



哈尔滨工业大学

實用化學分析法

SHIYONG HOAXUE FENXIFA

(第一集)

哈尔滨工业大学化学分析室

1959

实用化学分析法，介绍了我校化学分析室一年多来所采用的分析方法。内容包括钢铁、有色金属、铁矿石、硅酸盐、碳酸盐、煤炭等的分析方法。书中简单地介绍了方法原理，对操作手续则详细叙述，使操作者易于掌握。

本书所用的分析方法，都是参考部颁标准，并结合了一年多来的生产实际而加以改进的方法。此外本书还介绍了化学分析室的主要设备，可作为新建化验室参考。

本书适用于工厂、高等学校与科学研究机关化验室与从事化学分析工作者的参考。

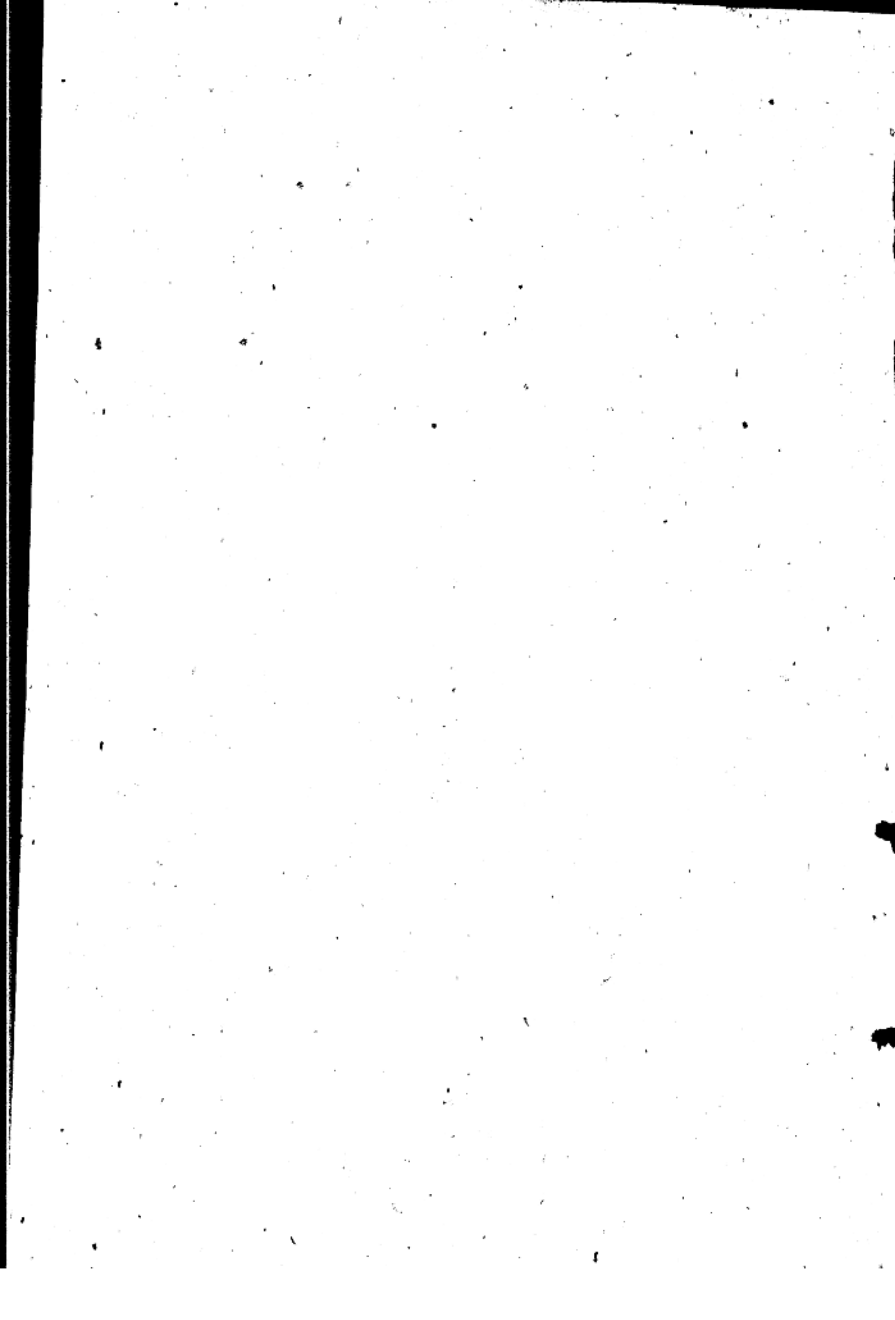
前 言

在党的“鼓足干劲、力争上游，多快好省地建设社会主义”总路线的光辉照耀下，在党的一整套两条腿走路的方针指导下，我国工农业生产以空前的高速度在飞跃地发展着。扩建和新建的厂矿企业遍地林立，不仅城市办工业，而且县和人民公社也办工业。为了适应这种生产大跃进形势的需要，各地都普遍地建立了分析化验室，大量地培养了分析化验人员。哈尔滨工业大学化学分析室，就是在这种情况下，于1958年初正式成立的。化学分析室自成立以来，一方面保证了本校教学和开展科学研究工作的需要，一方面接受了黑龙江省和哈尔滨市所属四十五个市县、八十五个厂矿的委托分析，有力地支援了工农业生产建设事业。

本书汇编了本校化学分析室成立以来所采用的各种分析方法。这些方法所用的仪器简单，操作也易于掌握，可供各地从事分析化验工作的同志们参考。但由于水平所限，缺点和错误在所难免，我们诚恳地希望关心本书的读者，及时提出批评和建议，以使我们在以后的工作中加以改进。

