

目 录

前言	3
第一章 分析在土法炼铜工作中的重要性	7
第二章 分析工作所必需的仪器设备及其使用	11
第三章 基本操作技术	26
第四章 分析方法	35
第五章 分析天秤的使用, 重量法测定简介	47
附录一 安全简则	59
附录二 必需的仪器设备	60
附录三 需用药品	62

前 言

自党中央发出大办铜铝工业的指示后，全国已经掀起了土法炼铜的高潮。炼铜工作中的选矿与冶炼需要分析配合。中国科学院矿冶研究所成立了土法炼铜工作组，在全国各地进行工作。为了有力的展开工作，在分析方面，根据实地了解的野外条件与土法炼铜的需要，拟制了简易的野外分析方法。我们准备把它介绍出来。由于分析工作是一项专门技术，假若只笼统的把分析方法介绍出来，土法炼铜的铜矿未必就能应用。所以我们就以曾拟制的分析方法为中心内容，加以扩充，从简单的分析仪器设备讲起，较全面的通俗的叙述一下土法炼铜所必需进行的分析工作，写成这本小册子。土法炼铜的铜矿只要花不多的钱，购置一些最简单的必要仪器设备，派高中或初中程度的同志至有关机构受短期（半月至一月）的训练，按这本小册子所述进行工作，就可以自行解决分析问题。无疑，这对土法炼铜事业的开展是有好处的。这是我们写这本小册子的原因。小册子也可以供在野外进行分析的工作者参考。

小册子的对象是准备自行解决分析问题的铜矿，这是小册子内容的最根本的依据。由于农村条件的限制，完全搬用正规实验室的一套仪器设备与方法是不恰当的。应当愈简单

愈好。在这方面，我們注意了这样几点：

一、不用重量法，都用容量法。因为（1）分析天平較貴。且保管不当，容易损坏。因此，在目前建議使用分析天秤，恐怕不妥。較精确的称量用公分手秤（俗称戥子）。其最大度量为1克。最小度量为0.01克（10毫克）。称量誤差最小为±10毫克。用重量法測定，誤差太大，不能滿足对准确度的要求。（2）重量法需要高溫長時間灼烧，需要干燥器。而一般說来，又比較慢。（3）用公分手秤称量1克試样，其称量相对誤差約为1%。用容量法进行測定（直接滴定待滴定的溶液或将待滴定的溶液冲于容量瓶中，移取等分部份进行滴定），可滿足对准确度的要求。（4）分析方法只限于容量分析，便于分析工作人員很快掌握。

二、采用的容量法愈簡單愈好。应尽可能采用同一操作溶液。基准物質应尽可能用同一个。这利于分析人員很快熟悉，又減少了藥品的种类。

一般說来，配合土法炼銅需要分析五个成份：銅(Cu)、鉄(Fe)、硫(S)、氧化鈣(CaO)与二氧化硅(SiO₂)。我們准备用高錳酸鉀(KMnO₄)測定Fe和CaO；氢氧化鈉(NaOH)測定S和SiO₂；硫代硫酸鈉(Na₂S₂O₃·5H₂O)測定Cu。高錳酸鉀法、碘量法与酸碱滴定是容量法中比較容易掌握的几种方法。

用精确称量过的草酸(H₂C₂O₄·2H₂O)标定KMnO₄操作溶液和NaOH操作溶液。用精确称量过的銅粉标定Na₂S₂O₃操作溶液。如果用管装的1/10 N或1/100 N的Na₂S₂O₃·5H₂O則不必用銅粉标定。精确称量需用分析天秤(称准至0.0001克)。可至有分析天平的地方称取若干份

$H_2C_2O_4 \cdot 2H_2O$ 与銅粉，封于小試管中保存备用。假若实在找不到精确称量的地方，可以采用下述方法：在标定时，称取 1 克 $H_2C_2O_4 \cdot 2H_2O$ 或銅粉，溶解后，冲于 250 毫升容量瓶中，稀释至刻度，搖匀。吸取 25 毫升，用以标定。

这样选择的分析方法，当然有其缺点。如测定 SiO_2 最好用塑胶的器皿，这是不太一般的。但我们认为这样选择的分析方法，优点是相当多的。

三、能用同一药品者，不使用两种药品。能使用同一种器具者不使用两种器具。例如在测定 SiO_2 时，使用氟化钾 (KF) 较好，在测定 Cu 时使用氟化钾 (KF)、氟化钠 (NaF) 或其他氟化物皆可，那就选择采用 KF。又如有些分析步骤中用烧杯较好，另一些分析步骤中用烧杯或锥形瓶皆可，则只使用烧杯。如此可减少药品器材的种类。

四、加热可用酒精灯，以硷熔融试样，可用酒精喷灯。

五、试样的干燥可采用自然干燥（风化、太阳晒），或者以小火炒干试样。

六、研磨试样可先用药碾（一般乡镇里的中药铺都有）碾碎，然后再用玻璃研钵或玛瑙研钵研碎。

七、实验中的用水，可把当地水煮沸，澄清后使用。

由于所采用的仪器设备不是正规实验室中的一套，这必然影响到分析的准确度。但我们认为只要操作正确，分析结果的误差不会很大，可以满足对准确度的要求。要求分析结果准确度很高是没有多大意义的，因为一般所取的试样不可能是平均试样（即使铜矿尽力使所取试样有代表性，也很难可能是真正的平均试样）。在土法炼铜的工作中，只要求提供分析的大致结果。

鉴于不是应用正规分析室内的一套仪器设备和方法，因而在其他与之有关的问题，如分析基本操作，就不能完全“正规”化。只是要求在条件允许下，尽可能的严格。

这本小册子主要为了实用。在仪器设备及其使用，分析基本操作技术诸章中只提及在分析工作中实际用到的东西和知识。另外，由于考虑到，分析工作向正规方向发展是必然的。因此，对分析天秤及重量法测定也作了一些简单的介绍。

这本小册子如有错误及不妥之处，诚恳的希望同志们提出意见和批评。

第一章 分析在土法煉銅工作中的重要性

為了保證生產能正常進行和不斷提高銅的實收率，開展分析工作是非常必要的。

雖然不能說，沒有分析工作就不能生產，但可以說，沒有分析工作就等於閉着眼睛生產。很容易打被動仗。一個銅礦，礦石的成份常常有不同的變化，因而熔煉時配料的比例也應有相當的變化。否則熔煉時可能出故障或者爐渣含銅太高造成損失等等。究竟會出什麼毛病，沒有分析工作，我們就很難估計和掌握。

我們知道，搞煉銅的任務，不但要能煉出銅來，而且要把礦石中的銅達到最大限度的回收。假若我們要知道，渣含銅多少，回收了多少，回收率不高的原因是配料不當或者是操作問題，那麼，沒有分析工作的配合是不行的。

另外，我們處理硫化礦，也會發生一系列的問題：硫化礦含多少硫？焙燒後還含多少硫？焙燒礦冶煉後得到什麼樣的产品？冰銅有多少？是含銅多高的冰銅？假若通過分析知道了焙燒礦中硫的含量，其他一切都可以估算出來。

在土法煉銅的工作中，我們不能像大工廠那樣建立一個很大的分析部門。我們搞土法，就應該因陋就簡，分析的样品不應太多，每選擇一個样品應有它明確的目的和意義。

在土法煉銅工作中，怎樣選擇样品？需分析那些成份？每次分析要說明什麼？下面舉例說明。

一、矿石或精矿及熔剂(铁矿石和石灰石)的分析。

冶炼的第一步就是要配料。配料的目的是使爐料中所含的各种成份适当，使在熔炼时，所有的废石成份如二氧化硅、铁、氧化钙与三氧化二铝等能很好的组合，造成熔点不高、比重轻、粘度小、与铜能很好分离的爐渣。要正确的配料，首先就要知道矿石中这些成份的含量，由此才能确定需要加多少石灰石和铁矿石。因而就必须对矿石或精矿进行分析。

所分析的矿石或精矿，应尽可能有代表性。不应是只拣好的或只拣坏的。应从一堆矿石或精矿中，到处拿一点。这样一次可能取几公斤，把它打碎，掺合好，弄成平堆，分四半，取对角的两角。将取好的再掺合好，用同样的办法再取。这样取的样品就有一定的代表性，就可以分析了。

对矿石或精矿，应主要分析那些成份呢？根据配料需要，分析以下几个成份就够了：铜(Cu)、二氧化硅(SiO_2)、铁(Fe)与氧化钙(CaO)。这些成份不是要经常分析的。只要矿石成份变动不大，开始冶炼前分析一次就够了。以后根据情况的变化，感到需要重新配料时再进行分析。

怎样根据分析的结果进行配料，这是冶炼工作人员的事。在这兒略略提一提，以说明分析结果的作用。

假如经分析知道矿石主要成份为： SiO_2 50.5%；Fe 6.2%；CaO 1.3%； Al_2O_3 10.4%。这些成份在冶炼时都是造成渣的。但这种渣的成份不合乎要求，因为含 SiO_2 太高了。 SiO_2 太高，则渣熔点就很高，也太粘，对炼铜会造成很大困难。所以需要配渣。根据这种矿石成份，我们要把它

配成所希望的渣。例如，我們所希望的渣成份假定为： SiO_2 40%；Fe 15%；CaO 15%。为此，我們可根据矿石中的 SiO_2 来决定产出的渣量，根据渣量再求大致Fe与CaO的需要量。則：

$$100 \text{ 公斤 矿石造成的渣量} = \frac{50.4}{40} \times 100 \text{ 斤} = 126.2 \text{ 斤}$$

所希望造成的渣中含Fe 15%，故在126.2斤渣中含Fe为：

$$126.2 \text{ 斤} \times \frac{15}{100} = 18.9 \text{ 斤}$$

原来矿中含Fe为6.2%，所以需加入Fe量为：

$$18.9 \text{ 斤} - 6.2 \text{ 斤} = 12.7 \text{ 斤}$$

同样，所需加入CaO的量为：

$$126.2 \text{ 斤} \times \frac{15}{100} - 1.3 \text{ 斤} = 17.6 \text{ 斤}$$

假若我們用作熔剂的铁矿石含Fe 60%，石灰石含CaO 54%。則需加入铁矿石 $\frac{12.7}{0.6} = 21.1 \text{ 斤}$ ；石灰石 $\frac{17.6}{0.54} = 32.6 \text{ 斤}$ 。

二、爐渣的分析

冶炼的爐渣成份常常发生变化。我們搞炼銅的人必須經常掌握这些变化，使渣的成份总是合乎要求，使渣的含銅量达到最低。

爐渣所需要經常分析的成份是銅。在一般情況下，爐渣其他成份并不需要經常分析，只要在冶炼时，流动性很好，

不出什么毛病，經常掌握渣含銅量就可以了。当爐渣的銅含量高了（含量超过 0.3%）就应設法降低，或在冶炼时渣的状况不够正常，我們就应取爐渣試样多分析几个成份，找出原因。通常需要分析 SiO_2 、Fe 与 CaO 。这些成份如果不合乎要求，需按冶炼情况加以調整。

以上所談主要是冶炼工作很需要分析工作配合。同样，选矿工作也很需要分析配合。含銅量太低，不能冶炼，这是众所周知的。选矿的任务在于精选矿石，使在精矿中銅含量較高而可以冶炼。选的好坏，不通过分析是不知道的。在土法炼銅工作中，选矿方面主要只考虑原矿、精矿与尾矿銅的含量。因此，給予分析的任务只是分析銅。

从以上所述表明，分析在土法炼銅的工作中是很重要的一环。它的重要性就好比人的眼睛一样。

第二章 分析工作所必需的仪器 设备及其使用

进行分析工作需要一些仪器设备，下面介绍一些最必需的仪器设备。

§1. 药 碾

如图1所示。一般乡镇里的中药铺都有。是生铁铸成的，较硬。用它粉碎较大颗粒的试样。



图 1 药碾

把药碾的各部份洗净，干燥。把较大的颗粒试样放在碾中，用力研碎。颗粒研碎的过程中，有些颗粒可能会跳出来。应当尽量避免跳出。跳出的颗粒，落在脏的地方，就被沾污。不必将其拾回碾中。碾完试样以后，应把碾槽碾滚打扫干净。一般说，用扫试样刷多次扫刷，就可以干净。如有必要，用水洗净而后干燥。

§ 2. 玻璃研鉢



图 2 研鉢

如图 2 所示。由玻璃制成。壁較厚。同时，先把鉢錘与鉢內洗淨，干燥。把被药輾輾碎的試样顆粒用牛角勺勺取少量放入研鉢中，以左手蓋鉢，右手用力研磨。研到用手觸摸試样无粗糙感觉为止。研得愈細愈好。愈細，試样分解愈容易。在研另一个試样之前，必須把研鉢打扫干淨。不可把試样放在脏的研鉢中研磨。

