

49727

工業分析實驗

吳守忠編

一九五五年八月十五日

龍門聯合書局印行

工業分析實驗

吳守忠著

龍門聯合書局印行

工業八比字印

版權所有 印刷必究

編者	吳	守	忠
出版者	聯	分	芝

發行者	門	聯	三
	中	文	七

	安	支	四
	路	一	店
	三	八	號

分售處	龍門	合書局	行地分	局
-----	----	-----	-----	---

北	京	分	局	東	安	門	大	街	82	號
北	京	分	局	東	安	門	大	街	103	號
北	京	分	局	東	安	門	大	街	6	號
北	京	分	局	東	安	門	大	街	368	號
重	慶	分	局	江	漢	一	路	3	號	
重	慶	分	局	江	漢	一	路	40	號	
重	慶	分	局	江	漢	一	路	308	號	
重	慶	分	局	江	漢	一	路	281	號	
重	慶	分	局	江	漢	一	路	267	號	
重	慶	分	局	江	漢	一	路	204	號	
重	慶	分	局	江	漢	一	路	102	號	
重	慶	分	局	江	漢	一	路	36	號	

定價人民幣16,000元 外埠酌加郵運費

一九五一年六月初版

凡 例

- 一、本書係就上海國立同濟大學現有之設備及工業分析實驗時間之支配所編訂。亦適用於其他各學校工業分析實驗作課本；各化驗機構作參考。
- 二、本書內容，係就定量分析之基礎，配合工業化學課程，針對目前我國工業建設之需要，並提高學者之興趣與技術水平，而以一切化學工業所用最基本之工程材料，工業原料及最普通之工業成品為實驗材料。
- 三、本書中各種分析之項目及方法，原則上係採取中央輕工業部上海工業試驗所工業分析室所訂暫行標準化學分析方法。但為適應學校設備及實驗時間之支配，略有刪減修改。且有若干項目，兩法並舉，以便選擇。
- 四、本書僅譯述分析之手續與方法，關於一切採取樣品標準方法；分析原理及各種規格等，可於講授時補充，但作者擬另行編訂。
- 五、本書中所列一切單位，原則上係取公用制，但有若干係根據工商界之習慣所採用之英美制，以便學者將來應用。為求更便利計，特將度量衡表，附列於後，以便折算。
- 六、本書中所列化學藥品名稱，為便利起見，原則上係以其分子式表示之，但有若干同質異性體或分子式反為複雜不易辨別者，則以英文或中文表出。
- 七、本書中所列化學儀器及分析項目名稱，均係採取標準名詞。
- 八、本書中每一實驗之後，附註重要參考書籍及報告格式，以便參考應用。
- 九、本書後，附有常數及對數表，以備繕寫報告時計算之用。

目 錄

實驗一、	鋼鐵分析.....	1-15
實驗二、	鉍錫分析.....	1-8
實驗三、	水泥分析.....	1-10
實驗四、	煤礫分析.....	1-11
實驗五、	鍋爐用水分析.....	1-10
實驗六、	飲料用水分析.....	1-8
實驗七、	植物油檢定.....	1-10
實驗八、	潤滑油檢定.....	1-19
實驗九、	液體燃料檢定.....	1-12
實驗十、	煙道氣分析.....	1-5
實驗十一、	纖維分析.....	1-5
實驗十二、	五倍子分析.....	1-8
實驗十三、	紅丹漆分析.....	1-6
實驗十四、	黑色炸藥分析.....	1-4
實驗十五、	穀類分析.....	1-7
實驗十六、	肥皂分析.....	1-9
實驗十七、	墨水分析.....	1-6
補充實驗一、	鋼鐵中礫素之測定.....	補1-6
補充實驗二、	煤礫發熱量之測定.....	補1-10
重量分析常數對數表		
容量分析毫當量對數表		
國際原子量表		
對數表		
度量衡表		