哈尔滨工业大学化学分析室

1959年12月



目 录

總 論

第一章 實驗室仪器使用規則.....	(9)
第二章 試样的制备和处理.....	(10)
第三章 化学分析室主要設備.....	(13)

第一部份 金 属 分 析

第一章 鋼鐵分析.....	(15)
第一节 鋼鉄中总碳的气体容量測定.....	(15)
第二节 鋼鉄中硫的測定.....	(18)
第三节 鋼鉄中錳的測定.....	(21)
第四节 鋼鉄中磷的比色測定.....	(22)
第五节 鋼鉄中硅的重量法測定.....	(24)
第六节 鋼鉄中硅的光电比色測定.....	(25)
第七节 普通鋼中錳、硅、磷三元素的快速測定.....	(26)
第二章 合金鋼的分析.....	(30)
第一节 合金鋼中鉻的測定.....	(30)
第二节 合金鋼中鉻鉍的連續測定.....	(32)
第三节 合金鋼中鎢的重量法測定.....	(33)
第四节 合金鋼中鉍的光电比色測定.....	(35)
第三章 鐵合金的分析.....	(36)
第一节 硅鉄中硅的測定.....	(36)
第二节 低碳鉻鉄中鉻的測定.....	(37)
第三节 鈹鉄中鈹的測定.....	(38)
第四节 錳鉄中錳的測定.....	(40)

第四章 銅合金的分析	(41)
第一节 純銅的測定	(41)
第二节 青銅中銅的測定	(42)
第三节 黃銅中銅的測定	(43)
第四节 青銅中銅鉛的同時測定	(43)
第五节 銅合金中錫的測定	(44)