§ 3. 瑪瑙研鉢

由瑪瑙制成。很硬，化学性質安定。因此，用瑪瑙研鉢最后研細試样是最好的。其形状如图 2 所示。在研新的試样以前，必須把它打扫干淨。瑪瑙研鉢較貴重，价格高。

§ 4. 公分手秤

如图 3 所示。俗称等子。最大的度量为 1 克。其上等分为 10 大格，每大格相当 0.1 克 (100 毫克)。每大格中又等分为 10 小格。每小格相当 0.01 克 (10 毫克)。因此，用它进行称量，可以准至 0.01 克。它是較精密的称量工具，应很好爱护。不用时，放在盒中。手秤的各部分应保持清洁。使用时，先把盘子正当的放好，絲綫不可乱纏在一起。提取秤毫，把秤錘放在零处。視其是否水平，如不水平，可調节杆前端的螺絲，直到水平为止。然后用牛角勺勺取研細

的試样于盘中，把秤錘放在所需的重量处。如果秤杆不水平，則适当的減少或增加試样（秤錘向上撓，应減少試样；反之，应增加試样），直到秤杆水平为止。取下盘子，用扫試样刷把試样傾入其他器皿中。

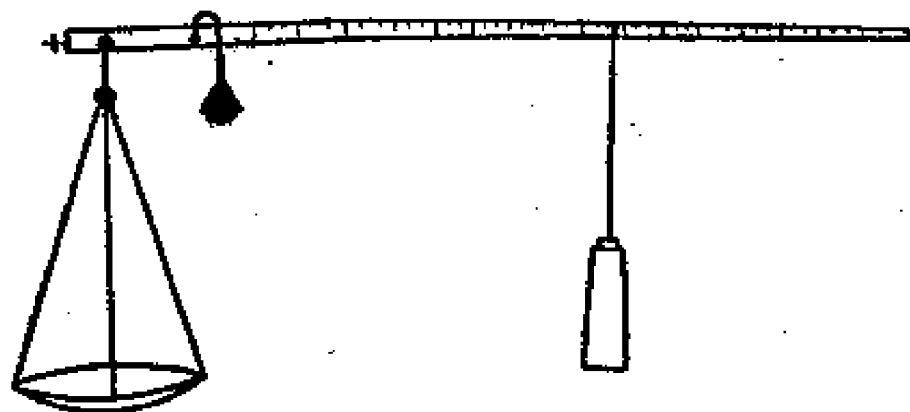


图 3 公分手秤

公分手秤較灵敏，应尽量避免不好的因素对它的影响。例如，风很大，秤杆就会上下起伏很厉害，无法視其水平与否。因此秤量应在无风的地方进行。同样道理，人的較深呼吸对秤量也会发生不良影响。秤量也不应在距热源很近的地方进行。

§5. 粗天平

又称台秤。它的种类較多。只介紹一种，如图 4 所示。其最大度量为 100 克。砝碼分为 50 克、20 克、10 克和 5 克。此外，还有一游碼，可在两盘間下部的刻度尺上移动。刻度尺分 5 大格，每格相当 1 克。每大格中有 10 小格，每小格相当 0.1 克。因此，它的最小度量为 0.1 克（100 毫克）。

不太准确的称取藥品，可在右盘上放砝碼，移动游碼，

使砝碼与游碼所指的重量之和为所需的重量。取藥品于左盘上,直至平衡为止。一般称藥品时,在左盘上放一小块薄紙,把藥品放在紙上,因为藥品会沾污盘,且有可能浸蝕盘子。为了較准确起见,在右盘上亦放同样一小块薄紙。

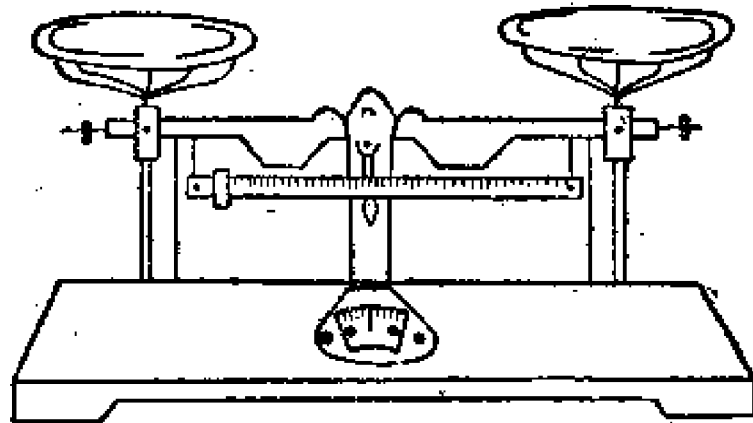


图 4 粗天平

§ 6. 烧 杯

如图 5 所示。烧杯由化学玻璃制成的。按其容量分有多种。一般最常用的是 400 毫升与 250 毫升的。



图 5 烧杯

烧杯在使用前要洗干净。最好在每次用后就洗干净。先用水洗,用刷子除去粘附在杯壁上不溶于水的物质。如果把水倾出以后,看到烧杯内壁有小水珠,则说明粘有油脂膜。沾的油脂膜,往往是由于用手摸擦内壁所造成的。必须把油脂洗掉。为此,涂以肥皂,用刷子刷,而后用水冲洗。对于特别污脏的烧杯,可用洗液(5克重铬酸钾溶于10毫升热水中,冷却后,以浓硫酸稀释至100毫升)洗。沉淀过Fe的烧杯最好用粗盐酸(HCl)洗。用洗液或粗HCl洗,应使其润

到烧杯内壁的各处。洗完后，洗液或粗 HCl 应保存，备以后再用。

烧杯洗净后，要用煮沸澄清后的水冲洗三、四次。不可用抹布擦内壁，因为这样会在已洗净的烧杯中又带进了脏的东西，至少会带进一些纤维。用煮沸澄清后的水冲洗过的烧杯可放置在抽屉内。或者放在桌面上，但要盖上干净的白布或纸。

其他玻璃器皿的洗净方法，大致与此相似。

由于氢氟酸 (HF) 会浸蚀玻璃，所以分析 SiO_2 时，含有 HF 的溶液不可盛于玻璃烧杯内。用塑胶烧杯或塑胶 (电木) 碗代替它是最好的。塑胶杯可用盛放 HF 的瓶子割锯制成。塑胶碗可以买到。如果塑胶杯或碗都没有，可用于玻璃烧杯内壁涂一薄层石蜡的玻璃烧杯。

§7. 坩 埚

如图 6 所示。坩埚有瓷制的、铁制的、银制的与铂制的等等，最常用的是前二种。大小也有多种，一般用 30 毫升的。

坩埚洗净后 (一般说，铁坩埚不允许用酸洗)。必要时，可用稀酸洗。用坩埚钳夹放在干净的泥三角或石棉网上，用酒精灯烤干就可以用了。



图 6 坩埚

§8. 表面皿

如图 7 所示。又叫表玻璃。用于复盖烧杯和漏斗等。表玻璃要比平面玻璃好。凹面向上，可以放得很稳定。此外，

在发生气体时，必然会造成溶液飞溅。这些溅沫逐渐汇合流到表面皿中而后滴回烧杯。



图 7 表面皿

表面皿大小有很多种，复盖 400 毫升与 250 毫升的表面皿以直径为 11 厘米与 9 厘米的为宜。

§ 9. 漏斗与漏斗架

如图 8 所示。一般漏斗为玻璃制成的。有长颈短颈之分，直径不同之别。一般常用的滤纸为 11 厘米和 9 厘米直径的。一般常用的漏斗直径为 5 厘米至 6 厘米。一般的说，长颈漏斗较短颈漏斗过滤快。漏斗的角度在 60° 左右。整整 60° 角度的漏斗最好，因为滤纸可很方便的放进去。

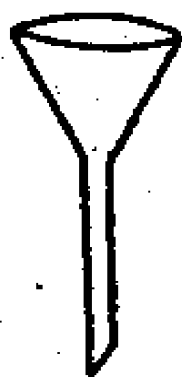


图 8 漏斗

因为 HF 对玻璃有浸蚀作用，在分析 SiO_2 时，过滤含有 HF 的溶液，不能用玻璃漏斗。可改用塑胶漏斗。假若没有塑胶漏斗，则应在玻璃漏斗上与漏斗颈上部涂以薄层石蜡。

在过滤时，漏斗放在漏斗架上。漏斗架是木制的。形状如图 9 所示。这样的木制品，农村有条件自制。

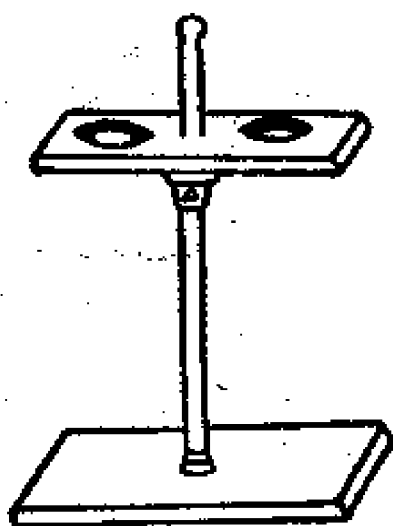


图 9 漏斗架

§ 10. 搅棒

倾出液体或搅拌时，要使用搅棒。一般它的长度应比烧杯长 5 至 7 厘米，直径为 4 至 6 毫

米。

搅棒是把长的玻璃棒截断制成的。为此，可用锉子或打破的瓷坩堝的锋利稜边拉锯，而后用两手拿起玻璃棒，讓伸直的两个拇指互相靠近并恰好对锉痕，然后折断。折断时，两手輕輕的向两边拉一下，这样可使折断处的两个鋒銳面不受损伤。折断玻璃棒时，只要大胆細心，不致割破手的鋒銳的断面应放在灯焰中熔化，一面熔，一面旋轉，至使搅棒呈圓状为止。

因为HF会浸蝕玻璃。在分析 SiO_2 时，搅拌或傾出含有HF的溶液，不能用玻璃棒，可用塑胶筷代替。或在玻璃棒上涂以一薄层石蜡。

§ 11. 洗 瓶

洗瓶可用250至500毫升的平底烧瓶或錐形瓶做成。用錐形瓶做成的洗瓶如图10所示。选择适合的橡皮塞，打上两个孔。插入两玻璃管。孔的大小应恰使玻璃管插入，不可太大。通到瓶底的玻璃管要在上部弯成 60° 至 70° 的角。玻璃管端套上刚好合适的橡皮管，橡皮管的另一端套上噴嘴。制作噴嘴，可用玻璃管一小段于灯焰上，一面轉动一面烧玻璃管，直至发紅，而后离开火焰，拉长。在拉細部分切斷，然后再切斷另一头。另一玻璃管弯成 100° 至 110° 的角，插入瓶內的一端不必太长，刚穿过橡皮塞即可。

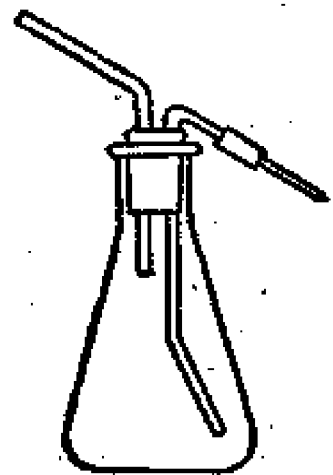


图 10 洗瓶

使用时，从洗瓶的短玻璃管中用嘴鼓气（不能漏气）至瓶中，用拇指根部、无名指和小指握住瓶颈靠瓶口处，用食指和中指操縱洗瓶的噴嘴，液体的細流就从另一玻璃管中流出到所需要的地方。

市场上可以买到的洗瓶与上述用平底烧瓶或錐形瓶自制的洗瓶不同之处是，有一磨口的瓶塞，塞上有两个玻璃管道，沒有可用手操縱的一段橡皮管。用它装酸性洗滌液是很好的。

在短玻璃管端插一段橡皮管，对鼓气的省力是有利的。要使洗瓶水流不断，不必不断鼓气。可在鼓气一段时间后，閉住嘴，咬住橡皮管，不使玻璃管与外界大气相通即可。

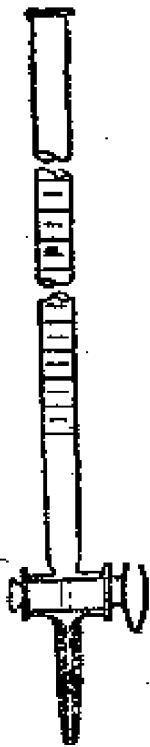


图11 滴定管

§12. 滴 定 管

种类很多。为細长的玻璃管，上有刻度，表明体积。一般用25毫升或50毫升的，其上每1小格相当0.1毫升，0.01毫升可以观擦其間隔估計出来。流出溶液的节門可以用金属夹，这称为碱式滴定管，因为常用以装碱性操作溶液；也可以用玻璃活塞，如图11所示，这称为酸式滴定管，因为常用以装非碱性操作溶液。