111860

實驗一 鋼鐵分析

一、矽(Si)——硫酸測定法

1. 需用試劑：

混合酸：於 600 毫升水中，漸漸加入濃 H_2SO_4 200 毫升，濃 HNO_3 100 毫升及濃 HCl 100 毫升。貯備用以溶解灰口生鐵或鍛鐵試樣。

2. 分析手續：

甲、碳素鋼 精確稱取試樣 2.50 至 5.00 公分 (Si 在 0.5% 以下，取 5.00 公分，在 0.5% 以上，則取 2.50 公分) 於 300 毫升燒杯中，加入 100 毫升 1:4 之 H_2SO_4 。以鍍面玻璃作蓋，微火加熱，待其溶解。洗下鍍面及邊緣上所沾漬之物，蒸發至有白煙，繼續 3 分鐘，但勿過久。於是冷却少許，即加 100 毫升溫水，稍行加熱，但勿煮沸，待全部鹽質溶解即可。

用無灰濾紙立即過濾，以碎無灰濾紙擦下杯上所沾之不溶物及 SiO_2 。首以 5:95 之熱 HCl 沖洗，繼以沸水，待無 Fe 質或酸性為止 (約洗 12 次，每次 5 毫升)。

將濾紙及濾出物納入白金坩堝中，烘乾，燒去濾紙及 C 質，在 $1,100^\circ$ 至 $1,150^\circ\text{C}$ 間灼燒半小時，置乾燥器中，冷却 15 分鐘，稱重。旋加數滴 1:1 之 H_2SO_4 ，以潤濕 SiO_2 為度。然後加入 3 至 5 毫升 HF ，微火蒸乾之，繼之灼燒，冷後，再稱重。兩次重量之差，即為 SiO_2 之重量，算得 Si 之百分率。

乙、生鐵 精確稱取試樣 2.50 公分溶解於 80 毫升混合酸中，蒸發至有白煙，繼續 2 分鐘，加入 5 毫升濃 HCl ，攪和後，再加 125 毫升溫水，乃照上節第二段手續進行。

丙、鍛鐵 精確稱取 5.00 公分試樣，溶解於 100 毫升混合酸中，而後照生鐵分析之手續進行。

丁、錫鋼或含錫之其他合金鋼 精確稱取 2.50 公分試樣，溶解於 20 毫升之濃 HCl 及 20 毫升之濃 HNO₃ 中，復加 60 毫升 1:1 之熱 H₂SO₄，蒸發至有白煙，冷卻至室溫，加 5 毫升濃 HCl，攪和之，加 125 毫升溫水，而後照碳素鋼分析手續第二段進行。

灼燒 WO₃ 及 SiO₂ 混合物時，熱度可在 1,000°C.，但在灼燒 WO₃ 時，則須在 800°C. 以下。

3. 計算方法：

$$\text{Si}\% = \frac{\text{SiO}_2 \text{ 重量} \times 0.4672}{\text{樣品重量}} \times 100$$

二、錳(Mn)

(一) 氫酸鉀氧化測定法 (Ford-Williams 法)

1. 需用試劑及標準溶液：

0.03 N 硫酸亞鐵或硫酸亞鐵銨標準溶液及 0.03 N 標準過錳酸鉀標準溶液，照鉍酸鈉氧化測定 Mn 法配製并定濃。

2. 分析手續：

甲、碳素鋼 精確稱取試樣 1.00 公分於 400 毫升燒杯中，加入 50 毫升 1:3 之 HNO₃，煮沸溶解之，并除去紅棕色之 NO₂。

加入 50 毫升濃 HNO₃ 及 3 公分固體 KClO₃，煮沸 15 分鐘，冷卻。再加 50 毫升濃 HNO₃ 及 3 公分 KClO₃，復行煮沸 15 分鐘，置於冷水中冷卻之。用哥氏坩堝或磁板漏斗迅速抽氣過濾。先用濃 HNO₃ 沖洗，至無 Fe 質為止，繼之以沸水，至無酸性始可。

置坩堝及 MnO₂ 全部於原燒杯中，由滴定管滴入 50.00 毫升 0.03 N. FeSO₄ 標準溶液，以水沖稀至 200 毫升，攪拌使 MnO₂ 全部溶解，至石棉中絕無黑點為止。乃用 0.03 N. KMnO₄ 標準溶液滴定其多餘之 FeSO₄。由所需溶解 MnO₂ 之 FeSO₄ 量，算得 Mn 之百分率。

