

# 国定全苏标准

(中译本)

ГОСТ 2788—51

鑄造与变形鋁合金

化学分析法

(八)

冶金工業出版社

## 前 言

一九五六年去苏联参加社会主义阵营标准化工作经验交流会议的代表团带回的国定全苏标准中的金属及金属制品。耐火材料及耐火制品。炼焦化学产品等部份标准，经我们组织了黑色冶金设计院、有色冶金设计院、鞍山钢铁公司、有色金属综合研究所及本部专家工作室等单位进行翻译、审核，最后交稿排印。由于翻译的质量不够高，在文字组织及内容方面可能有不够妥当或错误的地方，有关部门如有意见希及时函告，以便再版时改正为盼。

冶金工业部技术司

苏联部长会议 标准化管理局	国定全苏标准	ГОСТ 2788-51
	鑄造与变形鋁合金 化学分析法	代 替 ГОСТ 2788-44
		B 59 組

本标准系規定 ГОСТ 2685—53 和 ГОСТ 4784—49 所規定之鑄造与变形鋁合金的化学分析仲裁法。

## 1. 总 則

1. 在所有的分析中都应用蒸餾水。在所有的情况下試量均須称准至 0.001 克。

“热”水或“热”溶液一辞系表示液体温度为 60—80°C。“温”水或“温”溶液一辞系表示液体温度为 30—40°C。

2. 在进行合金的化学分析时应用下列试剂：

A 00 品号鋁，ГОСТ 3549—47。

“化学純”和〔分析純〕氨水，ГОСТ 3760—47。

“化学純”硝酸鋁，ГОСТ 3761—47。

“分析純”过硫酸鋁，ГОСТ 3766—47。

“化学純”磷酸氫二鋁，ГОСТ 3772—47。

“分析純”醋酸鋁，ГОСТ 3117—51。

“化学純”氯化鋁，ГОСТ 3773—47。

“分析純”草酸鋁，ГОСТ 5712—51。

溴，ГОСТ 4109—48。

乙二醛脲，ГОСТ 5828—51。

二苯胺，ГОСТ 5825—51。

二苯基二胂巯，ГОСТ 5859—51。

“分析純”氯化鉄，ГОСТ 4147—48。

标准化管理局 1951 年 3 月 30 批准

实 施 日 期

1951 年 10 月 1 日

- “化学純”重鉻酸鉀, ГOCT 4220—48。
- “化学純”碘酸鉀, ГOCT 4202—48。
- “化学純”过錳酸鉀, ГOCT 4527—48。
- “化学純”硫代氰酸鉀, ГOCT 4139—48。
- “化学純”鉻酸鉀, ГOCT 4459—48。
- “分析純”鋁鉀明矾, ГOCT 4329—48。
- 銅鐵試剂, ГOCT 5857—51。
- 皮膠, ГOCT 3252—46。
- “化学純”, 硝酸, ГOCT 4461—48。
- “化学純”酒石酸, ГOCT 5817—51。
- “化学純”檸檬酸, ГOCT 3652—51。
- 無水蟻酸, ГOCT 5848—51。
- “化学純”濃硫酸(比重 1.8300—1.8350), ГOCT 4204—48。
- “化学純”濃鹽酸(比重 1.174—1.1885), ГOCT 3118—46。
- “化学純”醋酸, ГOCT 61—51。
- 偏磷酸, ГOCT 841—51。
- 正磷酸。
- 氫氟酸。
- “分析純”硫酸錳, ГOCT 435—41。
- “分析純”電解銅, ГOCT 1124—41。
- 甲基紅, ГOCT 5853—51。
- “分析純”甲基橙。
- “化学純”苛性鈉, ГOCT 4328—48。
- “化学純”亞硝酸鈉, ГOCT 4197—48。
- “化学純”檸檬酸鈉, ГOCT 3161—51。
- “分析純”亞砷酸鈉。
- “分析純”無水亞硫酸鈉, ГOCT 195—41。
- “分析純”硫化鈉, ГOCT 2053—43。
- “分析純”硫代硫酸鈉, ГOCT 4215—48。
- “分析純”結晶醋酸鈉, ГOCT 199—52。