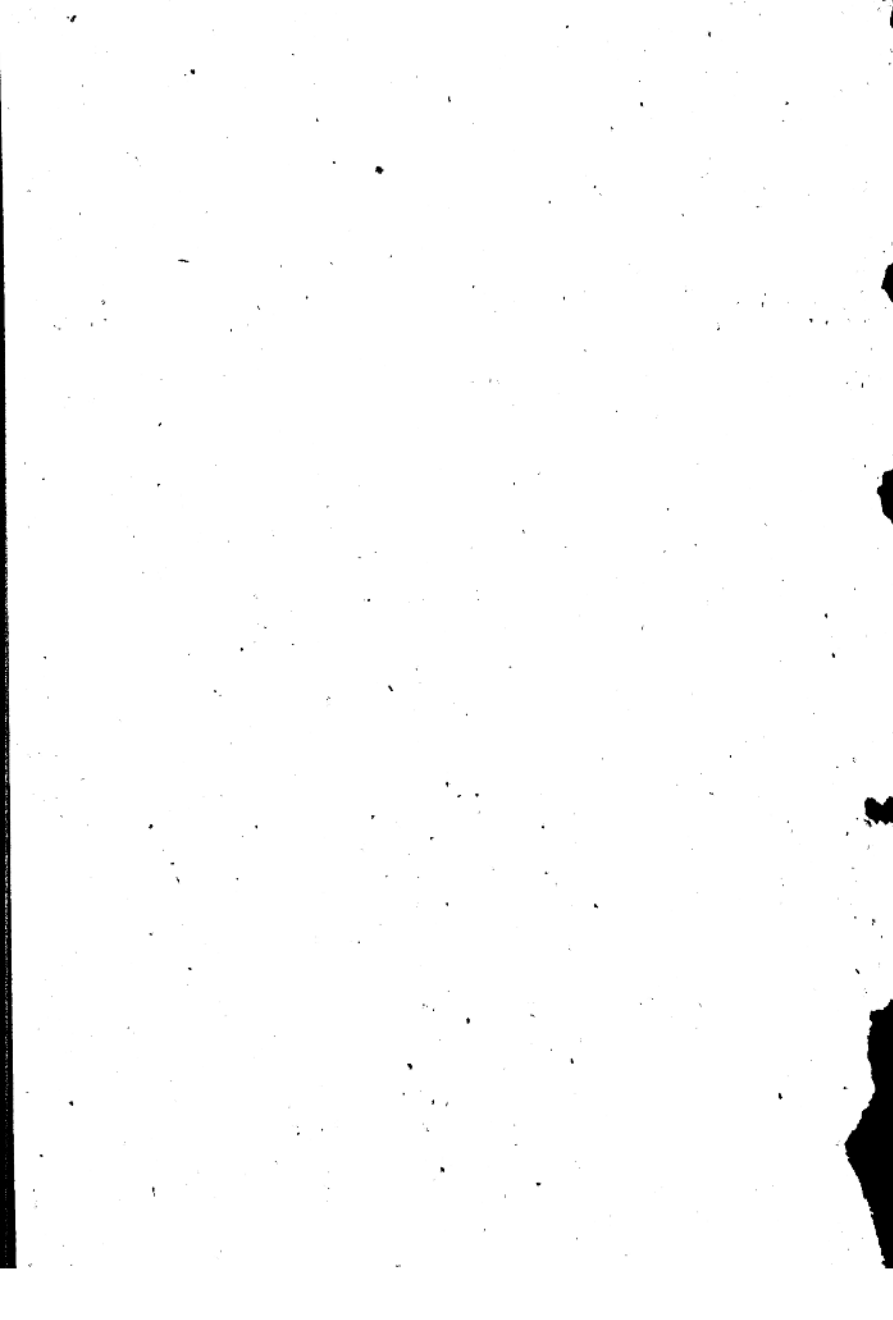
第二部份 矿物原料分析

第一章 硅酸盐的分析	(47)
第一节 粘土、耐火土等的分析	(47)
一、附着水份的測定	(47)
二、灼烧減量的測定	(47)
三、二氧化硅的測定	(48)
四、三氧化二物的測定	(49)
五、三氧化二鉄的測定	(51)
六、三氧化二鋁的測定	(53)
七、氧化鈣的測定	(53)
八、氧化鎂的測定	(54)
九、EDTA快速法測定鈣鎂	(56)
十、氧化鉀、氧化鈉含量的測定	(59)
十一、氧化鉀的測定	(60)
十二、氧化鈉的測定	(61)
第二节 矿渣的分析	(61)
一、二氧化硅的測定	(61)
二、三氧化二物的測定	(61)
三、全鉄的測定	(62)
四、氧化亞錳的測定	(62)
五、三氧化二鉄的測定	(62)
六、三氧化二鋁的測定	(62)