在使用碱式滴定管时，开启金属夹要小心，必須使液体一滴一滴的流出。特别是在接近終点时，更应小心。在使用酸式滴定管前，应把活塞取出洗净干燥后，涂以薄层凡士林，要使活塞的开閉很自如，并且不漏水才行。

在使用滴定管前，要洗净滴定管。可用肥皂水，或用洗液，或用盛有纸屑的水放在其中摇动以洗净它。以后把操作溶液注入滴定管，放到零点。就可以进行滴定了。有一个需要注意的事情，即要检查酸式滴定管活塞下面或者碱式滴定管的橡皮管内有无气泡，必须把气泡赶掉。

应该正确的读出滴定管中液面所在刻度(至0.01毫升)。在滴定管中的液面是凹的弯月面。在开始练习看读数时，可用一白纸放在滴定管后面，深色的弯月面就清晰的显出来。把目光准确的放在液面的水平面上，看深色弯月面的底边刻度即是正确的读数。如图12所示。目光一定要在液面的水平面上。否则就会读出不正确的数。精确的看细管中的刻度如看容量瓶或吸量管的刻度，都应该这样看。

开启节门应该用左手，用右手是不好的。

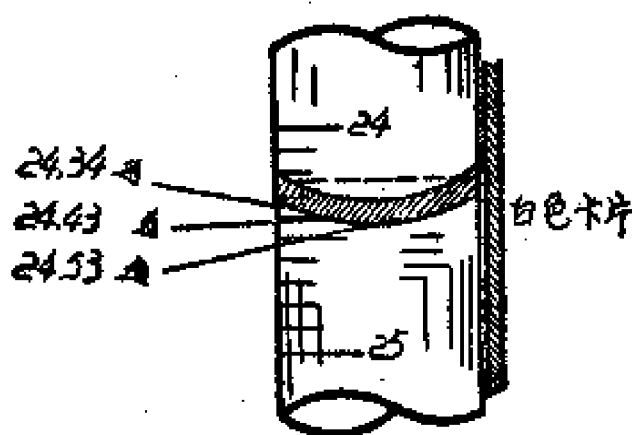


图 12 正确的看滴定管读数

24.43为正确读数；24.34与24.53
为不正确读数



图 13 容量瓶

§13. 容量瓶

如图13所示。大小各有不同，常用的为1000毫升、250

毫升与100毫升。在容量瓶的细颈上有一刻度，这表示液体冲至此刻度，就是瓶上所注明的体积。

§ 14. 吸 量 管

又称移液管。如图14所示。是用以放出一定的固定体积液体的器皿。管上端有刻度，液体恰好充至此处时，其体积即为管上所示的体积。常用的吸量管为50毫升、25毫升与10毫升的。

吸取定量溶液时，把吸量管伸放到待吸的溶液中，用嘴从吸量管上口吸出空气时，液体就会进入管内。至液体进至刻度稍上，很快用食指盖住管的上口。然后微微开启手指，使液体慢慢下降至恰在刻度时，立刻紧闭手指。先把食指微微沾湿，会对这一步正确的操作有帮助。

吸量管内的液体移到另一容器时，应垂直的拿着它，让它紧靠容器的内壁，开启食指，让液体沿壁流下。液体流完后，待15秒至30秒（每次等待相同的时间），再把吸量管拿出来。留在吸量管内的少量液体，不可吹出来。

§ 15. 量筒或量杯

为了大略量取各种不同体积的液体之用。量杯如图15所示。一般常用50毫升、20毫升与10毫升的。

§ 16. 酒 精 灯

如图16所示。用于一般加热。要求温度很高，酒精灯是不适用的。用酒精灯加热时，把它放在铁三脚架下，铁三脚架上盖一石棉网，把要加热的东西放在石棉网上。点燃酒精灯，

調節其高度，使其火焰上半部完全直接燒到石棉上。不用時，應該用燈蓋蓋滅火焰，不可用嘴吹。



圖14 質量管

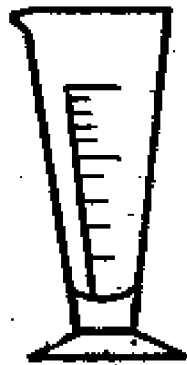


圖15 量杯

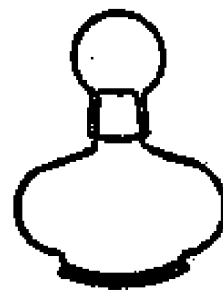


圖16 酒精燈

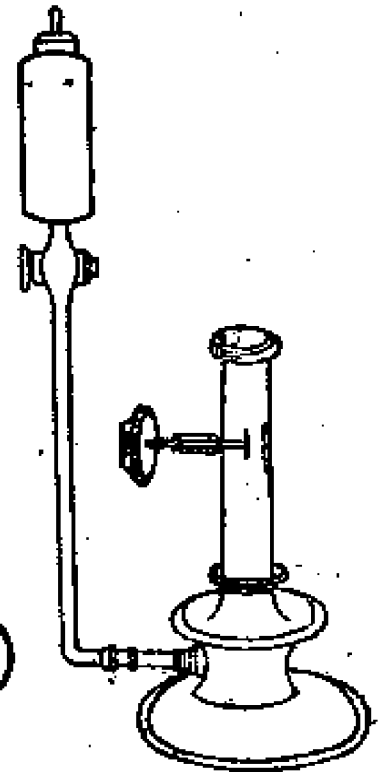


圖17 酒精噴燈

§ 17. 酒精噴燈

如圖 17 所示。酒精噴燈聯以橡皮管，橡皮管的另一端聯以小鐵筒，內盛工業酒精。一般把小鐵筒懸掛于高处。

在需要高溫時，用酒精噴燈。使用時，旋開鐵筒的開關，倒工業酒精于燈台上，點燃。將要燃盡時，旋開噴燈開關，點燃噴燈。如點不燃，應關閉噴燈開關。再倒些工業酒精于燈台上，點燃。將要燃盡時，再旋開噴燈開關，點燃噴燈。

§ 18. 其 他

一、铁三角架

如图18所示。农村有条件自制。

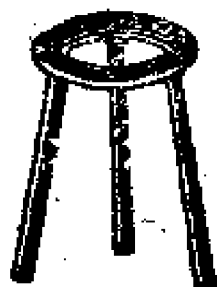


图 18 铁三角架

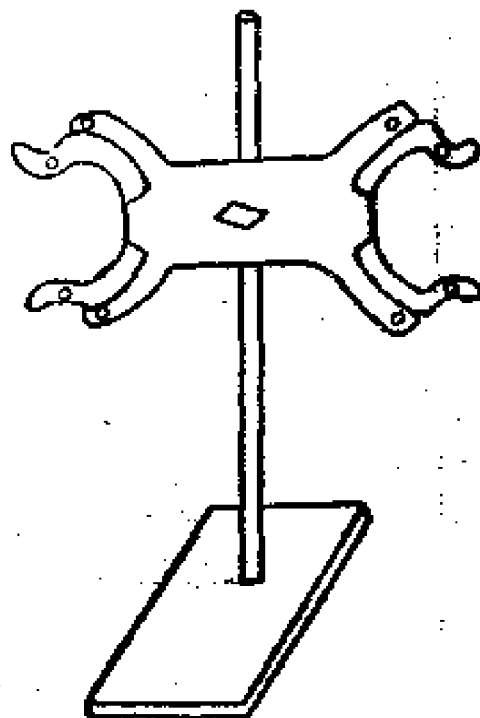


图 19 滴定管夹夹于铁台的直立柱上

二、滴定管夹

如图19所示。用于夹滴定管。

三、坩埚钳

如图20所示。用于夹坩埚。

四、烧杯夹

如图21所示。烧杯加热后很烫手，故用它夹烧杯。

五、铁 台

如图19所示。滴定管夹要安装于铁台的直立柱上。在乡村可制木台来代替。



图 20 坩埚钳

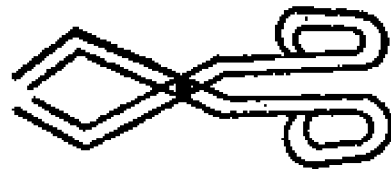


图 21 烧杯夹

六、水浴锅

如图22所示。用铜、铅或铁制成。上面有一圈圈的环，便于放不同直径的器皿，而又不使在加热时产生的水蒸气从其他地方跑掉。

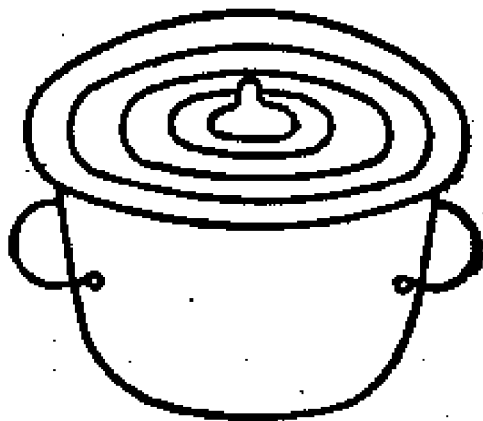


图 22 水浴锅

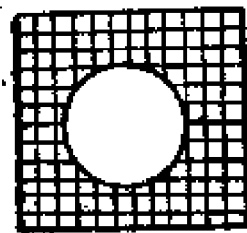


图 23 石棉网

七、石棉网

如图23所示。为一铁网，中心一块为石棉，石棉耐高温。所以加热的物品常放在石棉网上。石棉网的作用还在于把热较均匀的散在网的各处。

八、泥三角架

如图 24 所示。坩埚常放于其上加热。

九、扫试样刷

用于扫试样。如图 25 所示。

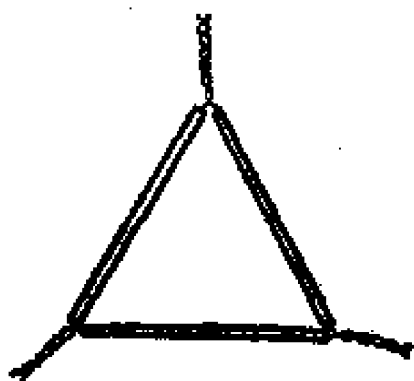


图 24 泥三角架

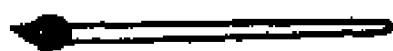


图 25 扫试样刷



图 26 毛刷

十、毛 刷

用于洗涤器皿。如图 26 所示。

十一、牛角勺

如图 27 所示。用于勺取试样、药品等。

十二、玻璃三角架

如图 28 所示。为用玻璃棒制成。架的一角玻璃棒伸出，三角架的每个角约为 60° 。边的长度应该恰好使其放在烧杯上为佳。弯成此三角架可如此进行：取玻璃棒一节，预先确定边长，把要弯的地方放在喷灯上一面烧，一面转动，使其红融。把玻璃棒离开火焰，弯成所需要的角度。

十三、小 試 管

如图29所示。可装少量药品。用小塞子塞紧。以直径较大的玻璃管用火封闭一头可代替小试管。



图 27 牛角勺



图 30 滴瓶

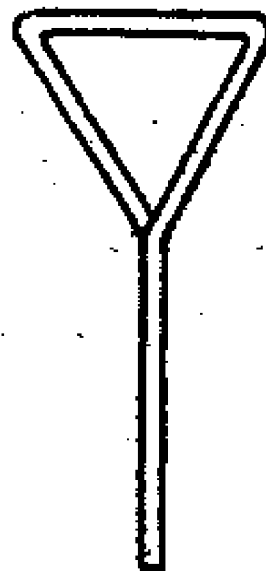


图 28 玻璃三角架



图 29 试管

十四、滴 瓶

如图30所示。用于装指示剂溶液或酸、碱的溶液。

十五、滤 纸

种类很多。有定性滤纸与无灰滤纸（又称定量滤纸）的区别。一般用定性滤纸。在进行重量法测定，要被灼烧和称量的沉淀应过滤于定量滤纸上。定量滤纸有很多种。英国货№42、德国货5893、日本货№6较密。英国货№40或41、德国货5891、日本货№4以下较疏。目前，北京已在生产定性定量滤纸。

第三章 基本操作技术

基本操作技术的訓練是非常重要的。这是保証分析結果准确的必要条件。对于一个操作有錯誤的分析人員，即使用了最好的方法，有最好的客观条件，也不可能得到准确的結果。初参加分析工作的人，一定要按照所述的規則进行分析，决不能随心所欲。根据具体情况，某些操作是有其灵活性的。但不太熟練的分析人員决不要毫无根据的灵活采用分析操作方法。第二章中关于仪器設備的使用也是基本操作技术。为了說得具体而易于被了解，我們再以經典方法測定CaO为例补充說明分析的一些基本操作技术。希望讀者能举一反三，在其他成份測定中正确地应用这些基本操作技术。