“分析純”次磷酸鈉, ГOCT 200—41。

“化学純”磷酸氫二鈉, ГOCT 4172—48。

“化学純”氯化鈉, ГOCT 4233—48。

H1品号鎳, ГOCT 849—49。

8-羥基喹啉, ГOCT 5847—51。

01品号錫, ГOCT 860—41。

过氧化氫, ГOCT 177—41。

P2品号汞, ГOCT 4658—49。

“分析純”氯化汞, ГOCT 4519—48。

“分析純”硝酸銀, ГOCT 1277—41。

“化学純”硫酸亞鉄鉍(莫拉鹽), ГOCT 4208—48。

酒石酸鉀-鈉, ГOCT 5845—51。

乙醇, ГOCT 5962—51。

“分析純”四氯化鈦。

“化学純”三氯甲烷, ГOCT 3160—51。

Π0品号鋅, ГOCT 3640—47。

四氯化碳, ГOCT 5827—51。

## I. 砷的測定

3. 砷含量的測定規定有兩種方法: 砷含量在1%以上時應用第1法; 砷含量為1%和較低時應用第2法。

4. 需用試劑:

1) 25%的苛性鈉溶液。

2) 200毫升濃硝酸, 100毫升濃鹽酸和600毫升1:1稀硫酸之混合劑。

3) 鹽酸(1:1稀鹽酸, 2%的鹽酸和濃鹽酸)。

4) 1:1稀硫酸。

5) 氫氟酸。

## 第 1 法—合金中矽的含量在 1% 以上時用之

## 5. 分析程序

將 0.5—1 克的合金試樣放入 70 毫升以下的鎳坩堝或鐵坩堝中，蓋以蓋子，將坩堝浸入盛有冷水的燒杯中。稍微移開蓋子，少量分批的加入 25 毫升苛性鈉溶液。

激烈反應結束後，將坩堝的內容物小心煮沸 15 分鐘，然後冷卻，加入 20—30 毫升水，移注於盛有 50 毫升混合酸的 200—250 毫升的瓷皿中，用熱水將坩堝在瓷皿上面沖洗 2—3 次後，再用 1:1 稀鹽酸沖洗 2 次。將溶液蒸發至生出稠濃白煙達 3—5 分鐘之久。沉淀物稍稍冷卻後，小心加入 10 毫升濃鹽酸。然後加入 150 毫升熱水，以玻璃棒混勻並加熱至所有的鹽完全溶解為止。

將未溶解之沉淀物（矽酸）立即用無灰濾紙濾出，用 2% 熱鹽酸溶液洗滌 8—10 次和用熱水洗滌 3—4 次。將沉淀物 A 保存，將濾液和洗液蒸發與進行全部作業直至補充沉淀物 B（矽酸）分離如上述方法加以細致洗滌。

將矽酸沉淀物 A 與 B 放入白金坩堝中，小心將濾紙灰化，但勿使着火，然後在 900—1000°C 下灼燒 40 分鐘。

將坩堝在干燥器中冷卻後，迅速加以稱量；並反復灼燒至恆重，每次在 900—1000°C 下灼燒 10—15 分鐘。然後在盛有沉淀物的坩堝中加入 3—4 滴 1:1 稀硫酸，5 毫升氫氟酸，小心蒸發至濃厚白煙完全除去並在 900—1000°C 下灼燒 20 分鐘，放入干燥器中冷卻並稱量之。