七、氧化亚铁的测定.....	(62)
八、氧化钙的测定.....	(62)
九、氧化镁的测定.....	(62)
十、硫的测定.....	(62)
第三节 石英石的分析.....	(63)
一、二氧化硅的测定.....	(63)
二、三氧化二物的测定.....	(63)
三、三氧化二铁的测定.....	(64)
四、三氧化二铝的测定.....	(64)
五、氧化钙的测定.....	(64)
六、氧化镁的测定.....	(64)
第二章 碳酸盐的分析.....	(64)
第一节 石灰石的分析.....	(64)
一、附着水份的测定.....	(64)
二、灼烧减量的测定.....	(64)
三、二氧化硅的测定.....	(64)
四、三氧化二物的测定.....	(65)
五、三氧化二铁的测定.....	(65)
六、三氧化二铝的测定.....	(65)
七、氧化钙的测定.....	(65)
八、氧化镁的测定.....	(65)
第二节 白云石的分析.....	(65)
一、附着水份的测定.....	(65)
二、灼烧减量的测定.....	(65)
三、二氧化硅的测定.....	(65)
四、三氧化二物的测定.....	(65)
五、三氧化二铁的测定.....	(66)
六、三氧化二铝的测定.....	(66)
七、氧化钙的测定.....	(66)

八、氧化鎂的測定.....	(66)
第三节 鐵砂分析.....	(66)
一、二氧化硅的測定.....	(66)
二、三氧化二物的測定.....	(66)
三、氧化鈣的測定.....	(66)
四、氧化鎂的測定.....	(67)
第三章 煤, 石墨的分析.....	(67)
一、附着水份的測定.....	(67)
二、揮发份的測定.....	(67)
三、碳份的測定.....	(67)
四、灰份的測定.....	(68)
五、灰份的全分析.....	(68)
第四章 石膏的分析.....	(68)
一、二氧化硅的測定.....	(68)
二、三氧化二物的測定.....	(68)
三、三氧化二鐵的測定.....	(68)
四、二氧化二鋁的測定.....	(69)
五、氧化鈣的測定.....	(69)
六、氧化鎂的測定.....	(69)
七、硫酸根的測定.....	(69)
第五章 螢石中氟化鈣的測定.....	(70)
第六章 鐵礦分析.....	(71)
一、二氧化硅的測定.....	(71)
二、三氧化二物的測定.....	(71)
三、氧化亞錳的測定.....	(72)
四、氧化鈣的測定.....	(73)
五、氧化鎂的測定.....	(74)
六、全鐵量的測定.....	(74)
七、氧化亞鐵的測定.....	(74)

八、三氧化二铁的测定.....	(76)
九、三氧化二铝的测定.....	(76)
十、硫的测定.....	(77)
十一、磷的测定.....	(78)
第七章 锰矿中锰的测定.....	(79)
第八章 硫铁矿中硫的测定.....	(80)
第九章 铅锌矿中铅的络合滴定.....	(81)
附 录	
一、元素的原子量表.....	(84)
二、分子量及化学式量表.....	(85)
三、重量分析用换算因数.....	(88)
四、矿物原料分析结果误差范围.....	(97)
五、钢铁分析结果误差范围.....	(100)