§ 1. 試样的干燥

爐渣是干的，可不干燥。原矿、精矿与尾矿往往是湿的，需要干燥。可把試样盛在干净的器皿中，放于太阳下晒或自然风化（刮大风不可）或者于小火上，用牛角勺炒干。在炒干的过程中，应竭力避免过热。

§ 2. 試样的粉碎

把干燥的試样放在药碾中研碎，而后于玻璃研钵或瑪瑙研钵中研細，至无粗糙感觉为止。参看第二章§ 1、§ 2、§ 3。

§ 3. 試样的称取

应该称取多少试样呢？照說应该由估計試样的大致含量而計算決定。如估計CaO为20%。最后用約 0.1 KMnO₄ 操作溶液滴定消耗約20毫升，則大約相当50毫克的CaO。所以应该取試样50毫克 $\times \frac{100}{20} = 250$ 毫克。假若有分析天平，精确的称量 0.2 克至 0.3 克即可。但是若沒有分析天平，用公分手秤称0.25克，那么称量的相对誤差太大了。相对誤差最小为 $\frac{0.01}{0.25} \times 100\% = 4\%$ 。这是不允許的。因此，为了尽量减低称量相对誤差，应尽可能多称試样。可称取 1 克試样。在最后滴定时，可把待滴定溶液冲于 250 毫升容量瓶中，抽取 50 毫升进行滴定。

用公分手秤称量的方法，参考第二章 § 4。

§ 4. 試样的熔融

試样用过氧化鈉 (Na₂O₂) 熔融。熔融应极为仔細的进行。必須保證試样完全熔融，而且在熔融的过程中不允許有任何丢失（如濺出）。否則就不能得到准确的結果。

把試样用試样刷从公分手秤的盘上完全的扫入30毫升鉄坩鍋中。試样不得有任何丢失。加入 5 克至 8 克的Na₂O₂，用一端拉細的玻璃棒搅拌Na₂O₂与試样，使两者混合較为均匀。再在其上鋪一薄层Na₂O₂。用无灰滤紙一小块，擦淨玻璃棒細的一端，放入坩鍋中。

把酒精噴灯点燃，酒精噴灯放在泥三角架下，泥三角架

放置在鉄三脚架上。先用小火，慢慢地把 Na_2O_2 熔化。 Na_2O_2 的颜色由黄而棕而黑，繼則熔化。最好把坩埚傾斜于泥三角架上，使坩埚壁附近与上面的 Na_2O_2 先受热。在熔化的一瞬间，应特別注意，此时往往容易飞溅。为避免飞溅而損失，可用坩埚鉗夹住坩埚，在离火焰的較上位置处幌动。用小火焰，盖上坩埚盖，亦可避免飞溅。待完全熔化后，一般說不致飞溅而比較平穩。可用大火燒坩埚，直至溶液通紅，坩埚壁及底部沒有粒状試样时为止。在幌动坩埚的过程中，試样被带至坩埚上部。必須使这部份試样也完全熔融，可傾斜坩埚使它熔融，或者幌动溶液使經其上而熔融。

整个熔融过程約需5至10分鐘。

§ 5. 坩埚的浸出

把坩埚放至近冷。假若坩埚外壁被显著沾污，可用扫試样刷拭刷干净。而后放入盛有100毫升水的400毫升烧杯中，立刻盖上表面皿。在一般情况下，此时熔融物与水剧烈作用，液滴四溅。假若作用緩慢（当熔融时间过长往往会发生这种情况），則可在酒精灯上微微加热，注意不得使其因瀾沸而丢失。当熔融物脫离了坩埚壁后，用左手执玻璃棒托起坩埚于液面之上。用洗瓶中的热水冲洗坩埚外壁至无熔融物。以左手拿着坩埚外壁，使其口傾下，用热水吹洗坩埚内壁，并使液滴沿玻璃棒流下。如果在坩埚壁上附有熔融物，可用帶有橡皮头的搅棒擦，并再用热水吹洗下来。把坩埚盖直立靠在烧杯壁上，洗净盖的上部。拿着洗净的部份，取出液面，用热水吹洗干净。必要时，亦可用帶橡皮头的搅棒擦而后吹洗干净。

坩堝取出后，看烧杯底部，如有试样残渣，则说明没有熔好，应该作废。底部常常有铁坩堝剥落的铁碎片，不要把它看为试样的残渣。

§ 6. 溶液的酸化

用 筒量取 HCl 25 毫升，沿杯壁慢慢地倒入。或者沿搅棒倒入。这一步操作可这样做：一手拿着搅棒，搅棒的下端浸入液体中，另一手拿着盛有 HCl 的量筒紧靠搅棒倾倒，使液体沿搅棒流下去。一面加入，一面搅拌，25 毫升 HCl 加完后，如液体仍显浑浊，可再加入 HCl，直到液体完全澄清，并过量少许。

§ 7. 溶液的蒸干

把玻璃三角架放在烧杯上，表面皿放于玻璃三角架上。把烧杯放在酒精灯上蒸发。无论如何，不应使液体沸腾。为保证这一点，最好用水浴来代替酒精灯直接加热。用水浴锅盛水，煮沸水以造成水浴。如无水浴锅，可用稍大于盛溶液的烧杯以代替。在液体快要蒸干时，一定要使用水浴，不应用火直接加热。

当蒸干时，取下用搅棒捣碎残渣。再继续蒸 1 小时。取下烧杯，倒入 HCl 5 毫升，使其润湿残渣的每一部份。再蒸干。

§ 8. 过滤除去 SiO_2

加 5 毫升 HCl 于烧杯中，加水 30 毫升或更多一些。加热煮沸，同时搅拌，至可溶物完全溶解。这时可以看到白色

的悬浮状物 (SiO_2)。

准备好漏斗。取定性滤纸一张，折迭好。折迭滤纸的办法是：首先沿着直径折起，使其圆边重合。接着折第二折，折的角度应以漏斗的角度而定，使滤纸完全紧贴漏斗壁。把滤纸放在洁净干燥的漏斗上，用手指按住，并以水湿润。把滤纸微微提起，以左手食指堵住漏斗底，注入水使成水柱，并使水进入漏斗中。再把滤纸按下，一面松开堵住漏斗底的手指，一面用右手向上挤出滤纸与漏斗壁之间的空气。准备好的漏斗应该在漏斗壁与滤纸之间没有空气泡，漏斗颈灌满水。

过滤。把滤纸安放好以后的漏斗置于漏斗架上。漏斗下放一个洗净的 400 毫升烧杯。盖以表面皿。漏斗的下端应紧贴烧杯的内壁，以使滤下的液体沿烧杯壁流下。然后一手持搅棒，另一手倾注有 SiO_2 的溶液。如图 31 所示。溶液沿搅棒落至滤纸上，最好落在滤纸的双层处。漏斗内的溶液最多到滤纸边缘以下 3 至 4 毫米处。当漏斗的溶液流下时，则再补加溶液。直至溶液完全倾注至漏斗并滤完为止。倾注时，在最后一滴流定以前不要使搅棒离开烧杯嘴。否则沉淀和溶液会流到烧杯的外壁而致使损失。

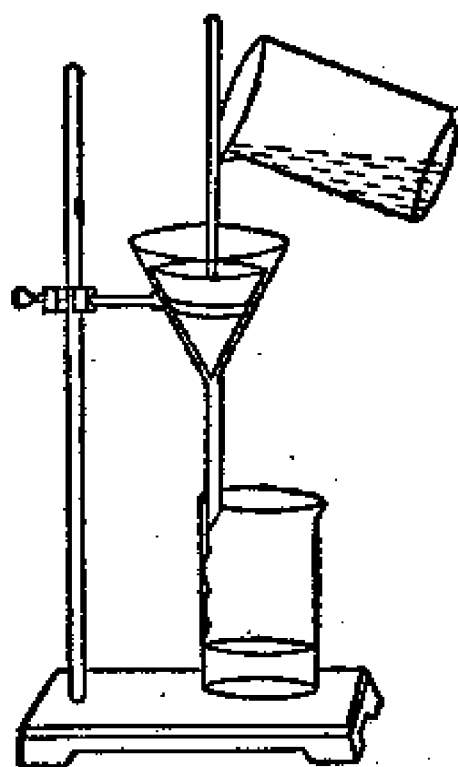


图 31 过滤

准备洗涤液。于洗瓶中加入 196 毫升水和 4 毫升 HCl 。搅匀。这是 2% 的 HCl 溶液。于酒精灯上加热。量水与 HCl 都用量筒，因为量的体积不需

要太准确。

洗滌。从洗瓶中吹出洗滌液至原烧杯中，使每处都湿到。而后由烧杯轉入滤紙上。轉入时，不要使溶液滴落于同一地方，而应移动搅棒与烧杯使液滴落至各处。如此洗滌4至5次。而后吹出洗滌液細流直接至滤紙上，同样应使洗滌液潤着各处。如此洗4至5次。假若滤紙上还看到 Fe^{3+} 的黄色，則应繼續洗滌至黄色消失，而后再洗2次。因为 SiO_2 是不要的，所以无必要把 SiO_2 全部轉到滤紙上，因而最后也无必要用滤紙擦淨烧杯內壁。

假若在过滤洗滌的过程中，发现 SiO_2 穿过滤紙而进入溶液，則应把滤液重新过滤或用更紧密的滤紙过滤。

过滤洗滌应連續的进行完成。

§ 9. 除去鉄 (Fe) 鋁 (Al) 等

称取3至4克氯化铵 (NH_4Cl) 放入滤液中，加入固体 NH_4Cl 时，注意不要使液滴濺出。不加 NH_4Cl 亦可。将溶液加热至微沸。一滴滴地加入氨水。这可用滴瓶的滴管加。亦可用一小节較細的洁淨玻璃管。把玻璃管放在氨水中，由于毛細作用，液体就进入玻璃管，以食指按住其上端，液体不会下流，稍松手指即会下流。如此可使一滴滴的流下。一面加入氨水，一面搅拌。氢氧化鉄 [$\text{Fe}(\text{OH})_3$] 棕色沉淀析出后，每加入一滴氨水就激烈搅拌（但不可使液体流出或濺出）一会儿，聞聞烧杯內有无氨味，直加到有氨味为止。

如前所述那样，准备好滤紙。过滤Fe、Al等的氢氧化物沉淀。在整个过滤过程中要保持溶液是热的。因为冷的过

濾極慢。用熱的 2% NH_4Cl (2 克 NH_4Cl 溶于 100 毫升水中, 加入 1 滴氨水, 加熱) 洗滌沉淀 8 至 10 次。因為 Fe、Al 等氫氧化物沉淀是不要的, 所以也不必把沉淀完全轉入濾紙上。

§ 10. 沉淀 Ca 為草酸鈣 ($\text{CaC}_2\text{O}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$)

在濾出 Fe、Al 等氫氧化物的濾液中, 加入 2 毫升 HCl, 用水稀釋至 200 毫升左右。加熱煮沸, 一面攪拌, 一面加入 2 克草酸銨 [$(\text{NH}_4)_2\text{C}_2\text{O}_4$]。如果這時發生沉淀, 則在加熱及攪拌下, 滴加 HCl 使它溶解。加入甲基橙指示劑二、三滴。一面攪拌, 一面滴加氨水至指示劑變為黃色。然後再加入氨水 10 至 15 滴。氨水應慢慢加入。把燒杯放在水浴上放置 20 至 30 分鐘。

§ 11. 過濾與洗滌草酸鈣沉淀

把 5891 濾紙迭好放于漏斗中。過濾草酸鈣沉淀, 用熱的 0.1% $(\text{NH}_4)_2\text{C}_2\text{O}_4$ 溶液 (0.5 克 $(\text{NH}_4)_2\text{C}_2\text{O}_4$ 溶于 500 毫升水中加熱) 洗滌 5 次, 再用熱水洗滌 5 次。每次洗滌要使燒杯及濾紙各處都洗到。

§ 12. KMnO_4 操作溶液的配制

稱取 KMnO_4 約 3.2 克溶于 1 升水中。加熱煮沸約 10 分鐘。冷卻後, 用無灰濾紙過濾 (嚴格說, 用定量濾紙過濾是不夠好的)。或者不加熱, 而放置 5 至 7 天后過濾。 KMnO_4 溶液最好貯于暗色瓶中。這樣配制的 KMnO_4 溶液大約為 0.1N。它的精確濃度應該用基準物質 $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ 標

