

TF5-62C2

68031

煉鐵快速分析法

浙江化工專科學校分析化學教研室編

79
化學工業出版社



煉鉄快速分析法

浙江化工專科學校分析化學教研室編
化學工業出版社(北京安定門外和平北路)出版

北京市書刊出版業營業許可証出字第092號

西四印刷廠印刷

新華書店發行

開本：787×1029·1/32

印張：1 $\frac{8}{32}$

字數：30千字

定價：(9 0.16元

1958年11月第1版

1958年11月第1次印刷

印數：1-20,000

書號：15063·0364

煉鉄快速分析法

目 录

序言.....	(2)
第一章 总論.....	(3)
第二章 化驗的一般技术及仪器使用.....	(7)
第三章 取样与制样.....	(12)
第四章 生鉄快速分析.....	(13)
§ 1. 碳的測定.....	(13)
§ 2. 磷、錳、矽的联合快速分析.....	(15)
§ 3. 硫的測定.....	(17)
§ 4. 标准色的配制.....	(18)
第五章 鉄矿石快速分析.....	(22)
第六章 焦炭快速分析.....	(23)
第七章 石灰石快速分析.....	(25)
第八章 爐渣快速分析.....	(28)
§ 1. 矽酸鹽的容量分析.....	(28)
§ 2. 爐渣快速分析.....	(35)
第九章 爐料的簡法計算.....	(36)
附录: 快速分析所用仪器.....	(38)

序 言

鋼鐵分析方法很多，但不是手續繁复，就是儀器貴重，對於目前各地大力開展的小高爐、土法煉鐵來說，價值甚少，同時更沒有一本較完整地在煉鐵生產中能起指導作用的分析手冊，鑒於各地渴望分析技術改進，而能為廣大羣眾所掌握的今日，特編此書，以滿足各地的需要。

本書共分十章，內除詳細地記載了快速分析法外，對配料計算，取樣加工，和實驗室設備與安全技術都加以說明，它不僅能指導當前煉鐵的生產，而對於建立實驗室亦有很大的幫助。

本書內所述及的分析方法，是由張作棟、車秉生等同志提出的初步方案，又經馮准、潘德耀、劉宅良、孫望秋等同志的進一步試驗與修正，整個試驗時間，達二個整月。現在，經過浙江化專分析教研室的檢定，已正式應用於日常分析中，並已推廣於浙江省各專區和县。隨着我校分析人員的下鄉，使它發出無限的光芒。

在編寫工作中，承黃均李、陳正華二同志的協助抄寫，深表感激。

由於在編寫和整理工作中，時間匆促，又限於作者的水平，錯誤之處，在所難免，尚希讀者多多提供修改意見，以便更正。

浙江化專分析教研室

一九五八年九月二十六日

第一章 总論

我們平时所称的鋼鉄，一般是指生鉄和鋼而言，生鉄和鋼的區別就在于含碳量的多少。含碳量在 2% 以下的叫鋼，含碳量在 2% 以上的叫生鉄。

生鉄冶煉的基本原理是用一氧化碳来还原鉄的氧化物，因为焦炭燃燒时既能发生煉鉄所需的热量，同时又能生成一氧化碳的还原剂，故煉鉄的主要原料是鉄矿石、焦炭和空气；但为了要使鉄和其他雜質的熔点降低，还要在加鉄矿石和焦炭的同时，加入适当的熔剂，最常用的是石灰石(CaCO_3)和白云石(CaCO_3 、 MgCO_3)。

生鉄是矿砂第一步的制成品，所以含雜質最多，它的含碳量约为 1.7~6.6%，有一部分是化合碳(Fe_3C)，一部分是游离碳(石墨)的状态存在的。若以其含石墨的情况和断面色泽的不同，生鉄又可分为白生鉄(即白口鉄)与紫生鉄(即紫口鉄)两种。白口鉄含錳较多，而含矽较少，其中的碳全部呈化合状态(Fe_3C)，断面是银白色，質脆、不能直接作为鑄鉄用，它的主要用途是作煉鋼的原料；紫口鉄的特点含矽多，含錳较少，而碳都成石墨狀，硫的含量不超过 0.05%，磷的含量通常亦不大于 0.3%，断面色泽为紫灰色，可作鑄鉄用。生鉄的一般規格可見下表：