乙、生鐵 精確秤取試樣 1.00 公分溶解於 25 毫升 1:3 之 HNO_3 中。煮沸 3 分鐘，過濾，以 25 毫升 1:3 之 HNO_3 ，將燒杯及濾渣洗淨，繼之以沸水，至無酸性為止，將濾液蒸濃若干，而後照碳素鋼分析第二段手續進行。

丙、合金鋼 精確秤取試樣 1.00 公分溶解於同容積之濃 HNO_3 及濃 HCl 中。加入 20 毫升 HClO_4 ，煮沸且蒸發至有白煙，繼續 10 分鐘，沖稀後用 NH_4OH 及 $(\text{NH}_4)_2\text{S}_2\text{O}_8$ 以沉澱 Fe 及 Mn 。過濾洗淨，溶解此沉澱於 50 毫升 1:3 之熱 HNO_3 中，而後照碳素鋼分析第二段手續進行。

3. 計算方法：

$$\text{Mn}\% = \frac{(50.00 \times N_{\text{FeSO}_4} - V N_{\text{KMnO}_4}) 0.02747}{\text{樣品重量}} \times 100$$

(二) 鉍酸鈉氧化測定法(標準方法)——須無 Co 存在時

1. 需用試劑及標準溶液：

甲、鉍酸鈉：粉末，含 NaBiO_3 至少在 75% 以上，含 Mn 至多不得超過 0.0005%， Cl 至多不得超過 0.001%。

乙、 H_2SO_4 或 FeSO_4 或 $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_5$ ：須新配應用。

丙、 HNO_3 ：3:97，煮沸 40 毫升濃 HNO_3 至無色，以去盡游離 NO_2 為度。最佳通入空氣 5 分鐘。混合此濃 HNO_3 30 毫升與水 970 毫升。加入 1 公分 NaBiO_3 粉末，劇烈搖和，放置澄清後，取上部清澈溶液應用。

丁、硫酸亞鐵鉍標準溶液：溶解 12 公分 $(\text{NH}_4)_2\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 於 1 公升 1:19 之 H_2SO_4 冷溶液中。

戊、過錳酸鉀標準溶液：0.03 N. KMnO_4

配製法：溶解 0.95 公分純 KMnO_4 於 1 公升水中，放置暗處二週後，用玻璃棉經哥氏坩堝過濾，切勿與橡皮塞或其他有機物接觸，保存於棕色玻璃瓶中備用。

定濃法：精確秤取經 105°C . 烘乾之純 $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$ 0.3000 公分於 600 毫升燒杯中。加入 250 毫升 5:95 之 H_2SO_4 (此 H_2SO_4 須先經煮沸 15 分鐘，而後冷卻至 27°C)。攪拌待其全部溶解。以每分鐘加入 25 至 35 毫升之速率，由滴定管加入 KMnO_4 標準溶液 40 毫升，放置至紅色褪盡。加熱至 60°C ，乃繼續以 KMnO_4 標準溶液滴定至顯紅色，在 30 秒鐘內紅色不褪為終點。

己、 NaHCO_3 溶液：溶解 80 公分 NaHCO_3 於 1 公升水中，為分析合金鋼時分離 Cr 之用。

2. 分析手續：

甲、礬素鋼 精確秤取試樣 1.00 公分於 50 毫升 1:3 之 HNO_3 中。煮沸至棕色 NO_2 全部逐去為度。冷透後加入約 0.5 公分 NaBiO_3 粉末。煮沸約 2 至 3 分鐘。如係高礬素鋼，須加 1 公分 NaBiO_3 ，以能產生顯著之紫紅色 MnO_4^- 或有 MnO_2 沉澱為度。滴入數滴 H_2SO_3 或 FeSO_4 或 $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 溶液以還元 MnO_4^- 或 MnO_2 。煮沸至棕色氣體全部逐去。冷卻至 15°C . 以下 (須用溫度計量測)，復加 0.5 公分或 26 倍 Mn 存量 (但勿少於 0.5 公分) 之 NaBiO_3 粉末。攪拌 1 分鐘，加入 50 毫升 3:97 之 HNO_3 ，用哥氏坩堝或瓷板抽氣過濾，濾去過量之 NaBiO_3 及不溶物。以 3:97 之 HNO_3 洗淨至濾液呈無色。濾下之濾液，須絕對清澈，絲毫不含石棉屑或 NaBiO_3 始可，否則須重複過濾。