定。

§ 13. KMnO_4 操作溶液的标定

把精确称量过的封于小试管中的 $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ 的 0.1261 克倒入烧杯中，用洗瓶中的水吹洗小试管内壁以保证草酸全部转入其中。加水稀释至 100 毫升。慢慢加入 5 毫升硫酸 (H_2SO_4)。加热至 70°C 至 80°C (用手摸感到烫手就可以了)。

把酸式滴定管用 KMnO_4 操作溶液洗三、四次。而后注入 KMnO_4 溶液。调节到零点。用左手旋开节门，让 KMnO_4 溶液流入草酸的溶液中。开始加一滴以后，用搅棒搅拌直至无色。然后再注入另一滴，搅拌至无色。以后可以稍快的一滴滴加入，同时不停的搅拌。直到呈现红色不退去为止。记下读数。

为了使 KMnO_4 溶液标定的正确，应该至少用三份草酸标定。把各次的结果加以平均。

$$\text{KMnO}_4 \text{ 溶液的当量浓度} = \frac{2}{\text{取用 } \text{KMnO}_4 \text{ 溶液毫升数}}$$

如果准确的称取 $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ 有困难，则用公分手秤称取 1 克。溶解后，全部冲入 250 毫升的容量瓶中。摇匀。用吸量管吸取三份 25 毫升，用 KMnO_4 溶液滴定。各次结果加以平均。

$$\text{KMnO}_4 \text{ 溶液的当量浓度} = \frac{2 \times 0.1}{0.1261 \times \text{KMnO}_4 \text{ 溶液毫升数}}$$

一般说，标定操作溶液只要在使用该溶液前进行一次。以后使用它时，可不必标定。

§ 14. 溶解草酸鈣沉淀

把沉淀連同濾紙取回至原燒杯中，展開在壁上。以5% H_2SO_4 熱溶液從洗瓶中吹洗下草酸鈣。再以5% H_2SO_4 沖溶液至100毫升左右。

配制5%的 H_2SO_4 辦法如下：于燒杯中注入95毫升水。慢慢一滴滴地注入5毫升 H_2SO_4 ，同時，不停的攪拌。不應該把水加入 H_2SO_4 中，而必須把 H_2SO_4 加入水中。

§ 15. 用 $KMnO_4$ 操作溶液滴定溶解的 草酸鈣中的 $C_2O_4^{2-}$ 以測定 Ca。

把含有草酸鈣的5% H_2SO_4 溶液加熱至 $70^\circ C$ 至 $80^\circ C$ 。用已標定過的 $KMnO_4$ 溶液進行滴定直至出現紅色。把濾紙放入，如紅色消失，則再滴加 $KMnO_4$ 溶液至出現粉紅色。

如果 Ca 的含量高（從草酸鈣沉淀的多少可以估計出來），則應把溶解 $CaC_2O_4 \cdot H_2O$ 後的溶液沖于容量瓶中，抽取等分部份進行滴定。參看 § 3。為此，在計算時，試樣重就不是1克，而是1克的幾分之一。

$$CaO\% = \frac{KMnO_4 \text{ 當量濃度} \times 56.08 \times KMnO_4 \text{ 毫升數}}{2 \times \text{試樣毫克數}} \times 100\%$$

第四章 分析方法

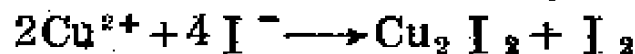
一般說來，分析方法的选择应以准、快、省为原則。本着此原則，結合农村条件及土法炼銅工作对分析的要求，我們拟出如下的分析方法。根据不同的試样，方法的选择及方法的分析步驟可以灵活掌握。但对分析工作不熟悉的人來說，最好不要毫无根据的修改。

在分析工作中所用的試剂，一律为三級品 (C.P)。

§ 1. Cu 的測定：各种原矿、精矿、尾矿 与爐渣常要分析 Cu

簡單原理

KI 把 Cu^{2+} 还原为 Cu^+ 而生成 Cu_2I_2 沉淀，同时析出 I_2



析出的碘以 $\text{H}_2\text{S}_2\text{O}_8$ 溶液滴定。



試 剂

- 一、HCl
- 二、 HNO_3
- 三、KF
- 四、 NH_4OH , 1:1 (1 体积氨水与 1 体积水相混)
- 五、 CH_3COOH (HAC)

六、KI

七、淀粉 0.5%。称取淀粉约 2.5 克，用少许水搅成糊状。把糊状倒入 500 毫升沸腾的水中。

八、Cu 粉：用分析天平精确称取 0.1000 克封于小试管中。

九、 $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ 操作溶液。

0.1N。假若有管装 1/10N 的 $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ ，可将管敲碎，把管内 $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ 完全移入烧杯中。加入约 0.2 克 Na_2CO_3 。以煮沸冷却的水溶解，注入 1000 毫升容量瓶中。用煮沸冷却的水洗涤烧杯 4 至 5 次，把洗液倾入容量瓶中。以煮沸冷却的水稀释至刻度，摇匀。此溶液浓度为 0.1000N。不必要标定。

假若没有管装 1/10N 的 $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ 。称 $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ 约 25 克， Na_2CO_3 约 0.2 克溶解在约 1000 毫升煮沸冷却的水中。这样的溶液浓度大约为 0.1N。精确的浓度需要用 Cu 粉标定。为此，把封于试管中的 0.1000 克的 Cu 粉倾于烧杯中，加入 1:2 HNO_3 （1 体积 HNO_3 与 2 体积水相混）煮沸以除去氧化氮，并蒸发至较小体积，以水稀释至 30 毫升。加入 1 至 2 克 KI，析出的碘，以 $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 溶液滴定直至呈淡黄色，加入 5 毫升淀粉溶液，继续滴至淀粉与碘的蓝色突然消失，此时溶液呈白色。记下读数。

$$\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \text{ 滴定度} = \frac{100 \text{ 毫克}}{\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \text{ 毫升数}}$$

标定应进行三次，求其平均值。

0.02N。可以用移量管吸取 0.1000N 的 $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 溶液 200 毫升注入 1000 毫升容量瓶中，用煮沸冷却后的水稀释

至刻度，搖勻。或者稱取約5克的 $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ ，0.2克的 Na_2CO_3 溶于煮沸冷卻的1000毫升水中，而後用Cu粉標定。如同上述。

操作步驟

用公分手秤稱取試樣1克，放在400毫升的燒杯中，蓋上表面皿。對於各種原礦、精礦與尾礦，加入 HNO_3 15毫升、 HCl 15毫升。對爐渣加 HCl 15毫升，2克 KF 或者 HCl 15毫升、 HNO_3 15毫升和 KF 2克。放於酒精燈上加熱。對於含硫的試樣，必須使硫全部氧化或使其以淡黃色小塊析出。在銅的礦物完全分解和硫完全氧化後，不溶殘渣中可能還含有細小的黑色顆粒，這是磁鐵礦，可不管它。對爐渣，則一定使它完全分解，不允許有黑色殘渣，白色的殘渣（ SiO_2 ）可不管它。把溶液蒸發至近干，用水稀釋至30毫升。如果銅很多（其色深則表示銅多），可把它沖入容量瓶中，抽取等分部份於燒杯中，把體積調至30毫升左右。用1:1的 NH_4OH 滴滴加入，使氫氧化鐵開始析出，而後加入少量 HAC ，使它溶解。加入 KF 恰使 Fe^{3+} 的顏色消失。此時，溶液為無色，淺藍色或藍色。加入 KI 1至2克，用裝於鹼式滴定管中的0.1N或0.02N的 $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 溶液滴定（Cu量低，用0.02N。Cu量高，則用0.1N）至變為淡黃色，加入澱粉溶液5毫升，滴至碘—澱粉的藍色消失。記下讀數。

計 算

已知 $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 溶液滴定度，按下式計算：

$$\text{Cu}\% = \frac{\text{滴定度} \times \text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \text{ 溶液毫升数}}{\text{試样重 (毫克)}} \times 100\%$$

已知 $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 溶液的当量浓度则按下式计算:

$$\text{Cu}\% = \frac{\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \text{ 溶液当量浓度} \times 63.54 \times \text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \text{ 溶液毫升数}}{\text{試样重 (毫克)}} \times 100\%$$

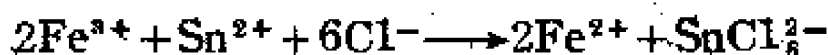
公式中的試样重, 如果在滴定前是抽取等分部份溶液滴定的, 则不是 1 克, 而是 1 克的若干分之一, 在计算时, 应注意这一点。

§ 2. Fe 的测定: 精矿、爐渣及作为溶剂的

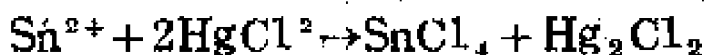
鉄矿常要分析 Fe

简单原理

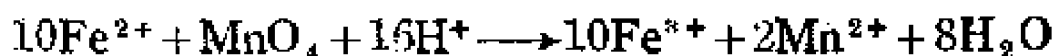
用 Sn^{2+} 把 Fe^{3+} 还原为 Fe^{2+} (在 HCl 存在下)。



过量的 Sn^{2+} 用 HgCl_2 氧化。



被还原成的 Fe^{2+} , 用 KMnO_4 操作溶液滴定。



試 剂

- 一、 HCl
- 二、 HNO_3
- 三、 H_2SO_4
- 四、 NH_4OH
- 五、 $\text{K}_2\text{S}_2\text{O}_7$

六、 Na_2O_2

七、 SnCl_2 10% (100克溶于200毫升浓HCl中，用水稀释至1升)

八、 HgCl_2 4% (40克溶于1升水中)

九、錳混合試剂：溶解70克 MnSO_4 于500毫升水中，在搅拌下加入130毫升 H_2SO_4 。冷却，注入140毫升 H_3PO_4 。然后用水稀释至1升。

十、 KMnO_4 操作溶液。

0.1 N 称取約3.2克 KMnO_4 溶于1升水中以配制并标定。见第三章§12、§13。

0.02N 的配制和标定与0.1N的 KMnO_4 溶液的配制和标定完全相同。所不同者是只称取約0.6克的 KMnO_4 溶于1升水中。

操作步骤

用公分手秤称取試样1克于400毫升烧杯中，盖上表面皿。对矿样加入HCl 15毫升，加热。如仍有黑渣，加入至几滴10% SnCl_2 ，繼續加热。如仍有黑渣，加入 HNO_3 15毫升。繼續加热直至除去氧化氮。此时如果没有黑渣，即可加入 H_2SO_4 5毫升，蒸发至冒 SO_3 白烟。如果仍有黑渣，說明試样沒有分解完全。則另称1克試样放于瓷坩堝中，加入6至8克 $\text{K}_2\text{S}_2\text{O}_7$ ，盖上坩堝盖，用噴灯的較小火焰熔融。透过紅色澄清溶液看底部无残渣，即表示熔融完全。用热水浸出坩堝。如果用 $\text{K}_2\text{S}_2\text{O}_7$ 熔融不了，則改用 Na_2O_2 在瓷坩堝中熔融(時間不宜过长)。用水浸出坩堝，以1:1的HCl酸化。对爐渣，用15毫升HCl，2克KF或15毫升HCl 15毫

升、 HNO_3 和 2 克 KF ，加热以分解。沒有黑色残渣，就說明分解完全。在含有 HNO_3 的溶液中加入 5 毫升 H_2SO_4 ，蒸发至冒白烟。

假若含 Cu 很多，則必須分离。为此，則一滴滴加入 NH_4OH 至硷性，并过量 5 毫升。此时溶液显蓝色。热过滤，以 2% 氨水洗 5 次。把 Fe 等的氢氧化物溶于 1:1 的热 HCl 中。肯定要分离 Cu 者，在溶样时加入的 HNO_3 可不必加 H_2SO_4 以赶走。因为分离 Cu 时，就附带把 NO_3^- 分离掉了。如果 Cu 不多，則不必分离。

在含有 Fe^{3+} 的溶液中，加入 HCl 10 毫升。溶液总体积約为 20 毫升至 30 毫升。将溶液加热至沸，一滴滴加入 10% SnCl_2 溶液并不断搖动，直至黄色消失；并过量一滴，冷却。用水稀释至約 100 毫升。加入 4% HgCl_2 溶液 10 毫升，搅拌。放置 3 至 4 分鐘。此时只应有絲状的白色混浊。如果有大量白色沉淀或深灰色沉淀，分析應該作废。在出现了絲状的 Hg_2Cl_2 的溶液中，加入 20 至 30 毫升錳混合試剂。視 Fe 量之不同，用 0.1N 或 0.02N 的 KMnO_4 溶液（裝于酸式滴定管中）滴定至出現粉紅色。如果 Fe 含量很高，則应在还原前冲于容量瓶中，抽取等分部份进行还原，除去多余的 SnCl_2 ，而后滴定。