总 論

第一章 實驗室仪器使用規則

一、白金器皿使用規則

白金器皿在實驗室为貴重仪器，因为它具有較高的化学稳定性，良好的导电、导热性及耐高溫等。因此在使用时必须嚴格遵守下列各点：

1. 所有白金器皿在加热、灼烧和熔融时都应在火焰的氧化焰部份进行，灼烧时避免与铁器接触，灼热的白金器皿应用白金钳取拿。

2. 白金器皿不能用手揉压，以免产生变形。

3. 在下列情况不能使用白金器皿，

① 碱金屬氧化物、氢氧化物、氧化鋇等的熔融。

② 不能处理鹵素及能析出鹵素的物質如王水、盐酸和二氧化錳、氯化物和硝酸盐的混合物，亚硝酸盐和碱金屬氟化物。

③ 不能灼烧易还原的重金屬如鉛、錫、鋅、汞、銅等的氧化物和盐类、有还原剂存在（如滤紙等）的含硫、磷等化合物。

④ 不能在氨、二氧化硫及揮发性氯化物的气氛中使用。

4. 应用下列方法洗淨白金器皿。

紧粘在器皿上的物質，不能用玻璃磨擦，应用下法处理：

① 在不含硝酸的盐酸或不含盐酸的硝酸中煮沸。

② 用碳酸鈉、焦硫酸鉀（或硫酸氢鉀）和硼砂熔融。

二、天秤使用規則

天秤为分析化学實驗室精密的仪器，它的准确度直接影响到分析的准确度，因此必須注意天秤的使用和維護。

1. 天秤最好安放在一个单独房間內，且放在固定的水泥台上，室內不能有蒸气和烟气，同时要尽量避免其受震动如開門走路等。

2. 在使用天秤前必須了解天秤的性能和操作方法，特別是電動天秤；

3. 天秤稱量不能超過負荷、不能稱過冷過熱的物質，不能稱量具有揮發性和強烈腐蝕性的物質；

4. 稱量前先檢查天秤零點、靈敏度、稱量時應將天秤前門，左右門關閉，稱量後應將砝碼放回盒內，取砝碼時應用砝碼鉗。

5. 在天秤罩內應放乾燥的氯化鈣和硅胶等吸水物質。

三、比色計使用規則

1. 比色計應放在單獨房間或酸氣蒸氣少，陽光不太強烈的房間內，並且要蓋以木匣，內放硅胶等吸水物質；

2. 使用比色計必須弄清各開關的作用和使用方法；

3. 比色計的重要部份在於光電管和光電池，因此必須避免其受潮和直接受光的照射；

4. 比色槽使用前後必須洗淨，并用軟布擦干，粘合的比色槽不要用強酸強鹼處理；

5. 濾光片應保持清潔無灰塵，否則可用軟紙、綢緞或布蘸以酒精揩之。

四、高氯酸使用規則

1. 當煮沸高氯酸時，所產生蒸氣與有機物和易氧化的無機化合物如三價銻等接觸易發生爆炸。因此在蒸發溶液以前，應先加 HNO_3 處理。

2. 使用高氯酸應在通風廚內進行，工作者不要帶橡皮手套，容器最好用金屬夾取拿。

第二章 試樣的製備和處理

一、礦物原料分析試樣的製備

1. 取樣：分析試樣的特點在於它的平均性，即分析樣品的成份

确实符合于矿物原料的平均成份，否則，虽然分析化驗得十分精确，但其結果沒有任何意义，甚至造成物質財富的巨大損失。

平均試樣的采取分二個步驟：現場采样（不少於 100 克）和分析化驗室取樣（不少於 20 克），通常現場采样不是化驗室工作人員的任務，所以這裡只說明實驗室的取樣方法。

將送來試樣用鋼鎚在特种鋼板上打碎，使其顆粒大小在 0.2~0.5 厘米之間，然後將樣品在油光紙上（或膠布）做成圓形，按四分法取其半量于鋼研鉢中搗成粉末（如果試樣很多，可按四分法多分幾次）。使試樣用 120~150 篩孔篩過，并在 100~105°C 烘乾，保存于稱量瓶內或特制的小口袋中。