加入 2 毫升濃 H_3PO_4 於濾液中，由滴定管注入足量之 $(\text{NH}_4)_2\text{Fe}(\text{SO}_4)_2$ 標準溶液，以還元 MnO_4^- 至無色，且多加 1 至 2 毫升。施用 0.03N. KMnO_4 標準溶液滴定其過量之 $(\text{NH}_4)_2\text{Fe}(\text{SO}_4)_2$ 標準溶液。至溶液呈紅色為終點。

同時照上述手續，用同量之酸， NaBiO_3 及 $(\text{NH}_4)_2\text{Fe}(\text{SO}_4)_2$ 溶液作一對照試驗，此步手續絕不可免。

乙、生鐵 精確秤取試樣 1.00 公分於 150 毫升三角燒瓶中。加入 25 毫升 1:3 之 HNO_3 ，加熱煮沸 2 至 3 分鐘，待作用完畢。冷後

過濾，用 25 毫升 1:3 之 HNO_3 沖洗，復以熱水洗滌數次，而後照上述碳素鋼之分析手續進行。

丙、鍛鐵 精確秤取試樣 2 至 3.00 公分，照碳素鋼分析手續進行。所用哥氏坩堝或瓷板之石棉襯底，須在過濾前先經 KMnO_4 稀溶液處理，而後以 3:97 之 HNO_3 洗滌至絕無 KMnO_4 存在。

丁、合金鋼

a. 合金鋼中含 Ni, Mo 等金屬，且含 Cr 在 1.0 % 以下者，可照碳素鋼分析手續進行。但最佳依照下法先將 Cr 質分離後測定。

b. 高鉻鋼 溶解 3.00 公分試樣於 1:1 之 HNO_3 與 H_2SO_4 之混合酸中，加入 20 毫升 HClO_4 ，煮至有白煙，維持 10 分鐘，至氧化 Cr 呈紅色為度。稀釋後用 NH_4OH 及 $(\text{NH}_4)_2\text{S}_2\text{O}_8$ 沉澱 Fe 及 Mn，濾出沉澱，用水洗淨。溶解沉澱於 50 毫升 1:3 之 HNO_3 中，而後照碳素鋼分析手續進行。

c. 鉻鋼及不銹鋼等 精確秤取試樣 1.00 公分於 300 毫升三角燒瓶中，加 20 毫升 1:9 之 H_2SO_4 ，用小錶面玻璃作蓋，微火加熱，待作用完全後，以沸水稀釋至約 100 毫升。由滴定管加入 NaHCO_3 溶液至有顯著之沉澱產生（約 36 毫升），多加 4 毫升。如係高鉻鋼（Cr 18%），則多加 6 毫升。加蓋煮沸 1 分鐘，靜待沉澱沉底。迅速過濾。過濾時加入少許紙漿于濾紙中，以熱水洗淨燒瓶及沉澱。此步手續，須謹慎從事，否則濾液將氧化且生加水分解作用而呈混濁。煮沸濾液，並加少量濃 HNO_3 （總量約 12 毫升）以氧化之。蒸濃至 50 毫升。加 0.5 公分 NaBiO_3 粉末，並煮沸 2 至 3 分鐘，滴入 H_2SO_3 或 FeSO_4 或 $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 溶液，並煮沸以還元 MnO_2 ，待溶液清澈，而後照碳素鋼分析手續進行。

3. 計算方法：

$$\text{Mn}\% = \frac{(A - B)C \times 0.0110}{D} \times 100$$

A = 對照試驗滴定所用 KMnO_4 標準溶液容量(毫升).