如果是用 Na_2O_2 熔融試样的，則应作一空白。所謂空白，就是不称試样，其他操作步驟完全一样。瓷坩堝中含有 Fe ，被 Na_2O_2 熔下。因此应減去这一部份。在用 Na_2O_2 熔融的情况下，用的 KMnO_4 溶液毫升数減去空白实验用的 KMnO_4 溶液毫升数才是真正用的 KMnO_4 溶液毫升数。

計 算

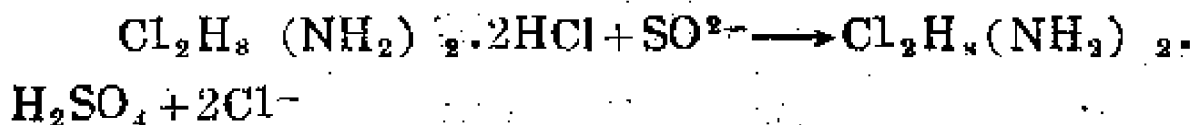
$$\text{Fe}\% = \frac{\text{KMnO}_4 \text{ 当量浓度} \times 55.85 \times \text{KMnO}_4 \text{ 溶液毫升数}}{\text{试样重量毫克}} \times 100\%$$

§ 3. S 的测定, 原矿、精矿和焙烧过的硫

化矿常要分析 S

简单原理

试样中的 S 在熔融时全部变为 SO_4^{2-} 。用盐酸联苯胺沉淀为硫酸联苯胺。



硫酸联苯胺溶于沸水, 析出 H_2SO_4 , H^+ 用 NaOH 溶液滴定。 $\text{H}^+ + \text{NaOH} \longrightarrow \text{HCl} + \text{Na}^+$

試 剂

一、 Na_2O_2

二、 HCl , 1 : 1 (1 体积, HCl 与 1 体积水相混)

三、盐酸联苯胺 2.5%: 把 25 克 $\text{Cl}_2\text{H}_8(\text{NH}_2)_2 \cdot 2\text{HCl}$ 置于玻璃研钵内, 以 10 至 15 毫升水及 10 毫升浓 HCl 湿润, 仔细研磨至成糊状, 转移至烧杯中, 加入 300 至 500 毫升水, 搅拌至溶解, 过滤。滤液用水稀释至 1 升, 保存于暗色玻璃瓶中。

四、指示剂 0.5% 酚酞的酒精溶液: 0.25 克酚酞溶于 50 毫升酒精中。贮于滴瓶内。

五、NaOH 0.1N: 取 4 克 NaOH 溶于 1 升水中。加入少許 BaCl₂, 靜置 1 至 2 天。過濾或虹吸出溶液, 用橡皮塞塞緊。

0.02N: 取 0.8 克 NaOH 溶于 1 升水中。其他手續同上。

标定 NaOH 用 H₂C₂O₄ · 2H₂O。將封于小試管的 0.1261 克的草酸溶于水中。加入 5 滴酚酞, 用 NaOH 溶液滴定至出現紅色。

$$\text{NaOH 当量浓度} = \frac{2}{\text{NaOH 的毫升数}}$$

如果精確称取 H₂C₂O₄ · 2H₂O 有困难, 則用公分手秤称取 1 克 H₂C₂O₄ · 2H₂O 溶于水中, 冲入 250 毫升容量瓶中。抽取 25 毫升, 用 NaOH 溶液滴定。

$$\text{NaOH 当量浓度} = \frac{2 \times 0.1}{0.1261 \times \text{NaOH 的毫升数}}$$

操作步驟

用公分手秤称取試样 1 克于鉄坩堝中, 加入 6 至 8 克 Na₂O₂ 熔融。浸取出坩堝。把溶液連同沉淀冲于 250 毫升容量瓶中, 稀釋至刻度。搖勻。用干的定性滤紙通过干漏斗過濾至于烧杯中(开始一段液体棄去), 用吸量管抽取滤液若干毫升(視 S 的含量多少而定)于 400 毫升烧杯中。加入酚酞 2 滴, 一滴滴加入 1:1 HCl 至指示剂褪色为止。HCl 不可多加。加入醌联苯胺溶液 20 毫升。攪拌。此时生成絲絹光澤的銀白色細粒沉淀。放置 20 分鐘。通过定性滤紙過濾。用冷水洗滌 6 至 8 次(每次 6 至 8 毫升)將滤紙移入烧杯, 加水 100 毫升。盖上表面皿, 煮沸數分鐘至沉淀完全溶解。加入

2—3滴酞，將0.1N或0.02N的NaOH溶液（裝于礮式滴定管中）滴定直至指示劑變為紅色為止。記下讀數。

計 算

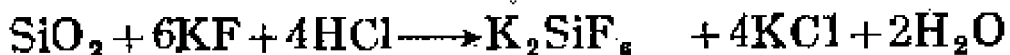
$$S\% = \frac{\text{NaOH 溶液毫升數} \times \text{NaOH 溶液當量濃度} \times 10 \times 1.603}{\text{試樣毫克數}} \times 100\%$$

§ 4. SiO₂ 的測定：原礦、精礦、爐渣及鐵礦

石常要分析 SiO₂

簡單原理

在強酸性溶液中，有適當的 F⁻ 存在，過量的 KCl 存在，使生成 K₂SiF₆ 沉淀。



把沉淀洗至無酸性，在熱水中水解。



水解出的 HF，用 NaOH 溶液滴定。

試 劑

一、Na₂O₂

二、HCl

三、HNO₃

四、KF 溶液 20%：稱取 40 克 KF 于塑膠杯中，加入 150 毫升水，20 毫升 HCl 及 25 毫升 HNO₃，再加入 KCl 使其飽和。放置 30 分鐘。經塑膠漏斗過濾入塑膠杯中。

五、KCl

KCl 20%水溶液 (20克溶于80毫升水中)

六、NaOH 0.1N和0.02N, 配制与标定见 § 3

操作步骤

用公分手秤称取1克试样于铁坩埚中。加入6至8克Na₂O₂熔融。用水浸出坩埚, 冷却。用HCl酸化溶液(至沉淀溶解后再加入几毫升)。冲入容量瓶中, 稀释至刻度, 摇匀。用干的5891滤纸通过干漏斗过滤于干烧杯中(最初一段滤液弃去)。用移量管抽取等分部分(吸多少, 视SiO₂含量而定)于塑胶杯中或涂腊的烧杯中。加6毫升HNO₃, 5克KCl。用塑胶或涂蜡的搅棒搅拌使它溶解。在不停搅拌下, 逐渐加入KF溶液3毫升。放置10分钟后, 用5891滤纸通过塑胶漏斗过滤(滤纸尖垫二小块滤纸), 用20%的KCl溶液洗涤12至15次(每次约8—10毫升)。用水洗原盛沉淀的烧杯四次, 溶液倾入另一烧杯中, 把滤纸和沉淀亦移入此烧杯中, 加热煮沸。加酞5滴, 以0.1N或0.02N NaOH溶液滴定至出现粉红色。记下读数。

为了准确起见, 最好做一空白实验。即不加入试样, 如上述步骤进行一次。真正用的NaOH毫升数为减去空白实验用的毫升数以后的值。

计 算

$$\text{SiO}_2\% = \frac{\text{NaOH当量浓度} \times 60.06 \times \text{NaOH毫升数}}{4 \times \text{试样重(毫克)}} \times 100\%$$

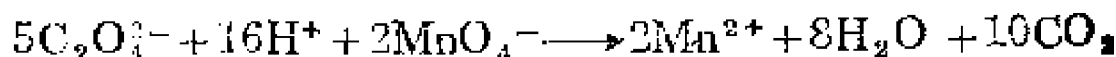
§ 5. CaO 的測定：原矿、精矿、爐渣和作为溶 剂的石灰石常要分析CaO

简单原理

Ca^{2+} 在微碱性溶液中，被 $\text{C}_2\text{O}_4^{2-}$ 沉淀为 $\text{CaC}_2\text{O}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$



$\text{CaC}_2\text{O}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ 被洗滌后，溶于稀 H_2SO_4 中，以 KMnO_4 溶液滴定 $\text{C}_2\text{O}_4^{2-}$ 。



試 剂

- 一、 Na_2O_2
- 二、 HCl
- 三、 NH_4OH
- 四、 NH_4Cl
- 五、 $(\text{NH}_4)_2\text{C}_2\text{O}_4$
- 六、 H_2SO_4 , 5%: 一滴滴地注入 50 毫升 H_2SO_4 于 950 毫升水中。
- 七、 $(\text{NH}_4)_2\text{C}_2\text{O}_4$ 溶液, 0.1% (0.1 克溶于 100 毫升水中)。
- 八、 KMnO_4 溶液, 0.1N 或 0.02N。参看第三章 § 12、§ 13。
- 九、甲基橙指示剂, 0.1% (0.1 克溶于 100 毫升水)。
- 十、酒石酸鉀鈉。

操作步骤

- 一、經典法測定 Ca: 詳見第三章。

二、快速法测定 Ca: 用公分手秤称取 1 克试样于 400 毫升烧杯中, 加入 HCl 10 至 20 毫升, 加热, 蒸发至小体积, 用水稀释至 200 毫升。冲于容量瓶中, 抽取等分部份 (取量多少, 视 CaO 多少而定) 加入酒石酸钾钠 2 克。用 $(\text{NH}_4)_2\text{C}_2\text{O}_4$ 沉淀, 为 $\text{CaC}_2\text{O}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ 洗涤后溶于稀 H_2SO_4 中, 以 KMnO_4 溶液滴定 $\text{C}_2\text{O}_4^{2-}$, 步骤与第三章 § 10、§ 11、§ 14、§ 15 相同。

三、石灰石中 Ca 的测定: 用公分手秤称取石灰石试样 1 克于 400 毫升烧杯中, 盖上表面皿, 注入 HCl 25 毫升, 微微摇动烧杯。此时有 CO_2 泡跑出。待气泡冒出不太猛烈, 加热。直至几乎无残渣, 用 1:1 的氨水中和, 并使氨稍过量。通过定性滤纸, 热过滤沉淀。用热的微微氨化的 2% NH_4Cl 洗涤 8 至 10 次。滤液与洗涤液冲入容量瓶中。抽取等分部份进行 Ca 的测定。其步骤与第三章 § 10、§ 11、§ 14、§ 15 相同。

第五章 分析天平的使用,重量法

測定簡介

假若条件許可,可購分析天平。分析天平的种类很多。我們介紹一种准确到0.1毫克的天平。如果买不到准确至0.1毫克的天平,准到1毫克的天平亦可以用。其使用方法与介紹的相似。

§ 1. 分析天平的构造

见图32所示。

§ 2. 天平的安放

在要放天平时,必須很仔細地閱讀說明書。一般說,天平的安放应按下述規則进行。

一、天平应放在干燥的房間里。应避免太阳晒。不应靠近热源。

二、把天平放在平的桌子上。为了使天平是水平的,应利用悬錘。調节天平的一个足,例如左足,而自右边約在垂直于連接左足与右足的直綫的平面上观察悬錘,使錘尖与其下面的金屬尖相对。再自左边观察并調整右足使悬錘得到正确的位置。再从两旁观察悬錘,有必要时可微微旋动两足。如此調整直到从左右两旁看时,悬錘与其下面的金屬尖恰恰相对为止。

三、天平零件用干燥、洁净的抹布擦净。

四、旋转升降枢，使天平于静止状态。首先小心把梁在支架的三稜体放好。然后把两个蹬小心放在支架螺絲上，再把盘子挂在两个蹬的钩子上。

五、为了保证天平内的干燥，应把盛有半杯 CaCl_2 或者硅胶或者 H_2SO_4 的小烧杯（50 毫升或 100 毫升）放在天平内。隔些日子，药品应换新的。

六、不用时，最好用黑布罩把它罩起来。

§ 3. 称 量

熟练的分析工作者，称量一次约需 1 至 2 分钟。称量应按下述步骤进行：

一、零点的确定：

慢慢的旋转升降枢，使天平盘离开托盘。当梁开始摆动时，才可较快些转动升降枢，并转至尽头。在标尺上看指针的位置。标尺中缝左右两边各有 10 格。以标尺最右边的 1 格作为零，中心作为 10，最左边的 1 格作为 20。开始摆动的二三次，指针位置不要记。在摆动二、三次以后，记下指针位置。左边取两次，取其平均值；右边取三次，取其平均值；两个平均值再平均，或者左边取三次，取其平均值；右边取二次，取其平均值；两个平均值再平均。