鋼研鉢最好是阿皮赫研鉢，系利用錳鋼做成的。如果沒有這種研鉢，可利用象藥房用的那種鐵研鉢，但只能搗，不能研磨，否則會有大量鐵質進入試料中。

研鉢

2. 樣品的分解，多數礦石不能用酸直接溶解，特別是金屬礦石。實驗室分解樣品視不同礦石而採用不同方法。對於硅酸岩，碳酸岩和耐火材料等，多採用碳酸鈉（鉀）和過氧化鈉熔融，因為這些礦物都是酸性的；反之，若是鹼性礦物如高鋁矽土等，多採用酸性溶劑如焦硫酸鉀等。這樣，樣品經過熔融後，便能轉化為能溶於水或酸的物質。

對於金屬礦石，多採用不同的酸如硫酸、硝酸、鹽酸、磷酸、高氯酸和氫氟酸等或它們的混酸進行分解。有的礦石則能被溶解，如含鐵在 70% 以上的赤鐵礦可被鹽酸直接溶解。如酸所不能溶解的礦石，可先用酸溶，不溶殘渣再進行熔融。

有的礦石例如銅礦，可用氫氧化鈉在銀杯中直接熔融。

實驗室中進行物料的溶融都是在坩堝中進行，這些坩堝是：鉑、

鎳、鉄、銀和石英坩堝，由于这些坩堝的性能不同，因此所熔矿石不同，所用的熔剂也不同。

应用白金坩堝时，不能熔融重金属矿石，不能应用过氧化鈉。只能用碳酸鈉或焦硫酸鉀等。应用鉄鎳坩堝时，除了硼酸鈉外，一般都可采用。但对于鉄矿、鎳矿以及鉄和鎳对测定有干扰的就不能应用。銀坩堝和石英坩堝只能应用过氧化鈉，氢氧化物等熔剂。

二、金屬試樣的制备

1. 取样：鋼鉄、鉄合金，合金鋼及有色金屬的取样一般由委託单位用鉋、鉗床取好，同样要求試樣的均匀性，且顆粒愈細愈好。

接受試樣須符合下列条件：

- ① 金屬試樣应为細屑和粉末状，表面不应有氧化物；
- ② 金屬試樣必須于淨无油，也不能有木屑和其他金屬；
- ③ 对于鉄合金，可送块状，由實驗室給加工、打碎、研細。