名 称	矽 %	錳 %	磷(不大于)%	硫(不大于)%
紫 口 鉄	1.25~4.25	0.5~0.8	低磷鉄 0.1	0.05
			普通鉄 0.11~0.3	
			高磷鉄 0.31~1.2	
白 口 鉄	0.9~2.0	0.5~1.2	0.07~0.35	0.06~0.07

鋼是由生鉄加熔剂后再行冶煉而成。所謂煉鋼就是把生鉄放进煉鋼爐里再煉一次，把生鉄里的碳、矽、硫、磷等雜質去掉，并根

据需要調整各种元素的含量，同时还把各种气体和一切有害的杂质降到最低限度。

因此，我們在分析和判断鋼鉄的質量时，并不是以其中鉄的含量作为依据，而是根据其中鉄的碳、硫、磷、錳、矽等元素的含量多少来决定的。因为这些元素直接影响着生鉄和鋼的質量。

現在，我們就来談談这些元素对鋼鉄質量有什么关系。

碳：碳是硬化剂，也是加强剂，它使生鉄質地变硬，难于加工。

硫、錳：硫在生鉄中往往以硫化鉄状态存在，由于硫化鉄的熔点較低，使生鉄脆弱，紅热时更甚，缺乏粘性，軋軋困难，通常称为“热脆”。生鉄中硫的含量一般应小于0.35%，为了減少它的含量，可以在冶煉时加錳矿。所以当生鉄和鋼中錳的含量高时，硫的含量偏高一些是没有妨碍的。因为这时候的硫可以成为硫化錳状态，而硫化錳的熔点較硫化鉄为高。此外，錳还有使鉄增加硬度，減少紅脆性和展性的效能，一般說来，錳的含量高一些是对生鉄有利的。

磷：磷对生鉄和鋼的影响是使它們呈現冷脆性和降低鋼对冲击力量的抵抗性，因此一般的生鉄中含磷不大于0.5%，在某些加工过程中，磷能增加生鉄和鋼对大气侵蝕的安全性，使之便于加工，所以不受限制，在小高爐的冶煉过程中，一般并不控制，其含量主要决定于原料。

矽：矽可增加生鉄和鋼的硬度，富有流动性、彈性、耐酸性和耐热性等，但含量过高，則硬而脆。因此，在生鉄中矽的含量以4~5% 較为适宜。

从上述情况来看，目前在生鉄的分析工作中，主要是分析硫和錳的含量，其他元素一般情况下很少分析，或不必分析。

然而，这些杂质都来自于原料——鉄矿石、焦炭、石灰石等，因此这些原料的分析，除决定其品位外，对硫、磷等有害物質的分析，自不待言。

为了进一步了解各种原料和爐渣的技术条件，今作簡單的說明

如下:

一、鐵矿石: 鐵矿石的种类很多, 就其主要的可分以下几种:

矿 名	色 澤	主要的化学組成	Fe(%)
磁 鐵 矿	深灰色至黑色帶磁性	Fe_3O_4	72.4%
赤 鐵 矿	鉄 灰 色	Fe_2O_3	70.0%
褐 鐵 矿	深 灰 色、黑 色	$\text{Fe}_2\text{O}_3 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$	60.0%
硫 鐵 矿	金 黄 色	FeS_2	46.7%

能作为冶煉生鉄用的鉄矿石的品位是其氧化鉄(FeO)含量不少于30%, 否則在經濟价值上不合算; 至于硫鉄矿因含硫过多, 不宜用作冶煉生鉄的原料。

然而, 决定鉄矿好坏还应根据矿石中杂質的含量, 主要的元素如硫、磷、錳和鋅等。至于硫、磷、錳三元素对煉鉄的关系已于前节述及。而鋅虽不轉入生鉄, 但鋅及其氧化物都能滲在磚的隙縫內, 引起襯磚的扩長, 可能使爐壳破裂。在土法煉鉄过程中, 虽不宜过于挑剔, 但仍不失其分析价值, 尤其是硫和磷。