例如：

左	右
14.9	5.6
14.7	5.8
<hr/>	<hr/>
$29.6 \div 2 = 14.8$	$17.3 \div 3 = 5.8$

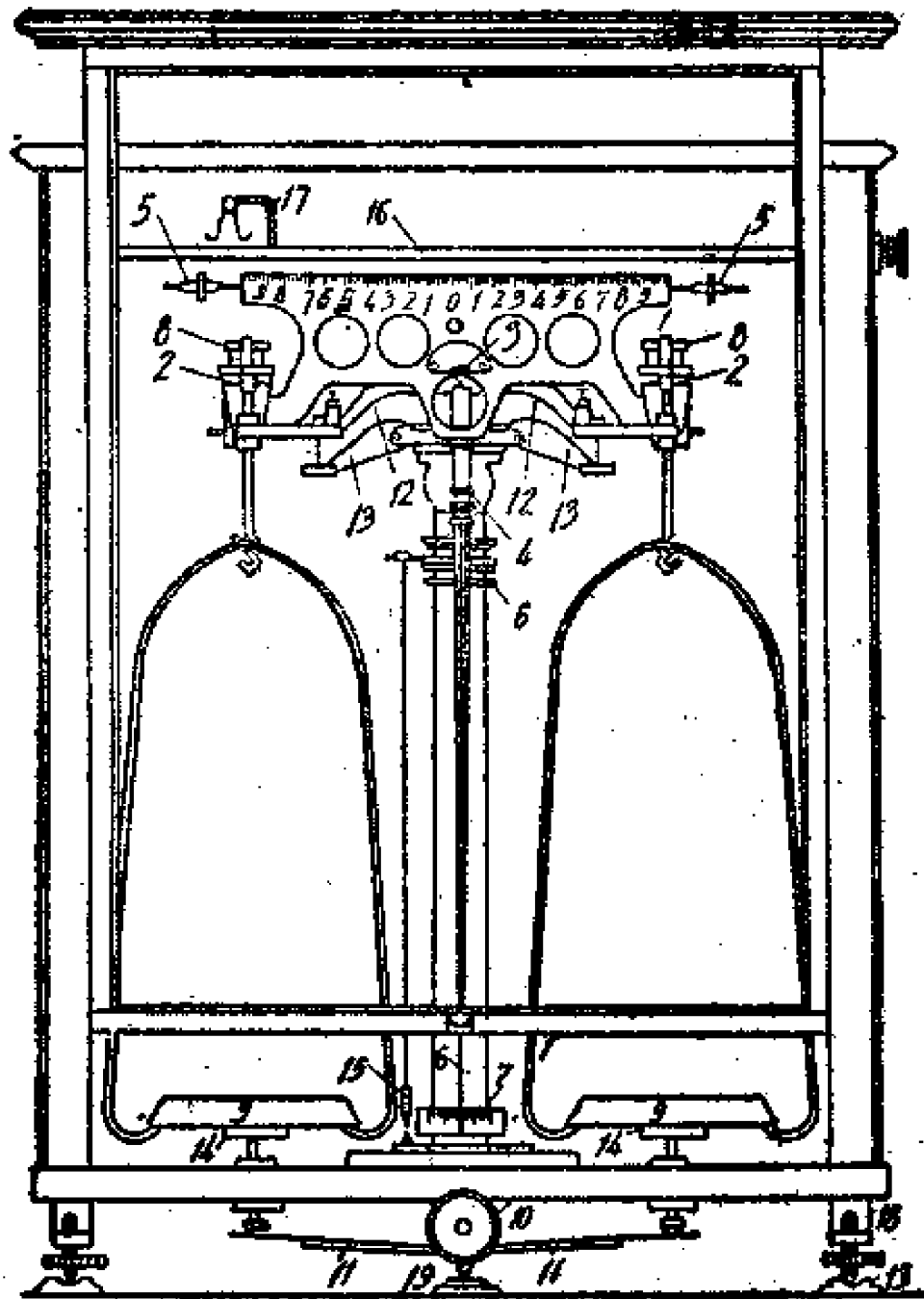


图 32 分析天平

- 1—天平梁；2—梁两端的三棱体（图中看不见）；3—中间三棱体；4—调节重心的螺絲；5—调节零点的螺絲；6—标針；7—讀数标尺；8—懸；
9—天平盘；10—升降枢軸；11、12、13—升降枢杠杆；14—托盘；
15—悬錘；16—移动游碼的装置；17—游碼鈎；18—天平足；19—有
四孔的墊

$$\begin{array}{r} \text{零点} \\ 5.8 \\ 14.8 \\ \hline 20.6 + 2 = 10.3 \end{array}$$

为了校正零点正确性，可再测一次。如

左	右
$\begin{array}{r} 14.3 \\ 14.1 \\ \hline 28.4 + 2 = 14.2 \end{array}$	$\begin{array}{r} 6.3 \\ 6.4 \\ 6.6 \\ \hline 19.3 + 3 = 6.4 \end{array}$

$$\begin{array}{r} \text{零点} \\ 6.4 \\ 14.2 \\ \hline 20.6 + 2 = 10.3 \end{array}$$

因此零点即为 $n_0 = 103$ 。

二、称准到0.01克：

在天平止动的状况下，把物体放在左盘上，右盘上放砝码。假设该物体重23.7139克，在右盘上放30克砝码。旋转升降枢使微微离开托盘（不要放至尽头），此时指针向左偏转，说明太重。改放20克砝码，指针向右偏转，太轻。改放20克+3克+1克砝码，太重。改放20克+3克砝码，太轻。至此，说明物体重在23克与24克之间。因此，在右盘上放20克+3克砝码，而后加放小砝码。加500毫克砝码嫌轻，再加入300毫克砝码嫌重，以200毫克砝码代替300毫克砝码嫌轻。至此，说明物体重在23.7克至23.8克之间。于是在天平上放着20克+3克+500毫克+200毫克砝码。再放入50毫克砝码，嫌重。以20毫克砝码代替50毫克砝码，仍重。乃以10毫克砝码代替20毫克砝码，略轻。至此，说明物体重在23.71与23.72之间。

三、第三位小数的确定：

小数点后第三位小数的确定，要借助游碼。把游碼加到右边五格处，略重。改放在三格处，略輕。改放在四格处，略重。至此，說明物体重在23.713克与23.714克之間。

四、第四位小数的确定：

要确定第四位小数，就要用到零点。

記下在 23.714 克时，指針的摆动（开始两次不記），

如：

左	右	平衡总
15.0	5.8	
14.8	6.0	14.9
	6.2	6.0
$29.8 \div 2 = 14.9$	$18.0 \div 3 = 6.0$	$20.9 \div 2 = 10.5 = n_2$

記下23.713克时指針的摆动（开始两次不計）。如：

左	右	平衡点
12.7		
12.6	5.1	12.6
12.4	5.3	5.2
$37.7 \div 3 = 12.6$	$10.4 \div 2 = 5.2$	$17.8 \div 2 = 8.9 = n_1$

$n_2 - n_1 = 10.5 - 8.9 = 1.6$ 格，相当1毫克。那么，

$n_0 - n_1 = 10.3 - 8.9 = 1.4$ 格，相当多少毫克呢？

所以
$$\frac{n_0 - n_1}{n_2 - n_1} = \frac{1.4}{1.6} = 0.9$$

故物体重 23.7139 毫克。

§ 4. 称量規則

必須遵守称量規則。否則，不但称不准，而且会造成天平的損伤，或者減少天平的使用寿命。

一、絕對不可使天平的負載超過重量限度。

一般說，每個天平附帶的砝碼重量總和就是負載的重量限度。

二、不可把熱的或過冷的物體放在天平上稱。物體的溫度應與天平的溫度相同。

三、不可把髒的東西放在天平上稱量。

四、稱量前應確定並檢查零點。在稱量前後或觸動天平以後，應檢查天平指針是否在標尺附近擺動。

五、稱量前必須檢查盘面有無污垢。

六、放上、取下物體或砝碼時，天平必須在止動狀態。

七、旋轉升降樞應慢。

八、不應使天平擺動很厲害。因此，物體和砝碼應放在天平的中央。假若離開托盤後擺動很厲害，應把升降樞旋至止動狀態，停一會兒，再使離開托盤。

九、應在天平完全關閉後，再記下指針讀數。開頭兩次不記。

十、砝碼必須用鑷子夾。

十一、砝碼不允許亂扔。只允許放在砝碼盒中一定位置，或者稱量時放在天平右盤上。

十二、稱量結果記錄應根據盒中空位求出來。當砝碼放回原處時，再把記錄的數字校對一遍。

十三、砝碼盒在取出或放回砝碼時，才允許開啟。

十四、稱量完畢以後，應檢查天平梁是否托住，門是否關好。游碼是否從梁上取去而掛在鈎上。

十五、稱量的物體容積不應太大。

十六、粗略的稱量不要使用分析天平。

十七、在正常狀況下，不允許用手觸摸天平。

十八、稱量記錄應放在記錄本上。隨便放在小紙上，往往會丟失。

§ 5. 重量法測定應注意事項

用分析天平可以進行較公分手秤更為精確的稱量。因此稱取試樣可以酌情考慮，不必象用公分手秤稱量時一律稱取 1 克，而后再抽取等分部份待滴定溶液進行滴定。更重要的是，用重量法進行測定，準確度有了保證。例如最後稱量的沉淀重為 0.1000 克，用可稱准至 0.1 毫克的分析天平稱量，最大誤差為 0.3%。

進行稱量法測定應注意的事項有以下几点：

一、為了準確度合乎要求，最後稱量的沉淀最好為 0.1 克至 0.15 克。為此，在最後稱取試樣時，要進行大致的計算。例如估計含 SiO_2 為 40%。那應該取多少試樣呢？計算如下：

$$\frac{100}{40} \times 0.1 \text{ 克} = 0.25 \text{ 克}$$

$$\frac{100}{40} \times 0.15 \text{ 克} = 0.375 \text{ 克}$$

即應精確的稱取 0.25 克至 0.375 克試樣。

二、重量法的特点在於最後稱量沉淀的重量。因此，沉淀不允許有其他雜質。假若有，重量就增加了，分析結果就會過高。所以在進行分析的過程中，絕對不允許把析出的沉淀沾污。另外，必須使沉淀完全轉移到濾紙上，否則就會過低。因此，需要很仔細的進行工作。為了使沉淀完全轉入濾

紙上，可按下述方法进行：当溶液过滤完，用洗涤液洗涤时，就应搅起沉淀，使成悬浮液，不等沉淀下沉就倾入滤纸上。在过滤和洗涤过程中每一次倾注时，在最后一滴流完以前不要使搅棒离开烧杯的嘴，否则，沉淀会随同液体流至烧

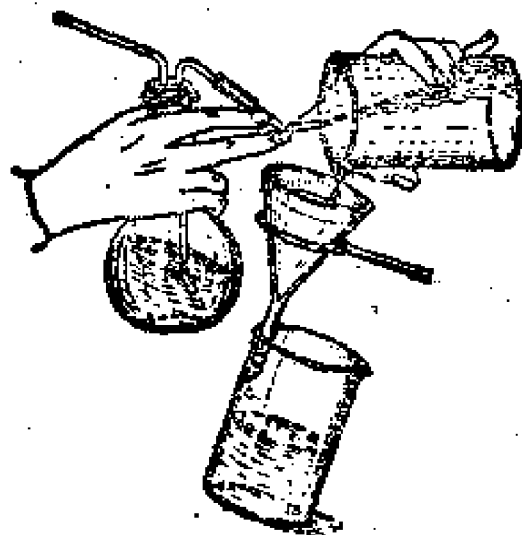


图 33 洗 滌

杯的外壁而致損失。在洗涤过几次以后，残留在烧杯中的沉淀已不多。用小块的无灰滤纸拭擦烧杯内壁每一处，特别应多擦烧杯嘴附近和底部，直至确信烧杯内壁已无沉淀为止。把小块滤纸放于漏斗的滤纸上，最后可用如下方法洗涤：把烧杯嘴向下倾斜拿在滤纸之上。用洗瓶中吹出的洗涤液细流洗内壁，而后液体由搅棒流至滤纸上。如图33所示。继续洗涤至规定次数或确信沉淀已经纯净为止。

三、必须用无灰滤纸（定量滤纸）过滤沉淀。因为定性滤纸最后灼烧的残渣有显著的重量。无灰滤纸灼烧残渣的重量可以忽略不计。

四、带有沉淀的滤纸的折卷：小心地取下滤纸，不必完全

打开滤纸，保持它成为折好的半圆形。如图34(I)所示。用手拿住折叠的半圆形滤纸，并让沉淀在右边，把滤纸沿着距离右端约为半径的1/3而与直径垂直的直线自右向左折起，如图34(II)所示。然后沿着离开纸边1/3处和直径平行的直线再把滤纸折起，如图34(III)所示。最后再自右向左将整个滤纸折成小包。在折卷完成以前，用滤纸左边原来无沉淀的部份把可能附着在漏斗上部的微粒沉淀擦下来。