矽的百分含量 (X) 按下式計算：

$$X = \frac{G_1 \times 0.4672 \times 100}{G}$$

式中  $G_1$ ——盛有沉淀物之坩堝在用氫氟酸和硫酸處理前後的重量損失 (克)；

0.4672——將  $\text{SiO}_2$  換算為 Si 的係數；

$G$ ——合金試樣重量 (克)。

註：檢查苛性鈉溶液的矽含量時，應按照第 5 條的整個分析程序進行檢查試驗。將 25 毫升苛性鈉溶液中所含的矽量從合金試樣的分析結果中扣除 (提出修正)。

第 2 法—合金中矽的含量为 1% 和在以下时之用之

## 6. 分析程序

將 1—2 克合金試样放入 200—250 毫升的瓷皿中，按照所取試量少量分批地加入 40—60 毫升酸的混合物，並盖以表玻璃。

激烈反应结束后，將表玻璃取下並在瓷皿上面用水冲洗干淨。將瓷皿的内容物蒸發至發出濃厚白烟达 3—5 分鐘之久。沉淀物稍稍冷却后，小心湿以 10 毫升濃鹽酸，然后加入 150 毫升热水，加热至所有的鹽类全部溶解。將未溶解之沉淀物（矽酸）立即从無灰濾紙上濾出，用 2% 的热鹽酸溶液洗滌 8—10 次，用热水洗滌 2—3 次。將濾液和洗液进行重复蒸發，並將殘留於溶液中的矽酸沉淀物加以补充過濾。將洗过之沉淀物放入白金坩堝中，小心灰化濾紙，勿使燃着，然后在 900—1000°C 下灼燒 20 分鐘。

坩堝在干燥器中冷却后，迅速加以称量，再反复灼燒至恒重，每次在 900—1000°C 下应保持 5—10 分鐘。然后在盛有沉淀物的坩堝中加入 1:2 滴 1:1 稀硫酸，1—2 毫升氫氟酸，小心蒸發至將濃厚白烟完全除尽，在 900—1000°C 下灼燒 20 分鐘。在干燥器中加以冷却和称量。

矽含量的百分数 ( $X_1$ ) 按第 5 条所列之式子計算。

註：如果矽酸沉淀物在灼燒后显著地变为黑色时，須在其中加入 2 克無水碳酸鈉，混勻，再从上面撒入約 0.5 克無水碳酸鈉，熔合至二氧化碳气泡停止排出为止。將合金在空皿中用热水加以溶浸，盖以表玻璃。然后再將表玻璃稍稍移开，小心加入 1:1 稀硫酸至气泡停止放出为止。然后取下表玻璃，將其在瓷皿上用水冲洗干淨。加入 15 毫升 1:1 稀硫酸，蒸發至产生濃厚白烟达 8—5 分鐘之久，然后再繼之以第 6 条所述之作業。

矽測定之精确度（兩平行分析之間的允許誤差）：

矽, %	容許差数, %
0.5 以下	±0.02
0.51—1	±0.03
1.01—2	±0.04
2.01—5	±0.05
5 以上	±0.08

## Ⅲ. 銅的測定

7. 在測定銅的含量時，規定有電解法的兩種方案：含銅量在0.2%以上者和含銅量等於或小於0.2%者。

### 8. 需用試劑：

- 1) 25%的苛性鈉溶液。
- 2) 1:1稀硝酸。
- 3) 2%的硫酸溶液(按體積計)，濃硫酸及1:3稀硫酸溶液。
- 4) 乙醇。
- 5) 酸混合劑：600毫升1:3稀硫酸，300毫升濃鹽酸和100毫升濃硝酸。
- 6) 30%硫代硫酸鈉溶液。

### 方案 I—合金中銅的含量在0.2%以上時用之

### 9. 分析程序

將0.5—1克的合金試樣放入500—750毫升的燒杯中，蓋之以表玻璃。將表玻璃稍稍移開後，為了防止噴散，少量分批地加入30—40毫升25%的苛性鈉溶液，並使之在不加熱的情況下溶解。溶解後，加入400毫升熱水，加熱至沸騰，並在沉淀15分鐘後，加以過濾。將沉淀物在過濾器上用溫水洗滌5—6次。將洗過之沉淀物用洗瓶中的水從尚未拆去的過濾器上沖入曾經進行過沉淀之燒杯中，將過濾器用每次3毫升的1:1稀熱硝酸洗滌2次，再用熱水洗滌5次。在燒杯中加入15毫升的1:1稀硝酸並加熱。在150毫升透明的硝酸溶液中加入2毫升濃硫酸，將溶液加熱至80°C，在電流強度為1—1.5安培，電壓為2—3伏特的情況下用電解法使銅在預先稱過的白金網狀陰極上析出。電解須在電解液混勻的情況下進行。銅是否完全分離析出，可用將電極埋入很深的方法進行檢查，為此，須在電解液中加入少量的水。如果達10分鐘後，在陰極網新埋入的部分上沒有銅析出，那末電解就認為結束了。

