酸銨溶液。

二、測定方法：

1. 放50毫升水样于100毫升比色管內。

2. 取100毫升比色管6支，分別加入0.25, 0.5, 1.0, 2.0, 3.0及5.0毫升硫酸銅标准溶液，加蒸餾水至50毫升。

3. 各管加入1毫升酒石酸鉀鈉溶液，5毫升氢氧化銨(1:5)，1毫升淀粉溶液及5毫升二乙基二硫氨基甲酸鈉溶液。

4. 各管振盪均匀，然后比色，記錄結果。

三、計算：

按上法配成标准比色液，可从下表查出水样所含銅的数量。

硫酸銅标准溶液 (1毫升=0.01毫克銅) 用量(毫升)	0.25	0.5	1.0	2.0	3.0	5.0
在50毫升水样內銅含量 (Cu^{++} , 毫克/升)	0.05	0.1	0.2	0.4	0.6	1.0

註：如水样含銅超过1毫克/升时，用蒸餾稀釋后再測定。

VI 氯的測定

一、試剂：

1. 氯化鈉标准工作溶液——根据一般对蒸溜水的技术要求，含氯量不能超过0.005克/升，故須称取0.0825克化学純氯化鈉，将其溶于1升水中，可得每公升含0.05克氯之溶液。

2. 硝酸銀溶液——称取10克化学純硝酸銀溶于90毫升蒸溜水中，即得浓度为10%的硝酸銀溶液。

二、測定方法：

1. 取水样50毫升傾注于第一支50毫升比色管中。

2. 在第二支比色管內注入5毫升浓度为0.05克/升氯之氯化鈉标准工作溶液，并用蒸溜水稀釋至刻度。

3. 在上述两个比色管中各加入10%浓度的硝酸銀溶液0.5毫升。

4. 将每一比色管中之溶液用清洁的玻璃棒攪拌好，而后将棒取出。

5. 添注硝酸銀溶液后經1——2分鐘，将比色管直立于暗色紙上，由上面看溶液中产生沉淀之情况。