B = 滴定樣品溶液中過量之 $(\text{NH}_4)_2\text{Fe}(\text{SO}_4)_2$ 溶液所用 KMnO_4 標準溶液之容量(毫升).

C = KMnO_4 標準溶液之濃度(N).

D = 樣品重量(公分).

三、硫(S)

(一)重量測定法

1. 需用試劑及試藥:

甲、鋅粉: 20 至 30 篩孔, 絕無 S.

乙、氯化鋇溶液: 10% BaCl_2 .

丙、碳酸鈉或氯化鈉: 無水, 絕無 SO_4 .

丁、氯化鉀銅溶液: 溶解 300 公分 $\text{CuCl}_2 \cdot 2\text{KCl} \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ 於 1 公升水及 75 毫升濃 HCl 中, 貯備用以溶解鎳鉻鋼試樣.

戊、Cinchonine 溶液: 溶解 125 公分 Cinchonine 於 1 公升 1:1 之 HCl 中, 為製備以作鎳鋼分析之用. 如此試藥含有 SO_4 雜質, 須在溶解前, 先將此試藥於 Büchner 漏斗中, 用水沖洗. 至洗液以 BaCl_2 溶液檢查, 無沉澱產生始可.

己、Cinchonine 洗液: 將上配製之 Cinchonine 溶液 30 毫升, 加水稀釋至 1 公升.

2. 分析手續:

甲、碳素鋼, 生鐵或鍛鐵 準確稱取試樣 5.00 公分於 300 毫升燒杯中, 用錶面玻璃作蓋, 加入 75 毫升濃 HNO_3 , 加熱溶解之. 如溶解困難, 可隨時加入數滴濃 HCl 或 2 至 5 毫升 Br_2 水. 如作用過劇, 須置冷水中冷卻之. 待全部溶解後, 漸漸加入 0.5 公分無水 Na_2CO_3 粉或 NaCl , 蒸發至乾, 焙烤半小時, 冷卻, 加 30 毫升濃 HCl , 使全部溶解, 再行蒸乾, 復加 30 毫升濃 HCl , 蒸發至泥漿狀.

加 10 毫升濃 HCl 及水 25 毫升, 稍行加熱, 使全部溶解. 乃漸漸加

入 5 公分 Zn 粉，每次加入少許，須用錶面玻璃作蓋。置水浴鍋上溫熱之，待全部 Fe 質還元為低價 Fe，所生 H_2 去除後，即行過濾（如有多量 Zn 粉不溶，且有多量 Fe^{+++} 存在，甚至如泥土狀不溶，可加少量 HCl 以溶解之。此時溶液應呈淺綠色溶液）。用 75 毫升 1:99 之 HCl 洗淨。

將濾液加熱至 $60^\circ C$ 左右，漸漸加入 20 毫升 $BaCl_2$ 溶液，劇烈攪拌，放置過夜或置溫熱處數小時，待 $BaSO_4$ 沉澱全部沉底，用無灰濾紙過濾，以 1:500 之 HCl 沖洗兩次，繼之以沸水，至無 Cl^- 為止。

納濾紙及 $BaSO_4$ 沉澱於已稱重之白金坩堝中，烘乾，微火燒去濾紙 C 質，以防 $BaSO_4$ 被 C 還原而變黑。加入數滴 1:1 之 H_2SO_4 及 1 毫升 HF，微火蒸乾，灼燒，置乾燥器中，冷卻，稱重。

依據上述手續，同時作一對照試驗，以校正 Zn 粉中所含之 S。根據 $BaSO_4$ 之重量，算得 S 之百分率。

乙、合金鋼

a. 鎳鉻鋼 精確秤取試樣 5.00 公分於 400 毫升三角燒瓶中，加入 250 毫升氯化鉀銅溶液，妥為搖動，待全部溶解。乃經哥氏瓷板抽氣過濾，用 2:98 之 HCl 洗滌數次。將不溶物及瓷板全部移入於 100 毫升有柄蒸發皿中，加入 20 毫升濃 HNO_3 ，加熱並加入 $KClO_3$ 少許，以氧化 C 份物質。蒸發至乾，加入 10 毫升 HCl，復行蒸乾。溶解於 10 毫升 1:9 之 HCl 及 20 毫升水中，過濾，洗出瓷板，用 50 毫升熱水洗淨。煮沸濾液，並加 5 毫升 $BaCl_2$ 溶液，乃照碳素鋼分析第三段手續進行。

