
国际标准分析方法译丛

钢铁化学分析国际标准

第 二 辑

学术期刊出版社

国际标准分析方法译丛

钢铁化学分析国际标准

第二辑

江苏工业学院图书馆 等 编译
藏书章

学术期刊出版社

钢铁化学分析国际标准（第二辑） 王玉兴等编译

学术期刊出版社出版 北京昌平百善印刷厂印刷
新华书店北京发行所发行

850×1168毫米 1/32 印张10.375 字数230千
1988年10月第1版 1988年10月第1次印刷
印数1——3000册

ISBN 7-80045-118-6/TG·1

定价：4.00元

内 容 简 介

钢铁化学分析国际标准（第二辑）主要介绍钢铁（包括铸铁）标准中镍铜的各种分析方法（化学分析法、光度法、原子吸收法及电化学法）和这些方法研究制订中各国的不同学术见解与国际合作研究报告以及ANSI/ASTM、JIS、ГОСТ标准中有关镍铜的分析标准。本书还介绍了钨铁中测定钨、钛铁中测定钛、钢的样品和试件的选取与制备的国际标准方法。为了让读者更好地理解国际标准，本书一并编入了部分ISO有关制订国际标准的指导性文件和重要资料。

本书可供企事业单位、商检部门和测试中心的化学分析人员、质量监控人员和标准研究制订人员使用，也可作为大专院校分析化学专业师生参考用书。

前 言

我国正在积极研究和采用国际标准与国外先进标准，以确保产品质量、加速生产发展。现在又进一步提出，企业升级、产品价格都要和标准挂勾，同时指出，理化检验方法以采用国际标准为主。关于国际标准和国外先进标准的研究、采用与实施，对于钢铁产品的生产单位和使用单位，都成为一个极为现实和十分重要的课题。

国际标准化组织（ISO）的主要任务，是研究制订标准化工作导则并制订和出版国际标准，这些国际标准被公认为是权威的为国际贸易中技术仲裁的通用方法。

国际标准化组织钢技术委员会（TC17）第1分委员会〔SC1，即钢铁（包括铸铁）化学成分测定委员会〕在秘书国的主持下，经过各成员国几十年的共同努力，已研究制订了一批钢铁化学分析国际标准方法，并正在继续制订一系列的标准方法。

为了帮助企事业负责人、质量监控人员和分析工作者了解、掌握和采纳国际标准，由ISO/TC17/SC1国内工作网组织并得到冶金部分析情报网的大力支持，将系统地编译钢铁化学分析国际标准方法及有关国际合作研究报告和文献资料，同时介绍主要工业国家的有关标准。

本集主要介绍钢铁（包括铸铁）中镍和铜的各种分析方法，这些方法研制中各国的不同学术见解与国际合作研究报告以及ANSI/ASTM、JIS、ГОСТ标准中有关镍铜的分析方法。参加本集翻译工作的有：张瑛琪、曹宏耀、柯瑞华、毛希敬、李定秀、杜书深、刘琴、张振武、徐守业、张少棠、魏绵、顿宝成、肖生、禾水、王乔、朱琳、阎美占等，王玉兴负责主编并对全稿作了总校对。

由于编译者水平有限，错误之处在所难免，敬请指正。

ISO（国际标准化组织）概况介绍

当今世界上两个比较大的国际性专业标准化机构：一个是国际标准化组织（International Organization for Standardization—ISO）；另一个是国际电工委员会（International Electro-technical Commission—IEC）。

就冶金系统来说，ISO与我们的关系更为密切，因此，这里侧重介绍ISO的情况。

ISO的宗旨和目的在于便于国际之间的协调和工业标准的统一。

它的工作范围，包括除去电气和电子工程以外的所有技术领域。

ISO的工作是由其所属的技术组织完成的。世界各地每年上万名专家参与这些组织中工作，其中也包括我们中国。

现在就国际标准化组织的来历、机构、成员、制订标准步骤以及工作成果，简要介绍如下。

一、来历

国际标准化工作首先开始于电工领域，在其它技术领域中发展国际标准是从本世纪的30年代开始的。国际标准化组织在1947年2月宣布正式成立，其前身是国际标准协会（ISA）。它是世界上最大的具有民间性质的标准化机构，不属于联合国，但与联合国的一些组织保持着密切联系。

随着我国国民经济的发展和国际交往的增加，我国于1978年6月申请参加这个组织，于1987年9月1日正式成为ISO成员国。

二、组织机构

1. 全体成员大会——是ISO的最高权力机构。全会每三年召开一次。

全体会议的任务是讨论通过有关决议和方针，规定今后的任务；改选各级领导（包括选举理事会成员和ISO主席）。

第13届全体成员会议，于1985年9月在日本东京举行的。

2. 理事会（Council）——在全会闭会期间，由理事会具体行使职权。理事会是ISO的事务领导机构，其职权是：

- （1）为成员大会准备决议；
- （2）决定成立新的技术委员会（包括规定任务）；
- （3）指定秘书国；
- （4）讨论国际标准化中的主要问题。

理事会成员，共18名。英、德、法、美、苏、日6个国家为常任理事国。我国是理事国成员之一，包括发展中国家和东欧各国12个国家。成员国任期是三年。理事会每年召开一次。闭会期间由理事会执行委员会、技术委员会负责处理闭会期间的工作。

理事会下设有：

a) 认证委员会（CASCO——Committee on Conformity Assessment）；

b) 消费者政策委员会（COPOLCO——Committee on Committee on Consumer Policy）；

c) 发展委员会（DEVCO——Development Committee）；

d) 情报委员会（INFCO——Committee on Information）；

e) 标准物质委员会（REMCO——Committee on Reference Materials）；

f) 标准化原理委员会（STACO——Committee on Standardization Principles）。

3. 中央秘书处（Central Secretariat）——它是理事会和理事会下设的各委员会及其附属机构的办事机构。换句话说，ISO日常行政事务都由中央秘书处负责。