五、滤纸和沉淀的干燥、滤纸的灰化、滤纸和沉淀的灼烧：把卷好的滤纸放入瓷坩埚中，用小火烤干，慢慢地灰化。为此，手持喷灯以小火时而使火焰接近坩埚底，时而拿开。灰化的原则是：只准冒烟，不准着火，如果不小心着了火，则应立即以坩埚盖盖上它。火灭后，继续灰化。最好把坩埚倾斜，坩埚盖略开一半，使空气不能充分进入。如此滤纸不易着火，完全灰化后，用喷灯灼烧。视灼烧需要的温度不同，调节喷灯火焰的大小。

六、干燥器及其使用：干燥器形状如图35所示。其底部装入 CaCl_2 或硅胶至下半部半满。干燥器的盖子磨砂部份，要涂一薄层凡士林。灼烧过的沉淀，往往会吸收空气中的水份而使重量增加。为避免发生这种现象，应把沉淀放在干燥器中冷却，把灼烧过的坩埚放在干燥器内，不应立即把盖子盖上。稍冷二三秒后盖上盖子，并把盖左右移动，以免盖被顶起来和在冷却后由于干燥器内压力太低而不易打开盖子。在沉淀冷却以后，拿出坩埚时，应慢慢地开启盖子，使空气慢慢地进入干燥器内。否则，因空气流很快压入干燥器内，会把沉淀吹出坩埚。最好把坩埚微微倾斜着放，使进入的空气不直接吹到沉淀上。

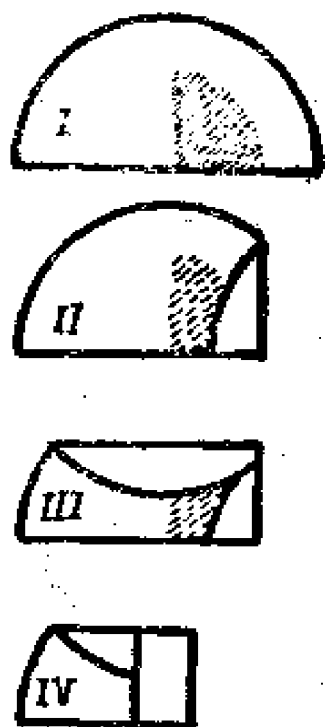


图 34 带有沉淀的滤纸的折卷

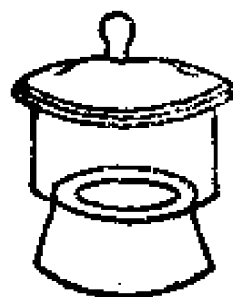


图 35 干燥器

七，沉淀可以扫至天平盘上称量。

§ 6. SiO_2 快速重量法简介

精确称取适量的试样于 400 毫升烧杯中。加入 HCl 15 毫升、 HNO_3 15 毫升，加热使可溶物溶解。蒸发至干，再加入 HCl 5 毫升，蒸发至干。加入 HCl 15 毫升、水 30 毫升，加热至可溶物溶解。用 №42 或 5893 滤纸过滤，用热的 2% HCl (2 毫升 HCl 与 98 毫升水相混) 洗涤 8 至 10 次，并把沉淀完全转移至滤纸上。把滤纸放在瓷坩埚中，以小火灰化滤纸后，用喷灯的大火灼烧 20 至 30 分钟。坩埚放在干燥器内冷却 30 分钟至 40 分钟。扫沉淀于天平盘上，进行称量。

$$\text{SiO}_2\% = \frac{\text{沉淀重(毫克)}}{\text{試样重(毫克)}} \times 100\%$$

此法之原理是，認為試样不溶于酸的部份就是 SiO_2 。而实际情形，往往不溶的部份含有其他成份。因此，这方法是不准确的。不过，一般說，可以給出大致結果。

§ 7. 經典的 SiO_2 重量法測定

精确称取适量試样于坩堝中，用 Na_2O_2 熔融。用水浸出坩堝。以 HCl 酸化溶液，两次蒸干。如第三章 § 1、§ 2、§ 3、§ 4、§ 5、§ 6、§ 7 所述，往盛干残渣的器皿中注入 HCl 5 毫升与 30 毫升水加热，使可溶物溶解，此时可看到白色的渾濁。用 № 42 滤紙过滤。以 2% 热 HCl 洗滌 8 至 10 次或在看不到滤紙有黄色后再洗滌 2 次。并且把沉淀完全轉移到滤紙上。滤紙連同沉淀放在瓷坩堝中，灰化滤紙后，以噴灯的大火灼烧 30 分鐘。在干燥器內放置 30 至 40 分鐘。扫沉淀于天平盘上称量。

$$\text{SiO}_2\% = \frac{\text{沉淀重(毫克)}}{\text{試样重(毫克)}} \times 100\%$$

八、在除去 SiO_2 以后的溶液中測定 Ca 与 S 。

把上述的过滤 SiO_2 的滤液与洗液在 NH_4Cl 存在下，加入氨水至微碱性，过滤。用微氨化的 2% NH_4Cl 洗滌 6 至 8 次。滤液冲入容量瓶中，抽取等分部份測定 Ca 。如同第三章 § 9、§ 10、§ 11、§ 14、§ 15 所述，另取一份等分部份来測定 S 。測定 S 可以用容量法，也可以用重量法。

容量法测定S：如第四章 § 3 所述。有一点应特别注意的是，在酸性溶液被用酸中和时，使酚酞变色后，不可多加 HCl。

重量法测定 S 的簡介：抽取等分部分溶液于 400 毫升烧杯中，盖上表面皿。加入甲基橙溶液 5 滴。加 HCl 至指示剂变色，并过量 1 毫升，以水稀释溶液至 200 毫升。加热煮沸。一面搅拌，一面注入 15 毫升 10% 的 BaCl₂ 溶液（10 克 BaCl₂·2H₂O 溶于 100 毫升水中）使沉淀为 BaSO₄。并繼續煮沸半小时。冷却。用 №42 滤紙过滤。完全把沉淀移到滤紙上。用热水洗滌 8 至 10 次。沉淀放在瓷坩堝中，灰化。在不太大的火上灼烧 30 分鐘。坩堝放在干燥器內冷却 30 分鐘，把沉淀于天平盘上称量。

$$S\% = \frac{0.1373 \times \text{沉淀重 (毫克)}}{\text{试样重 (毫克)}} \times 100\%$$

附 录

一、安全簡則

进行分析工作，要注意安全。下面写出最简单的安全規則：

一、严禁把水注入浓硫酸中。稀释浓硫酸时，应小心将酸的細流一面搅拌一面注入冷水中。如果在酸注入水中时发生强热，則在加入后一部份酸之前，必須使溶液冷却。

二、中和浓酸（特别是硫酸）及浓硷时，必須預先用水稀释，并使用硷与酸中和。

三、一切干燥的試剂，尤其是苛性硷（NaOH等），必須用勺勺取。严禁用手取藥品。

四、打开氨水、盐酸等烈性液体的瓶子时，不要将瓶口朝向开瓶者。

五、当被酸、硷及其他烈性液体燙伤时，立刻用水冲洗伤处，而后医疗。

六、一切逸出有毒气体和蒸气的过程，最好在通风的地方进行。如果室外风不大，可在室外进行（盖上表面皿）。例如在用硝酸与盐酸溶解試样时，就有有毒的氯气和氮的氧化物析出。

七、化学藥品很多是有毒的，有的有剧毒。应妥善保管，切勿使任何藥品放入嘴中。在进行分析工作以后应洗手，不許在用作化学实验的容器內放食物飲料。

有些藥品的保管应要特別当心，如过氧化鈉必須密閉，

保存于无强光的干燥的地方。过氧化钠长时间放在空气中会分解。它放在纸上可能会燃烧。因此，在称量过氧化钠时，不应把过氧化钠放在纸上，可用表面皿或瓷坩埚称量过氧化钠。再如酒精很易燃烧，应保存阴暗通风之处，切勿靠近热源。

八、所有的废酸及其他废液可集中于砂缸中。在野外挖一坑，把集中起来的废液倒入其中埋上。

九、盛放试剂的瓶应贴上标签。如没有标签而取错药品，不但分析需要重作，而且往往可能造成危险。

二、必需的仪器设备

名 称	规 格	数 量	备 注
1. 公分手秤	最大度量为1克，最小度量为10毫克	1	
2. 药镊		1	
3. 玻璃研钵	直径7至10厘米	1	
4. 粗天平	准确至0.1克	1	
5. 烧杯	400毫升	20	
6. 塑胶杯(或塑胶碗*)	数百毫升	5	
7. 表面皿	直径9至11厘米	20	
8. 漏斗	直径5厘米至6厘米	10	
9. 塑胶漏斗*	同上	5	
10. 玻璃棒	直径4至6毫米	5米长	
11. 塑胶棒(或铁)*		5只	
12. 洗瓶(或平底烧瓶或锥形瓶加橡皮塞)	250毫升至500毫升	3至5个	
13. 玻璃管	内直径5至6毫米	3米长	
14. 容量瓶	* 1000毫升	1	
	250毫升	3	
	100毫升	2	

續表1

名 称	規 格	数 量	备 注
15. 吸量管	50毫升	1	
	25毫升	1	
	10毫升 (有刻度)	1	
16. 量筒	50毫升	1	
	10毫升	1	
17. 滴瓶	30毫升左右	3	
18. 細口玻璃瓶 (作 試剂用)	1000毫升	3	用完酸后 的瓶子可 代替
	400毫升	5	
19. 小試管	內直径約 6 毫米	20	
20. 酒精灯		10	
21. 酒精噴灯		2	
22. 瓷坩埚	30毫升	20	
23. 鉄坩埚	"	20	
24. 坩埚鉗		1	
25. 鉄三脚架		1	农村可自做
26. 滴定管夾		1	
27. 烧杯夾		1	"
28. 鉄合		1	"
29. 石棉网		10	
30. 泥三角		2	
31. 橡皮管	直径約 6 毫米	2 米	
32. 軟木塞或橡皮塞		20	
33. 漏斗架	10孔	1	
34. 扫試样刷		1	
35. 洗器皿刷		1	
36. 牛角勺		1	
37. 濾紙	定性11厘米	1 盒	
	定量№42或589311厘米	1 "	
	定量№41或589611厘米	1 "	

續表 2

名 称	規 格	数 量	备 注
38. 分析天平**	准至 0.2 毫克	1	約需 1,2 百元
39. 干燥器**	直径 20 厘米	1	
40. 玛瑙研钵**	直径 7 至 10 厘米	1	約需一百元

表中有*者購不到可不購，或可購可不購者。

表中有**者如有可能則購，不購完全亦可。

以上仪器設備除**者約需 200 元。

三、需用藥品

若要分析 100 个 Cu、Fe、Ca、S, SiO₂ 各 20 个，約需用下列藥品。价約 100 元。藥品除注明外，一律用三級品。

藥 品 名 称	数 量	备 注
盐酸 HCl	6000 克	
硝酸 HNO ₃	4000 克	
磷酸 H ₃ PO ₄	100 克	
氨水 NH ₄ OH	2000 克	
硫酸 H ₂ SO ₄	500 克	
醋酸 HAC	100 克	
氟化鉀 KF	300 克	
碘化鉀 KI	200 克	
焦硫酸鉀 K ₂ S ₂ O ₇	200 克	
氯化鉀 KOI	1000 克	
高錳酸鉀 KMnO ₄	10 克	
重鉻酸鉀 K ₂ Cr ₂ O ₇	20 克	粗的。作洗液用
酒石酸鉀鉀 KN ₂ O ₄ H ₄ O ₆ ·4H ₂ O	50 克	
硫代硫酸鈉 Na ₂ S ₂ O ₃ ·5H ₂ O	125 克	最好用管裝 1/10 Na ₂ S ₂ O ₃ 五支

續表 2

藥 品 名 稱	份 量	備 注
碳酸鈉 Na_2CO_3	10克	
氫氧化鈉 NaOH	10克	
过氧化鈉 Na_2O_2	600克	
草酸銨 $(\text{NH}_4)_2\text{C}_2\text{O}_4$	50克	
氯化銨 NH_4Cl	600克	
硫酸錳 MnSO_4	100克	
氯化汞 HgCl_2	20克	
氯化亞錫 SnCl_2	10克	
沉粉	9克	
氯化鋇 $\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$	100克	
氯化鈣或硅胶	15克	粗、作干燥劑,可購可不購
盐酸联苯胺 $12\text{H}_8(\text{NH}_2)_2 \cdot 2\text{HCl}$	2克	
草酸 $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$	5克	
酚酞	5克	
克基橙	5克	
Cu粉	5克	如用 1/10 管裝 $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 則不必要
粗酒精	20公斤	
凡士林		
石蜡		