在鉄矿石的杂質中, 还須分析氧化矽和氧化鋁。因为它们是爐渣的組成部分, 它們的含量愈多, 則消耗的熔剂量也就要增加, 因此氧化矽及氧化鋁的含量不宜过高, 为了控制爐渣的流动性, 氧化鋁的含量最好不大于18%, 又不少于12~13%, 而氧化矽和氧化鋁的比值不能超过正常成分高爐爐渣中氧化矽和氧化鋁的比值。只有对矿石中氧化矽和氧化鋁的含量分析清楚后, 才能正确地处理配料, 特别是氧化矽的含量。

二、焦炭: 判断焦炭質量的优劣, 如以其化学組成來說, 應該注意 i) 揮发分含量, ii) 灰分含量, iii) 硫和磷, iv) 水份。土法煉鉄中虽无一定的規格, 但对硫和磷的含量仍不可很高, 下表說明一般焦炭化学組成的变化幅度:

水 分	揮 发 物	灰 分	硫	磷
2~6%	0.9~1.5%	8~14%	0.5~2%	0.01~0.05%

冶煉过程中，为了簡便起見，可只分析灰分、硫和磷三項以控制生产，分析数据可視焦炭干湿的程度，分別以干基、湿基表測都可以，但必須附加說明。

三、熔剂：主要的碱性熔剂是石灰石，石灰石中含有二氧化矽和氧化鋁过多是不好的。較好的石灰石內的氧化矽+氧化鋁的总量不超过1%，在通常的石灰石內为3%，較坏的石灰石內达到5%，虽然石灰石中的硫、磷都是有害的，但一般含量极微，可不作分析。有时为了增加爐渣內的含鎂量起見，可采用白云石。

四、爐渣：爐渣是由矿石中的杂质、焦炭中的灰分和熔剂熔化后所造成的。分析爐渣的化学成分除了可以判断冶煉情况外，而更重要的是掌握配料的依据，主要分析項目为氧化矽、氧化鋁、氧化鈣、硫及磷，而判断爐渣好坏的特征是 $\text{CaO}/\text{SiO}_2 + \text{Al}_2\text{O}_3$ ，如此比值高于1时，表示碱性爐渣，一般地說明除去硫、磷較好，爐內温度較高，可得出紫生鉄(灰生鉄)。

参 考 資 料

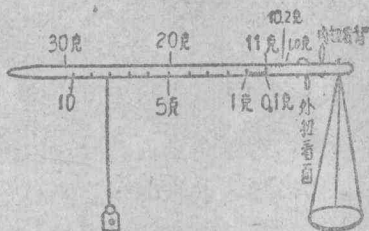
- 1) 生鉄冶金学(上册)。
- 2) 金屬冶煉及合金工業。
- 3) 本校无机物工艺教研室講义。
- 4) 高級中学課本化学第三册。

第二章 化驗的一般技术及仪器使用

§1. 化驗的一般技术及仪器使用

一、手秤使用 化驗所用的手秤与中葯店称葯的秤相同，不过單位不同，中葯店的秤是“兩、錢、分”作單位的，而化驗用的秤是以“克”做單位的，手秤有二个扭、內扭看背，10克起称，最多可称30克，外扭看面，可称10克。

称量时，可以用右手拿住秤扭，用左手稍稍旋动秤尾，使秤錘悬挂在秤杆上的位置前后移动，从而調節秤杆成水平，根据秤錘悬挂位置，就可以讀出称物量。



手 秤

图 1

称样时，要先在手秤盤上放一張干淨的小紙片；称出它的重量，然后用角匙加一些样品于紙片上，此时秤錘应悬挂在所需要重量并加上紙的重量的位置上，如果所加样品太少或太多时，可以用角匙添加或取出，但需注意，不能把样品直接放在秤盤上称，以免秤盤损坏。

二、刻度試管的使用 刻度試管是一个具有刻度的小玻璃管，上部比底部較大，其刻度單位为毫升(常用符号 ml 表示)，一大格为 1 毫升，一小格为 0.2 毫升，它是用来量取溶液或水的体积的。

量取时，溶液应沿管壁慢慢倒入，眼睛要看刻度(如量 5 毫升，就看在 5 毫升的刻度上)，当溶液弯月面 5 刻度綫相重时，就不要倒溶液，看刻度时眼睛应与刻度綫在同一水平面。