電解結束後，在未切斷電流的情況下，迅速將盛有電解液的燒杯



收拾开，並用洗瓶中的水立即洗滌電極。然後切斷電流，取出電極並輪換地先放入盛水的燒杯，而後再放入盛乙酸的燒杯中。

將陰極放入干燥室中，使在  $105^{\circ}\text{C}$  下干燥 5 分鐘，再在干燥器中冷卻並稱量之。

銅的百分含量 ( $X_2$ ) 按下式計算：

$$X_2 = \frac{G_1 \times 100}{G},$$

式中  $G_1$ ——銅的過重 (克)；

$G$ ——合金試樣重量 (克)。

註：電解後的溶液可用來測定鎂、鐵、鋁、鈦等。

#### 方案 I — 合金中銅的含量等於或低於 $0.2\%$ 時用之

### 10. 分析程序

將 5 克合金試量放入 500 毫升的瓷皿中，蓋以表玻璃。稍移開表玻璃，少量分批地小心加入 80—100 毫升混合酸。待合金溶解和激烈反應結束後，將瓷皿的內容物蒸發至發生濃厚白煙，再繼續加熱 5 分鐘之久，同時用玻璃棒攪動瓷皿的內容物。冷卻後，加入 20 毫升的 1:3 稀硫酸和 300 毫升熱水。小心加熱，同時用玻璃棒攪拌至所有的可溶性鹽都溶解為止。將未溶解的沉淀物濾出，在濾紙上用  $2\%$  的硫酸熱溶液洗滌 3 次後棄去 (合金中矽的含量不多於  $1\%$  時，便可省去矽酸的蒸發和過濾手續)。

在濾液中通入硫化氫 10 分鐘，並將溶液加熱至沸騰，以便使硫化銅的沉淀物凝結起來，過濾，並將沉淀物用酸化了的氫硫化水 (1000 毫升水中含有 1 毫升的濃硫酸) 加以洗滌。

將洗過的沉淀與濾紙一起放入瓷皿中，在  $500^{\circ}\text{C}$  下小心加以灰化。然後將沉淀物在坩堝中以 10 毫升的 1:1 稀硝酸溶解之。將溶液從坩堝中移入 150—200 毫升的瓷皿中，用水洗滌坩堝，加入 1 毫升濃硫酸和 100 毫升熱水，並按第 9 條進行電解，使銅析出。

註：如沒有硫化氫時，銅可以用硫代硫酸鈉溶液來沉淀。如第 10 條那樣將矽酸沉淀物除去以後，在 400 毫升的濾液中加入 30 毫升  $50\%$  的硫代硫酸鈉溶液，煮沸至沉淀物凝結為止。然後冷卻，用無灰濾紙濾過，將沉淀物在濾紙上用熱水加以洗滌。濾液和洗液均棄去。將帶有沉淀物的濾紙放入瓷坩堝中，在  $500^{\circ}\text{C}$  下灼燒然後再繼續按第 10 條進行操作。

銅測定之精確度（兩平行分析之間的允許誤差）：

銅， %	容許差數， %
0.01—0.05	±0.005
0.051—0.1	±0.01
0.11—0.2	±0.02
0.21—0.5	±0.03
0.51—0.2	±0.04
2.01—5.0	±0.08
5.01—12.0	±0.10

#### IV. 鋅的測定

11. 對於鋅含量的測定規定下列兩種方法：第 1 法為硫化氫法，當鋅含量等於或小於 1.0% 時用之；第 2 法為以容量法結尾的汞硫化氰酸法，當鋅含量在 1% 以上時用之。