b. 鎢鋼 精確秤取試樣 5.00 公分於 600 毫升三角燒瓶中，加入 75 毫升濃 HNO_3 ，如作用遲緩，微火溫熱之，在必要時可加 5 毫升濃 HCl。如作用過劇，須浸入冷水中冷卻之。若單獨用 HNO_3 ，則有 WO_3 包于鋼屑之週，致作用遲緩，須用玻棒搗碎之。待作用完畢，置微火上煮化，至不溶物呈純黃色，絕無黑色斑點為度。在必要時，可加新 HNO_3 。蒸發至成漿糊狀，冷後加入 30 毫升 HCl，復行蒸發至成漿糊狀，加入

沸水 100 毫升，煮沸至全部溶解，過濾，用 1:10 之 HCl 洗滌，將濾液濾入於 600 毫升之有柄蒸發皿中。蒸發至乾，加 30 毫升濃 HCl，復行蒸乾，冷後加入 60 毫升 1:1 之 HCl，煮化至全部溶解，加 50 毫升沸水，及 10 毫升 Cinchonine 溶液，放置過夜。過濾，用 Cinchonine 洗液洗滌。蒸發濾液至液面有薄膜，乃照碳素鋼分析手續進行。Cinchonine 溶液中可能含有 S，對照試驗，不可或免。

3. 計算方法：

$$S \% = \frac{(\text{BaSO}_4 \text{ 重量} - \text{對照試驗所得 BaSO}_4 \text{ 重量}) \times 0.1374}{\text{樣品重量}} \times 100$$

(二) H₂S 氣體發生碘容量測定法 (Evolution Method) (簡捷法)

1. 需用特殊儀器：

300 毫升 Florence 平底燒瓶 (定硫瓶)，口上裝一 2 孔無硫橡皮塞，一孔插入安全漏斗，直至瓶底，一孔裝入凱氏定氮球 (Kjeldahl Bulb)，球之他端，接一玻璃管，通入 200 毫升三角燒瓶中。

2. 需用試劑及標準溶液：

甲、硫酸鋅氨溶液 (Ammonical ZnSO₄ Solution)：溶解 200 公分 ZnSO₄ · 7 H₂O 於 1 公升水中，加入 1 公升濃 NH₄OH，放置 24 小時，過濾後備用 (或用 ZnCl₂ 亦可)。

乙、氯化鎘氨溶液 (Ammonical CdCl₂ Solution)：溶解 10 公分 CdCl₂ 於 400 毫升水中，加入 600 毫升 NH₄OH (或用 CdSO₄ 亦可)。

丙、澱粉溶液：先將 5 公分溶解性澱粉與 25 毫升水調成漿狀，傾入 500 毫升沸水中，冷後加入 50 毫升 10% 之 NaOH 溶液及 15 公分 KI，而後攪和備用。

丁、I₂ 或 KIO₃ 標準溶液：0.03 N. 或 0.1N. (S 在 0.5% 以下用 0.03N., 在 0.5% 以上用 0.1N.).

配製法：溶解 1.12 公分經 180°C. 烘乾後之 KIO₃ 及 12 公分 KI 於 200 毫升 0.5% 之 NaOH 溶液中，以水稀釋至 1 公升。

定濃法：量取 300 毫升水於 500 毫升定硫瓶中，加入 10 毫升濃 HCl 及 1 公分 KI。冷卻後，由滴定管注入 25 毫升已經以 $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$ 定濃之 0.03 N. 之 KMnO_4 標準溶液。搖和後，放置 5 分鐘，以 0.03 N. 之 $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 標準溶液滴定其游離之 I_2 ，至黃色幾乎褪去，旋加 5 毫升澱粉溶液為指示劑，繼續滴定至藍色剛剛消褪為終點。乃由滴定管用 25 毫升 KIO_3 標準溶液以代 KMnO_4 ，作同樣之定濃。根據 KMnO_4 之濃度，可以算得 KIO_3 標準溶液之濃度。若其濃度為 0.0312 N.，則 1 毫升相當於 5 公分鋼樣中含 S 0.01%。