使用完毕，要立即用水冲洗刻度試管，再用毛刷刷一下，經清水冲洗后，才能把它倒轉来放好，以便下次使用。

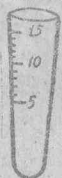
三、毛細滴管的使用 毛細滴管为一根一端拉細的玻璃管，其另

一端套有橡皮帽，必須注意：毛細滴管出口有一定大小，應該特別小心地保護，不讓它損壞，如果損壞了，就不能再用。

用毛細滴管吸取溶液時，應用手指捏住橡皮帽垂直的把毛細滴管伸入溶液液面下稍許，然後放鬆手指溶液即自動吸入毛細滴管中，然後把毛細滴管拿出，垂直的對住承受溶液的試管口、用手指輕輕地捏一下再放一下橡皮帽，則毛細滴管中的溶液就會一滴一滴的大小均勻的滴進試管中去。

使用完畢，要立刻擠出毛細滴管中剩餘溶液，並把滴管伸入清水中，借手指一緊一鬆的捏橡皮帽，使清水吸進放出，把滴管洗干淨，如果放着不洗，以後就難把滴管洗干淨。

刻度試管



刻度試管

圖 2



圖 3 毛細滴管

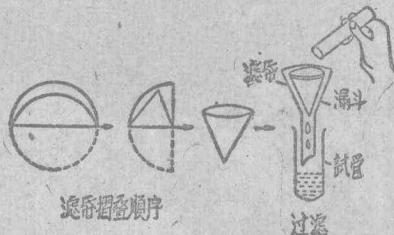


圖 4 過濾

四、過濾 通過濾紙把溶液和不溶物質分開的操作叫做過濾。過濾的方法，就是用一張折好的毛邊紙放在玻璃漏斗上，毛邊紙的折法是这样，先裁一張比漏斗口大一倍的毛邊紙，再剪成圓形，然後把紙對折一次、再對折一次，如圖所示，最後把紙分開（一邊一層，一邊三層）使成圓錐形，放入漏斗中，漏斗下放一試管，用手拿住，此時就可以把要過濾的溶液連同沉淀一起分次地倒入漏斗中（每次倒入漏斗的溶液不要超過濾紙的邊緣）清液即會流入試管中。

五、比色及比沉淀的方法 快速化驗法中，磷、錳、矽等都要用比色法測定的，而硫是用比沉淀多少來測定的。

所謂比色就是比溶液顏色的深淺，並根據顏色的深淺來決定呈

色物質的含量。比如有二个試管各放 10 毫升水，再在一个試管中加 1 滴藍墨水在另一試管中加 2 滴，分別搖勻后，那末第一根試管的藍色一定比第二根試管的淺，如果現在有一个放有藍墨水 10 毫升的試管，其顏色与上面第二根試管的顏色相同，那末这根試管中藍墨水的含量一定与上面第二根試管的一样，已知含量的第一、二根試管叫做标准色阶，不知濃度的試管叫做未知溶液，因此未知溶液的濃度可以根据顏色相同的标准来决定，这种方法叫做比色。必須注意只有呈色物質的多少与顏色深淺成比例时，才能用比色法。

在比色法时，可以取顏色深淺与未知溶液相近的标准色阶平列在一起，試管底部可以斜的襯托一块白色瓷板或白色紙板，这样就容易分辨顏色的深淺，有时候可以把标准色阶和未知溶液的位置相互調換，还可以分辨的更清楚些。比色时未知溶液的試管大小應該与标准試管大小相同，因为同一深淺的顏色，如果試管有大小也就会使溶液厚薄不同，看起来深淺就会不同。

六、加热 燒杯、三角燒瓶、瓷器等都可以用来加热，加热时，应在爐上垫有石棉网，并不时攪拌，在燒杯或蒸发皿口上，須以适当大小的表面皿复盖。

七、容量仪器

1. 容量瓶是一个有細頸的圓瓶，頸上的刻度表示瓶上所註明的体积——250 毫升，使用时先称一定量的試剂置于瓶內，并以少量水溶解，然后小心地稀釋至恰到标记为止(不可过头)，并以干燥濾紙吸去壁上的水珠，盖好盖子倒复，大力振搖 15 分鐘。