##### 第 1 法—氫硫化法

#### 12. 需用試劑：

- 1) 1:1 稀硫酸。
- 2) 濃硝酸。
- 3) 1:1 稀鹽酸和 1% 的為硫化氫所飽和之鹽酸溶液。
- 4) 50% 的酒石酸溶液。
- 5) 甲基紅指示劑，0.1% 的乙醇溶液。
- 6) 25% 的氨水。
- 7) 混合劑 A: 200 毫升蟻酸與 30 毫升 25% 的氨液相混，再加以 1000 毫升水。
- 8) 硫化鋅洗滌混合劑: 將 25 毫升的混合劑 A 加水稀釋至 1 升並以硫化氫飽和之。
- 9) 硫代氰酸汞混合劑: 將 27 克氯化汞溶解於 600 毫升水中，加入硫代氰酸鉀溶液（50 毫升水中加 32 克 KCN），再加水至 1 升，沉淀 15—20 小時後過濾。
- 10) 洗液: 將 10 毫升硫代氰酸汞混合劑用水稀釋至 1 升。

### 13. 分析程序

將 5 克合金試樣放入 500 毫升燒杯中，蓋以表玻璃。先稍微移開表玻璃，少量分批地加入 50 毫升的 1:1 稀鹽酸，溶解後，滴加濃硝酸至溶液停止起沫為止。將溶液煮沸 10—15 分鐘，加入 150—200 毫升水，並通入硫化氫 25 分鐘。

用填有濾紙漿的濾紙（白帶）過濾，將沉淀物用硫化氫水溶液洗滌 2—3 次。

將洗液與洗滌水一起煮沸，以除去硫化氫，在溶液中加入 75 毫升酒石酸，並在甲基紅指示劑在場的情況下用氨液加以中和。然後加入 25 毫升混合劑 4，並加水至 300 毫升，再通入硫化氫 20 分鐘。將帶有沉淀物的溶液沉淀 3 小時，然後用填有濾紙漿的濾紙過濾。將沉淀物在濾紙上用溫熱的混合洗滌劑洗滌 8 次。濾液和洗滌水棄去。

將洗過之沉淀物在濾紙上以 20 毫升 1:1 稀熱鹽酸溶解後，再加入 10 毫升 1:1 稀硫酸。將溶液蒸發至呈現濃厚白煙。冷卻後加入 75 毫升水和 25 毫升硫代氰酸汞混合劑。仔細混勻後，使帶有沉淀物之溶液靜置 10 小時。然後用預先稱量過之 4 號玻璃坩堝過濾，並用洗液洗滌 6—8 次。

將沉淀物在 110°C 下干燥至恒重，在干燥器中冷卻並以 ZnHg (CNS)<sub>2</sub> 形態進行稱量。

鋅的百分含量 ( $X_s$ ) 按下式計算：

$$X_s = \frac{G_1 \times 0.1312 \times 100}{G}$$

式中  $G_1$ ——沉淀物的重量 (克)；

0.1312——換算係數；

$G$ ——合金試樣重量 (克)。

鋅測定之精確度 (兩平行分析之間的允許誤差)；

鋅, %	容許差數, %
0.05—0.1	±0.005
0.11—0.3	±0.02
0.31—0.5	±0.05
0.51—1.0	±0.07

## 第 2 法—以容量法結尾之硫代氰酸汞法

### 14. 需用試劑:

- 1) 經檢驗过無硝酸存在的 1:5 稀硫酸。
- 2) 10% 的磷酸氫二鈉溶液。
- 3) 汞硫代氰化混合物: 將 27 克氯化汞溶於 600 毫升水中, 加入硫代氰酸鉀溶液 (50 毫升水中加 32 克 KCNS), 加水至 1 升, 待沉淀 15—20 小時后過濾。
- 4) 洗液: 將 10 毫升硫代氰酸汞混合劑加水稀釋至 1 升。
- 5) 濃鹽酸。
- 6) 三氯甲烷或四氯化碳。
- 7) 碘酸鉀。