3. 分析手續：

甲、碳素鋼或鍛鐵 精確稱取試樣 5.00 公分於烘乾之 Florence 平底燒瓶（定硫瓶）中，裝置如上所述。量出 15 毫升 ZnSO_4 或 CdCl_2 氨溶液，及 200 毫升水於三角燒瓶中，由安全漏斗加入 80 毫升 1:1 之 HCl。於是微火加熱，使試樣完全溶解，繼續煮沸 30 秒鐘，以能迅速發生氣體吸收於 ZnSO_4 或 CdCl_2 氨溶液中為度。如 ZnSO_4 或 CdCl_2 氨溶液溫度升高過熱，可置三角燒瓶於冷水浴鍋中冷卻之。

移去連接管，加澱粉溶液 2 毫升及 40 毫升 1:1 之 HCl 於吸收液中。立即以 0.03 N. 之 I_2 或 KIO_3 標準溶液滴定之。照上述標準溶液定濃手續，滴定至藍色發生不褪為終點。

高碳素鋼或高硫份鋼均不適採用此法。

乙、生鐵 大多生鐵，不宜採用此法；但可在測定之前，先將 5.00 公分試樣與 0.2 公分無水純 $\text{K}_4\text{Fe}(\text{CN})_6$ 粉末混和，包於 11 公分之濾紙中，放入瓷坩堝，蓋以數層燒焦之濾紙，於 750 至 850°C. 下密閉灼燒 20 分鐘，使行退火手續。冷後壓碎，而後移入定硫瓶中，照碳素鋼分析手續進行。

4. 計算方法：

$$\text{S}\% = \frac{\text{VN} \times 0.016}{\text{樣品重量}} \times 100$$

四、磷(P)——鹼容量測定法

1. 需用試劑及標準溶液：

甲、過錳酸鉀溶液： 溶解 2.5 公分 KMnO_4 於 100 毫升水中。

乙、酸性鉬酸鉍溶液：

溶液(1) 溶解 100 公分 85% MoO_3 於 240 毫升水中。劇烈攪拌，迅速傾入 140 毫升濃 NH_4OH ，攪拌至全部溶解，過濾後，加入 60 毫升濃 HNO_3 。

溶液(2) 混和 400 毫升濃 HNO_3 於 960 毫升水中，妥為冷卻。

旋將溶液(1)漸漸傾入溶液(2)中，攪拌片時，乃投入一小粒 $[\text{NH}_4]_2\text{HPO}_4$ 或 Na_2HPO_4 ，攪和後，放置過夜，過濾後使用。

丙、硝酸鉀溶液： 1% KNO_3 (NaNO_3 不可用以代替)。

丁、硫酸亞鐵溶液： 溶解 10 公分 $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ 於 100 毫升 5:95 之 H_2SO_4 中。

戊、0.1 N. 氫氧化鈉標準溶液及 0.1 N. 硝酸標準溶液：按照定量分析法配製及定濃。

己、酚酞指示劑： 溶解 0.2 公分 Phenolphthalein 於 100 毫升 50% 之酒精中。

2. 分析手續：

甲、磷素鋼 精確稱取試樣 2.00 至 3.00 公分於 300 毫升三角燒瓶中，注入 65 毫升 1:3 之 HNO_3 ，加熱溶解之。待全部溶解後，加 KMnO_4 溶液 1 至 2 毫升，至溶液顯紫色為度。煮沸 2 至 3 分鐘，如無 MnO_2 沉澱生成，再加 KMnO_4 溶液少許，復行煮沸，至溶液紫色完全褪去，沉澱為 MnO_2 為止，冷卻之。