2. 金屬試樣的溶解：

金屬和有色金屬一般都能溶于酸或碱中，至于采用那种酸和碱应看金屬的种类，測定方法和不影响下步測定为原則，具体如下：

鉄鎳鎳：溶于硝酸，稀硫酸和盐酸；

鎢鉬：溶于硝酸；

鉛鋅：溶于盐酸，稀硫酸和硝酸也溶于苛性碱中；

銅鉛：溶于硝酸和加热的硫酸；

汞銀：溶于硝酸，不溶于盐酸和硫酸；

鉑金：溶于硝酸和盐酸的混酸；

鉻鈳：溶于盐酸，高氯酸和稀硫酸；

如果用酸、混酸和碱达不到溶解目的时，則应先用酸溶，然后将残渣熔融。

对于鉄合金，一般都采用碱鈉鉋，即用过氧化鈉和碳酸鈉或碳酸鉀在鉄或鎳坩堝中进行。

第三章 化学分析室主要設備

設 备 名 称	規 格	类 型	制造国家	备 註
精密分析天秤①	称量 200 克, 精密度 1/10 毫克	Texhobec Meorta A-2	苏联	联克国
光学分析天秤②	同 上	1-200-1 型	中 国	国 国
鋼鉄定碳爐③	1350°C 用碳 矽棒加热	Siemens-pian-ia CSBO-1 仿东德	东 德 国	中 国
容积定碳仪④		Strohlein & CO. thaus-seuthe 式	中 东 中	德 国 各玻璃厂均有制造
双臂光电比色計⑤	Vi SO Ma T	Vi SO Ma T	东 中	德 国
光电池⑥	光电比色計附件			
極譜分析仪⑦	自动照象式 自动记录式	V-301	捷 中	克 国
氢离子浓度測定計⑧	PH0~14 准确度 ± 0.5	RFT158	东 中	德 国
高溫爐(馬弗爐)⑨	溫度 1100°C	KO-14 仿东德 KO-14	东 中	德 国
有色金屬元素电解分析器⑩			中	国
汞阴極电解分析器⑪	四联型电动攪拌式 玻璃电解槽, 电动攪拌器, 电表、电阻		中	国
鉑金电極(全套)⑫	阴極网状, 阳極网状或螺旋状阴極高 5 厘米, 直徑 2.5 厘米		中	国 可以用鉑米加工

白金坩埚④	30毫升	中	国	同	上
白金坩埚⑤	50毫升	中	国	同	上
白金蒸发皿⑥	150 毫升	中	国	同	上
电热恒温箱⑦	200°C, 220V	中	国		
电热恒温箱⑧	300°C, 具电 动空 气流调节 220V	中	国		
电热板⑨	三温开关600-1200 -1800, 450 × 300耗	中	国		
真空抽气机⑩	H.P 1/4单相220V	中	国		
碳砂棒⑪	高温瓷和定碳爐附 件 8/180/60m.m 8/150/150m.m	中	国		
标准筛⑫	40~200孔一套	中	国		

上表說明：

1. 分析室主要設備是根据我分析室所有的設備情况所列；
2. 所有設備，在國內能自制者，均尽量介紹國貨，但因所了解到 者很少，故不能詳列；
3. 所介紹的設備中，沒有數量一栏，可根據各新建分析化学實驗室的情况酌量購買；
4. 玻璃仪器与耐高溫器皿不作介紹。

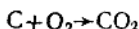
第一部份 金属分析

第一章 鋼鐵分析

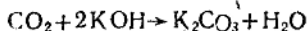
第一節 鋼鐵中總碳的气体容量測定

原理 碳在鋼鐵中以游离状态及化合碳的形式存在，例如： FeC ， Mn_3C ， Cr_5C_2 ， Cr_3C_2 ， Cr_2C_3 ， WC ， MoC 等。一般低碳鋼含碳0.05~0.3%，中碳鋼含碳0.3~0.7%，高碳鋼含碳0.7~1.7%。

用气体容量法測定总碳量的原理是将試料（生鉄，鋼鉄，合金等）放在特制的磁管内，在管状电爐中加热到1100~1250°C，通以氧气，此时鋼鐵中所有的碳（游离碳及化合碳）均氧化为二氧化碳气体：



生成的二氧化碳与过量的氧气，通入特制的仪器中，利用量气管量出混合气体（ $\text{CO}_2 + \text{O}_2$ ）的体积 V_1 ，然后利用仪器上的水准瓶将气体压入盛有 KOH 溶液的吸收器中，由于 CO_2 与 KOH 作用，混合气体中的 CO_2 全被 KOH 所吸收，其反应如下：



混合气体经过 KOH 溶液以后， CO_2 即被吸收，而剩下的氧气用水准瓶重新压入量气管中，記下所剩气体容积 V_2 （即不被 KOH 所吸收的氧气）。 $V_1 - V_2$ 即等于被吸收的 CO_2 的体积，根据这部份体积，可以計算出試料中的碳的含量。事实上，为方便起见，在量气管旁有标明碳含量的刻度尺，量气管旁的刻度尺是将含碳1%的試样1克在16°C和气压760毫米汞柱高时所发生 CO_2 的体积刻为一大格，因此，当称样为1克时碳的百分量可直接由尺上刻度讀出。

儀器裝置

1. 氧气筒，