標準溶液的製備方法, 是將 19.6441 克在 130°C 下預先干燥过的 KJO<sub>3</sub> 溶於水中, 再稀釋至 1 升。溶液的滴定度按金屬鋅來測定, 為此將 0.03 克的金屬鋅試量溶於 20 毫升硫酸中, 然后再像分析樣品時那樣進行。

滴定度按下式計算:

$$T_{Zn} = \frac{G}{v},$$

式中  $G$ ——鋅的試樣重量 (克);

$v$ ——用於滴定之碘酸鉀溶液數量 (5—6 測定之平均值) (毫升)。

### 15. 分析程序

將 1 克合金試樣 (如果鋅的含量在 3% 以上時, 試樣便減少至 0.5 克) 在微微加熱的情況下, 溶於 250 毫升錐形瓶中的 80 毫升硫酸中。在溶解時必須注意使溶液的體積不要減少, 在必要時則加入熱蒸餾水。溶解結束後將未溶解之銅用普通含灰濾紙濾出並用硫酸酸化過的水洗滌 5—6 次。

在至多 100 毫升的冷卻濾液中加入 10 毫升磷酸鈉溶液和 20 毫升硫代氰酸汞混合劑, 同時將液體用力混勻后, 至少靜置 1 小時之久。

將沉淀物用密致的濾紙濾出，再用洗液洗滌5—6次，然後將帶有沉淀物之濾紙放入250毫升塞有木塞之錐形瓶中，加入20毫升鹽酸和5毫升水。將燒瓶的內容物搖動至使濾紙分散成許多小塊，然後加入5毫升三氯甲烷或四氯化碳，用碘酸鉀在通風下滴定，碘酸鉀應少量分批地加入。在每次加入碘酸鉀後，將塞有木塞的燒瓶用力加以搖動。

三氯甲烷的顏色最初成為淡紫色，然後變暗，隨後即開始發亮，至等當點時便急劇地變為淡黃色。

鋅的百分含量 ( $X_4$ ) 按下式計算：

$$X_4 = \frac{v \times T_{Zn} \times 100}{G}$$

式中  $v$ ——碘酸鉀溶液數量 (毫升)；

$T_{Zn}$ ——碘酸鉀溶液的滴定度 (以鋅的克數計)；

$G$ ——合金的試樣重量 (克)。

## V. 鎂的測定

### 磷酸鹽重量法

16. 需用試劑：

- 1) 25% 和 1% 的苛性鈉溶液。
- 2) 30 毫升 1:1 稀鹽酸和 5 毫升濃硝酸的混合劑。
- 3) 1:1 稀鹽酸和濃鹽酸。
- 4) 用溴所飽和的水。
- 5) 25% 的氨水和 2.5% 的氨水。
- 6) 草酸銨飽和溶液和 0.1% 的草酸銨溶液。
- 7) 25% 的檸檬酸或酒石酸溶液。
- 8) 10% 的磷酸氫二鎂溶液。
- 9) 50 毫升水、100 毫升濃硫酸和 100 毫升濃硝酸的混合劑。
- 10) 10% 的新制過硫酸銨。
- 11) 0.1% 的硝酸銀溶液。

12) 2%的氯化鈉溶液。

13) 亞砷酸鈉標準溶液 (見第6章 [錳的測定])。

### 17. 分析程序

將1—3克合金試樣放入500毫升的燒杯中，蓋以表玻璃。先將表玻璃稍稍移開，加入25—75毫升 (按所取試樣重量而定) 25%的苛性鈉溶液。待反應漸緩後，將燒杯的內容物加熱至不再產生氫氣泡，再加入300毫升熱水。讓未溶解之沉淀物沉澱，用密致的濾紙過濾溶液，並將沉淀物在濾紙上用1%的熱苛性鈉溶液洗滌6—8次。