2. 移液管是用以放一定的固定体积液体的器皿，用嘴(或橡皮球)吸移液管的上口，液体就会从下面裝入，紧閉上口，液体就会被大气压力保持在移液管里面。打开上口以后，液体就流出来。待保流完后，停留 15 秒，然后以下口碰一下器壁，在放液体时，应注意持移液管的垂直。

使用前須充分洗淨移液管的內外，洗淨后用少量蒸餾水和拟裝

溶液反复冲洗，使用完毕后，应立即洗净。

3. 量筒是为了大略量取各种不同体积之液体用的，倾注液体时，应小心慢慢倒入，以免过量太多；过量的试剂，不能回入原瓶。

4. 滴定管，基本的测量器皿，是上面刻有刻度线的容量 25~50 毫升的细长玻璃管。

刻度用来指示从节门流出去液体的体积毫升数。

使用前，须用清洁剂充分洗涤并以少量蒸馏水及所装溶液冲洗数次，然后装入溶液，架于滴定架上。以左手调节节门，右手摇动（或搅拌）受器内溶液。滴加时，不可以直线注入。直到指示剂变色为止。记下消耗体积。

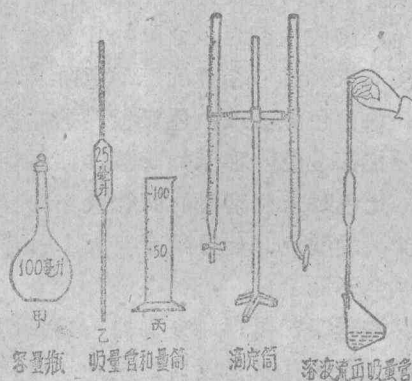


图 5

八、仪器的洗涤 所有仪器用过以后，就要洗涤干净，如果放着不洗，时间一长，就

很难洗净的。

洗涤时，一般可以先用水冲洗，再用涂有肥皂或去污粉的毛刷（或用研细的稻草灰）刷几下，再用清水一起刷，最后用雨水或澄清的溪水冲洗干净（最好用蒸馏水冲洗），绝对干净的器皿应内外不挂水珠。洗净的仪器应倒转来放好。这样做的好处，就是在第二次用时，仪器是干燥而清洁的。

对于一些细口的器皿如移液管、容量瓶、滴定管等的洗涤工作，往往须要用清洁剂（重铬酸钾和粗制硫酸的混合液）来洗涤，使用时当心眼睛和衣服，因为它具有强力的腐蚀性，使用过的清洁剂要好好回收，以作第二次再用，但若发现它颜色变绿时，表示已失去性能，在倒去无用的清洁剂时，应该稀释，倒在荒蕪的地田上，切不

可任意地倒入农田、河水或水槽、水溝中，前者会使植物、动物死亡，后者則腐蝕鉄管、损坏建筑物。

至于清潔剂的配制，可以 10 克重鉻酸鉀溶于 50 毫升水中，然后漸漸加入 175 毫升工業用濃硫酸即得（注意：絕對不能把水倒入硫酸內，而要把硫酸沿着器壁小心地倒入水內，并不时地搖动）。

§ 2. 實驗室的一般安全技术知識

一、为了保障分析数据的精确性，實驗室內必須經常保持清潔。

二、防止措施 實驗室內应备有太平桶（內裝沙泥），有条件者，备灭火机更为合适，在工作过程中，应謹慎防止起火，如炭爐安放的位置、酒精噴灯的安全檢查，操作中不擅自离开等。但是万一不幸有起火現象、不必慌張，应立即移去周圍可燃物，并以沙泥盖上，对于一些油类、酒精等着火，切不可用水澆灌。

三、實驗室中的药品，都应貼好明显的标签，对于毒物要專人保管，建立領用制度，未經管理人員的同意，不得擅自帶出，絕對不允許將化学药品私自帶回家中，以恐发生意外，儲藏硫酸、鹽酸、硝酸、液氨、乙醚、汽油、酒精等腐蝕或易燃物时，应放在阴暗的地方。