滴入 FeSO_4 溶液數滴，以溶解所生之 MnO_2 沉澱。煮沸，除去 NO_2 ，或投入酒石酸數粒以溶解所生之 MnO_2 沉澱亦可。待溶液清澈後，稍行冷卻，加入濃 NH_4OH ，劇烈搖和至 $\text{Fe}(\text{OH})_3$ 沉澱不再溶解為度，此時溶液應呈血紅色。乃用稀 HNO_3 酸化至幾乎中和，加熱至

80°C. (務須用溫度計量測)，旋加入鉬酸鉍溶液 60 毫升，此時溫度約低至 45°C. 劇烈搖動 10 分鐘，放置半小時，待沉澱沉底（沉澱應呈純黃色），用哥氏瓷板，應用抽氣法過濾之。首用 2:98 之 HNO_3 將燒瓶及沉澱洗過兩次，繼用 KNO_3 溶液沖洗六次，每次約 5 毫升，而後以 KNO_3 溶液沖洗濾紙，至絕無酸性為止，至少約 12 次。

將哥氏瓷板，石棉及沉澱一并納入原燒瓶中（瓶已洗淨絕無酸性），加入 25 毫升煮沸而冷卻（無 CO_2 ）之水，乃由滴定管滴入 0.1 N. NaOH 標準溶液，每次約 5 毫升（先將 NaOH 標準溶液滴於所裝哥氏瓷板之漏斗內，以溶去漏斗上所沾之沉澱，而後用水洗入原燒瓶中，俾勿稍有損失），劇烈搖和之，使沉澱易於溶解。待黃色沉澱全部溶解後（此時濾紙成為紙漿），加入無 CO_2 之水至 150 毫升，滴入 Phenolphthalein 指示劑 3 至 5 滴，乃用 0.1 N. HNO_3 標準溶液滴定其多餘之 NaOH 標準溶液，至桃紅色剛行消失為終點。

同時照上述手續作一對照試驗以行校正。

根據所需溶解 $(\text{NH}_4)_3\text{PO}_4 \cdot 12\text{MoO}_3$ 之 NaOH 標準溶液容量及濃度，算得 P 之百分率。

乙、生鐵 溶解試樣 0.50 至 2.00 公分於 65 毫升 1:3 之 HNO_3 中，過濾，將濾液濾入 300 毫升三角燒瓶中，用 2:98 之 HNO_3 洗淨，繼以 50 毫升沸水洗過，至無酸性為止，將濾液照上節第一段手續，自“加 KMnO_4 溶液 1 至 2 毫升”起手續進行。

3. 計算方法：

$$P\% = \frac{[(A - BC) - (D - EC)]F}{G} \times 100$$

A = 滴定樣品所用 NaOH 標準溶液之容量(毫升)。

B = 滴定樣品所用 HNO_3 標準溶液之容量(毫升)。

C = NaOH 標準溶液相當於 1 毫升 HNO_3 標準溶液之容量(毫升)。

D = 對照試驗所用 NaOH 標準溶液之容量(毫升)。

E = 對照試驗所用 HNO₃ 標準溶液之容量(毫升)。

$F = \frac{P}{23,000} \times \text{NaOH 標準溶液之濃度 } 0.0001347.$

G = 樣品重量。

參 考 書 籍

1. A. S. T. M. Methods of Chemical Analysis of Metals,
E. 30—45, P. 37—58, 1946 Ed.
2. R. C. Griffin: Technical Methods of Analysis,
P. 132—164.
3. N. H. Furman: Scott's Standard Methods of Chemical
Analysis, P. 1421—1484, Vol. II.
4. Hamilton & Simpson: Talbot's Quantitative Chemical
Analysis, P. 390—408, 1946 Ed.
5. I. M. Kolthoff & E. B. Sandell: Textbook of
Quantitative Inorganic Analysis, P. 705—730,
Chapter 44, 1946 Ed.
6. C. A. Keane & P. C. L. Thorne: Lunge & Keane's
Technical Methods of Chemical Analysis, P. 36—62,
Vol. I, 2nd Ed.
7. U. S. Steel Corp.: Methods of the Chemists of the
U. S. Steel Corporation for the Sampling & Analysis
of Carbon Steels.