將沉淀物沖入200毫升的燒杯中，將濾紙先用熱的酸混合劑洗滌，然後再用熱水洗滌3次。將溶液和洗滌水裝入同樣的燒杯中。

將溶液蒸發干。燒杯稍稍冷卻後，小心加入15毫升濃鹽酸，靜置2—3分鐘。此後再加入100毫升熱水，並加熱至使所有的鹽類完全溶解。將分離出的矽酸沉淀物濾出，用熱水洗滌5—6次，將溶液與洗滌水一起裝入400毫升的燒杯中。

在總體積至多為100毫升的濾液和洗滌水 (除去矽的) 中加入10毫升溴水或是3克干燥的過硫酸銨，過10分鐘後，用氨液中和至發生氨味，並煮沸1—3分鐘。濾出沉淀物並用熱水在濾紙上洗滌5次。將濾液和洗滌水裝入燒杯中。

沉淀物必須按照上述方法加以溶解和重行沉澱。析出三價氧化物後所得之微鹼性濾液以鹽酸中和至按剛果紙微呈酸性反應，加熱至沸騰，加入10毫升草酸銨飽和溶液，並在近於沸騰的溫度下保持30分鐘。當沉淀物下沉時，便將其濾出，用0.1%的草酸銨冷溶液洗滌5次。在除去鈣後的濾液中加入3毫升的1:1稀鹽酸，然後再加入5毫升檸檬酸或酒石酸及20毫升磷酸銨復分解溶液，同時，在用玻璃棒攪拌 (不要觸及燒杯壁) 的情況下，滴加氨液至產生顯著的氨味，並繼續攪拌2—3分鐘。然後再加入10毫升氨液，將溶液攪拌2—3分鐘後，再靜置5—6小時 (最好是在夜間)。

將沉淀物用填有濾紙漿的密致濾紙濾出，用2.5%的氨液在濾紙上洗滌8—10次。將帶有沉淀物的濾紙放入預先稱過的瓷坩堝中，小心灰化，但勿使着火，並在1000°C下灼燒至恆重。放入干燥器中冷

却並加以稱量。必須與所有的需用試劑進行平行檢查試驗。

鎂的百分含量 ( $X_s$ ) 按下式計算：

$$X_s = \frac{G_1 \times 0.2184 \times 100}{G}$$

式中  $G_1$ ——沉淀物的重量 (克)；

0.2184——將焦磷酸鎂換算成鎂的係數；

$G$ ——合金的試樣重量 (克)。

檢查灼燒過的沉淀物中有無錳存在。為此將沉淀物稱量後，在加熱的情況下溶於第16條第9項所述之酸混合劑中，用過二硫酸鹽-銀鹽法測定其含量後，將錳的數量用乘以2.58的方法換算成  $Mn_2P_2O_7$ 。將所得錳的數量從鎂沉淀物的重量中減去，再把差數按上式換算成鎂。

註：在分析程序有系統的進行下，如果用电解法測定銅的數量，那末電解後的溶液就可以用來測定鎂。在這種情況下，所有關於三價氧化物的兩次沉淀作業和鈣的分离作業都與鎂的沉淀一樣，完全相同。

## VI. 錳的測定

對於錳含量的測定規定有兩種方案的過二硫酸鹽-銀鹽法：含矽量等於或小於1%的合金與含矽量在1%以上的合金。

方案 I—合金中矽的含量等於或小於1%時用之

### 18. 需用試劑：

- 1) 50毫升水，100毫升濃硫酸和100毫升濃硝酸的混合劑。
- 2) 10%的新制過硫酸銨溶液。
- 3) 0.1%的硝酸銀溶液。
- 4) 2%的氯化鈉溶液。
- 5) 亞砷酸和亞硝酸標準混合液：將13克“化學純”的  $As_2O_3$  溶於100毫升15%的苛性鈉溶液中，同時微微加熱至亞砷酸酐完全溶解。