四、在操作时，应严格遵守操作規程进行，否則往往会发生人身伤害事故，今將化驗室中常遇的事故說明如下：

1. 不可嚐試溶液或气体的滋味。

2. 加热时应將器口向身外放置，或盖好表面皿。

3. 將溶液从一容器轉倒至另一容器內时，必須要沿着攪棒漸漸傾倒，同时不可弯身，將眼部迫近容器。

4. 配制硫酸时，应以濃硫酸加入水中，否則会发生爆炸。使用濃硝酸时，应帶有橡皮手套和口罩。在开启濃氨液时，应緩緩打开塞子，否則会全部冲出，发生危險。

5. 高温碱液的腐蝕性极大，故在进行氫氧化鉀熔融时，应帶有

手套、面具或眼鏡。

6. 有电器設備的實驗室還應注意触电，为此，必須經常檢查電綫、插头或电器設備的漏電情况，管理人員應經常幫助和督促使用人員遵守操作規程。

五、實驗室內應備有保健箱，其中應有包紮使用的繃帶、藥布、藥棉和碘酒；治療酸傷、碱傷和火傷的硼酸、食鹽水和其他藥物。但是，更重要的是在於受傷者當時立即的解救，例如：當濃硫酸侵入人體後，應立即用冷水沖洗，即使一時無法找到藥物，也不致發生嚴重的問題，否則，是極其危險的。

第三章 取样与制样

§ 1. 取 样

在大堆的試樣中取出小部分的且具有代表性的分析試樣，是極為重要的工作，假使忽視了這一點，往往會使分析數據完全失去價值，造成了冶煉技術上不應該發生的事故。為了避免這情況，從事分析的人員，必須要有準確的取样技術。

取样的方法一般在矿石堆的各部分每隔一定的距离以小鏟选取一小部分的試樣，然後合成一個樣品^①，經軋細拌和後，取其一定量再行粉碎^②，最後在均勻的粉樣中，取出所需的進行分析。

§ 2. 制 样

作為分析用的粉樣最好是通過 100~120 目的篩^③，但在無篩的

① 如樣品較濕，應烘干後，再行試樣的粉碎。

② 在磨細的試樣中，需要取其一部分以進行下一步工作時，可按四分法取样，就是將全部碎樣，上下前後任意搗和混合堆積，均勻混和；在中央划一個“十”字，取其任意的一角，作為下一工序的全部材料，其餘部分可以棄去。在一般的情況下，以四分法取样最有代表性。但在進行四分法時樣品應已很細時才可進行。

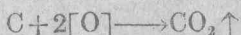
③ 若粉樣不合要求，往往會使分析工作帶來許多困難和不應有的誤差。

化驗室中可用手指捻磨、无粒狀的感觉后，即可作为分析試样。加工时，可先以鉄錘击成小块，然后在鉄鉢中搗成粒狀，并再以研鉢或研船（中葯鋪中有）等工具研成粉末。对于生鉄則可以堅硬的銼刀，磨銼各面，取其鉄屑混合后以四分法取样进行分析。在加工时，必須耐心、仔細，应尽量保証原样的成分和代表性，因此在未至細粒前，中途不可棄去任何碎样，否則会使試样在加工时的处理中变质或失去代表性；如果在加工鉄矿时，尤須注意鉄器本身的鉄屑的落入，以致增加鉄矿的含鉄量。在同一器皿中需繼續处理第二个样品时，必須要把工具充分整理清潔后才可进行粉样。

第四章 生鉄快速分析

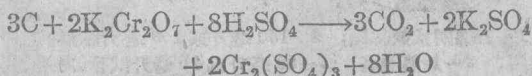
§ 1. 碳的測定

一、生鉄中碳成化合碳(Fe_3C 、 Mn_3C 等)和游离碳(石墨、无定形碳等)形态存在，但無論以什么形态存在，其測定原理都是將碳氧化成二氧化碳，然后用吸收剂吸收。

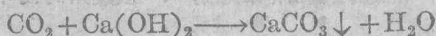


常量定碳虽相当快速，但整个操作过程均通过一整套仪器完成，仪器貴重、装置复杂，不符合小高爐分析的要求，經過試驗，得到比較簡單的定碳方法。

二、原理 在重鉻酸鉀——硫酸($\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ — H_2SO_4)溶液的作用下，生鉄中所有碳分均被氧化，放出 CO_2 (二氧化碳)。



放出的二氧化碳用过量的标准飽和石灰水吸收。



多余的 $\text{Ca}(\text{OH})_2$ 以标准醋酸 ($\text{CH}_3\cdot\text{COOH}$) 溶液滴定。



三、所需的试剂

i) 粗濃硫酸 (H_2SO_4)。

ii) 饱和石灰水 [$\text{Ca}(\text{OH})_2$] 因 $\text{Ca}(\text{OH})_2$ 易吸收空气中的二氧化碳，故用时需临时标定溶液的浓度(标法见后)。

iii) 工业用的固体重铬酸钾 ($\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$)。

iv) 醋酸 ($\text{CH}_3\cdot\text{COOH}$) 的 0.1N 标准溶液。

配法：6 毫升(ml)冰醋酸，加入 200 毫升水，稀释至 1000 毫升。

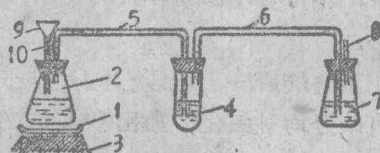
标定：用移液管准确吸取上述溶液 25 毫升，于 100 毫升之三角烧瓶中加入 25 毫升水、酚酞指示剂 8 滴，以已知浓度的氢氧化钠 (NaOH) 滴定，溶液由无色到刚至粉红色为终点，记下耗去氢氧化钠的毫升数。

$$N_{\text{CH}_3\cdot\text{COOH}} = \frac{N_{\text{NaOH}} \cdot V_{\text{NaOH}}}{25} = N$$

v) 酚酞指示剂 1% 的酒精溶液：1 克指示剂溶于 100 毫升无水酒精中。

vi) 0.1% 麝香草酚酞指示剂：溶于 0.1 克指示剂于 100 毫升纯酒精中。

四、仪器装置



- 1—石棉网或铁丝网；2—150 毫升或 100 毫升锥形瓶，3—加热设备；4—50 毫升或 25 毫升试管(内装除氯的水)；5,6—导管；7—100 毫升锥形瓶；8—橡皮滴管倒插作单向阀；9—装酸用的漏斗；10—玻璃珠。

五、操作手續

1. 于吸收瓶 7 內加入飽和石灰水 50 毫升，按圖裝好儀器、檢查是否漏氣，必要時以石臘或石膏加封接頭。

2. 稱取試樣 0.2~0.3 克及重鉻酸鉀 5~6 克，于錐形瓶 2 內，塞緊，從漏斗中緩緩加入粗硫酸 (H_2SO_4) 20 毫升，漸漸加熱，并經常搖動錐形瓶，促使其作用完全，作用不宜過快，以免吸收不完全。待氣泡停止後先卸去中間的試管（洗氣瓶），然後移掉加熱設備。

3. 于吸收瓶中滴入麝香草酚酞指示劑八滴，以標準的醋酸 (CH_3COOH) 滴定，藍色剛剛消失為終點，記下耗去的醋酸毫升數 V_1 。

4. 在 150 毫升錐形瓶中加入石灰水 50 毫升，指示劑 8 滴，同樣以標準醋酸滴定到終點，記下耗去醋酸的毫升數 V_2 。

六、計算

$$C\% = \frac{(V_2 - V_1) \times N_{CH_3COOH} \times \frac{12}{2000}}{W} \times 100 = \quad \%$$

式中： N_{CH_3COOH} ：為醋酸的濃度；

W ：為稱取樣品的重量。

§2. 磷、錳、矽的聯合快速分析

一、原理 磷(P)、錳(Mn)、矽(Si)的測定方法都基於比色法，由於它們都能和某種試劑作用而產生顯明的顏色，這種顏色的深淺和試樣成正比，因此我們可以利用已知含量的標準色階和已着色的樣品比較，然後根據它們之間顏色的異同，作出含量若干的結論。

二、所需的試劑

1. 溶樣混酸：50 毫升比重為 1.84 的硫酸 (H_2SO_4) 18 毫升濃 HNO_3 (硝酸) 逐漸加到 200 毫升水中，稀至 1 升。

2. 定錳用的混酸：15 毫升濃磷酸 (H_3PO_4) 逐漸加到 200 毫升