冷卻後，加入1:1稀硫酸至石蕊微呈酸性反應，然後加入碳酸鈉飽和溶液至石蕊呈中性反應。

在中性溶液中加入預先溶解於50毫升水中的8.5克亞硝酸鈉。將溶液仔細混勻，加水至20升。

溶液的滴定度按杜拉鋁之標準試樣規定。為此取0.5克試樣溶於30毫升酸混合劑中，並按第19條繼續進行操作。

相當於1毫升亞砷酸和亞硝酸混合液之錳量( $\alpha$ )按下式計算：

$$\alpha = \frac{G \times X_6}{v \times 100},$$

式中  $G$ ——試樣的重量(克)；

$X_6$ ——杜拉鋁中的錳含量(以%計)；

$v$ ——消耗於滴定之亞砷酸和亞硝酸混合液的體積(毫升)。

### 19. — 分析程序

將0.5—1克合金試樣放入500—600毫升的燒杯中，少量分批地加入30毫升酸混合劑，蓋以表玻璃。溶解後煮沸，以便除去氮的氧化物，然後加水稀釋至75—100毫升，加入2毫升硝酸銀溶液，10毫升過硫酸銨溶液，加熱至沸騰，並繼續1—2分鐘。冷卻後加入10毫升氯化鈉溶液，用亞砷酸和亞硝酸混合液滴定至溶液的玫瑰色消失為止。

錳的百分含量( $X_7$ )按下式計算：

$$X_7 = \frac{v \times \alpha \times 100}{G},$$

式中  $v$ ——消耗於滴定之亞砷酸和亞硝酸混合液的體積(毫升)；

$\alpha$ ——相當於1毫升亞砷酸和亞硝酸混合液之錳的數量(克)；

$G$ ——合金的試樣重量(克)。

錳測定的精確度(兩平行分析之間的允許誤差)為 $\pm 0.02\%$ 。

方案 I — 合金中矽的含量在1%以上時用之

### 20. 需用試劑：

酸混合劑：500毫升磷酸(比重1.7)與400毫升濃硝酸和100毫升濃硫酸相混合。其餘試劑與第18條同。



## 21. 分析程序

將 0.5—1 克合金試樣放入 250 毫升的錐形瓶中，用 25—30 毫升的酸混合劑加以處理。待激烈反應停止後，將燒瓶放在熱爐上，時時加以攪動，同時要注意使合金的所有顆粒都為酸混合劑所淹沒。當合金完全分解，溶液徹底澄清後，便將燒瓶加以冷卻，用蒸餾水稀釋至 100 毫升。然後再和第 19 條一樣進行測定。

## Ⅶ. 鐵的測定

### 22. 需用試劑：

- 1) 濃硫酸和 1:3 稀硫酸。
- 2) 1:1 稀鹽酸。
- 3) 酸混合劑：10 份 1:3 稀硫酸和 1 份 1:1 稀鹽酸。
- 4) 鋁。
- 5) 0.05 當量重鉻酸鉀溶液。製備方法如下：取每升溶以 100 克  $K_2Cr_2O_7$ ，計算之數量，溶於熱水（90—95°C）中。將所得溶液過濾並蒸發至大約為最初體積的  $\frac{1}{4}$ ，然後在用機械攪拌器用力攪拌的情況下，放入雪或是流動的冷水中冷卻之。沉下之結晶物借水流抽氣機之助經過填有疏松薄板之玻璃漏斗或是玻璃棉（不能應用濾紙）濾出，並用冷水洗滌 2—3 次。將濾液棄去。這樣的再結晶進行 3 次。將 3 次結晶後所得之試劑放入瓷皿中，在 100—105°C 下干燥 2—3 小時，並防止灰塵侵入，然後在瓷鉢中研細後，再在 180—200°C 下干燥 10—12 小時。

將所得的細小結晶粉末，裝入橙黃色的玻璃瓶中，並以磨口塞蓋好，不要直接放在陽光下。精確地稱取 2.4520 克製備好的試劑，放入 1 升的量瓶中，加入 100 毫升溫水（40—50°C），待溶解和冷卻後加水至刻度。

重鉻酸鉀溶液對於鐵的滴定度，即是 1 毫升已製備的重鉻酸鉀溶液相當於 0.002792 克的鐵。

製備大量的重鉻酸鉀溶液（若干升）時，其滴定度可按工業用之純鐵測定。