中央秘书处设在瑞士日内瓦，由来自20多个国家的上百名工作人员组成。

4. 技术委员会 (Technical Committee) ——它的基本任务是负责制订国际标准。

技术委员会的成立是由理事会决定的。其工作范围是由技术委员会代表理事会批准的。在既定的工作范围以内, 技术委员会自行决定自己的工作计划。

在技术委员会范围内, 为适应工作的需要, 技术委员会可再设立分委员会或工作组。

5. 分委员会 (Sub-committee) ——负责该技术委员会工作计划中具体标准研究项目。

6. 工作组 (Working Group) ——是由若干个专家组成的标准工作准备小组。在一定期限内, 完成既定的任务以后, 即告解散。

每个技术委员会和分委员会都指定有一个国家担任秘书处工作。秘书处与各成员团体保持密切联系。

凡是ISO成员国都有权参加技术委员会、分委员会和工作组中你所关心的标准项目工作。

参加者分积极成员 (Participation member), 通称P-成员, 有表决权和参加会议的义务; 通讯成员 (Observer member), 通称O-成员, 没有表决权, 但可从技术委员会和分委员会工作中得到文件资料。

三、组织成员

现在世界上有90个国家的标准化团体参加了这个组织。

根据ISO章程规定, 其成员团体是在一个国家内最有代表性的标准化机构。每个国家只有一个这样的团体可享有ISO成员资格。在我国就是国家标准局。

ISO尽管是群众性组织, 但70%以上成员是属于官方政府机构和组织。其余30%虽不属政府机构, 但也都与本国政府行政管理机构保持密切关系。

四、标准制订步骤

每个国际标准都是ISO成员团体之间协商的成果，也可以说是国际协商的成果，或者说是各国家标准的产物。

根据ISO规定，国际标准的制订，通常经过以下步骤：

1. 首先提出新的工作项目，纳入工作计划；

2. 然后，将新的工作项目呈交中央秘书处登记备案，提供给成员团体研究并提出意见。经几次反复形成建议草案（DP—Draft Proposal）；

3. 取得比较一致意见以后，第三步是通过中央秘书处将此建议草案予以登记注册，成为国际标准草案（DIS—Draft International Standard）。

4. 将此国际标准草案，在成员团体中经过正式表决得到75%以上多数P-成员团体投票通过。

5. 将此投票通过的国际标准草案再返回到中央秘书处，提交理事会审查批准。

6. 经理事会审查批准后，即成为国际标准。

7. 最后，出版、发布。

为适应新技术发展和新的质量要求，不超过五年的周期，技术委员会必须对提出的国际标准进行复审。通过复审决定这个标准是否应该重新确认；进行修订或者予以撤消。

上述大量工作主要靠通讯方式进行。在必要情况下，通过定期召开国际会议讨论决定。

第40届理事会批准在两年之内试行一种新的工作方法，即在迅速发展的技术领域试行捷径法：

（1）任何一个ISO技术委员会的积极成员（P-成员）在征得ISO技术委员会（Technical Board）同意后均可将某一现行标准提交作为DIS予以投票；

（2）中央秘书处收到这种建议后，将采取必要行动在ISO内部进行联合投票。投票期为6个月，如果得到投票数的75%赞成，该标准将作为ISO标准出版。

五、工作成果

ISO的主要成果是国际标准。对ISO的成果是根据已制订多少标准和这些标准的效果来评价的。

截止到1986年9月，ISO已制订标准6172个。

冶金部情报标准研究总所

陈恒庆 编译

目 录

一、丁二酮肟重量/容量法测定钢铁中的镍及国际 合作研究文献·····	(1)
二、丁二酮肟分光光度法测定钢铁中的镍及国际合 作研究文献·····	(61)
三、火焰原子吸收光谱法测定钢铁中的镍及国际合 作研究文献·····	(89)
四、ASTM、JIS、ГОСТ测定钢铁中镍 的标准方法·····	(125)
五、2, 2'-联喹啉分光光度法测定钢铁中的 铜及国际合作研究文献·····	(183)
六、火焰原子吸收光谱法测定钢铁中的铜 及国际合作研究文献·····	(193)
七、ASTM、JIS、ГОСТ测定钢铁中 铜的标准方法·····	(215)
八、钢一样品和试件的选取与制备·····	(257)
九、钨铁中钨的重量测定法·····	(264)
十、钛铁中钛的容量测定法·····	(270)
十一、ISO/TC17/SC1的重要文件资料·····	(277)

一、丁二酮肟重量/容量法

测定钢铁中的镍及国际合作研究文献

• • • • •

(一) 重量/容量法测定钢铁中的镍

(ISO/DIS4938—1987)

(二) 关于容量法 (文件17/1N413E提出) 测定钢铁中镍的研究及分析方法 (17/1N434E, 1979-01-07)

(三) 各国对文件 17/1N434E 的意见 (17/1N484E, 1981-12-25)

(四) 瑞典关于丁二酮肟沉淀法测定合金钢中镍的不完全沉淀和共沉淀的研究 (17/1N472E, 1981-11-30)

(五) 第6工作组关于重量/容量法测定钢铁中镍的报告 17/1N598E, 1984-03-21)

(六) 日本对WG6报告〔文件17/1N598E (WG6N3) 〕的意见

(七) 关于重量/容量法 (DP4938E, 17/1N642) 的重要意见 (17/1N679E, 1986-04-25)

(八) 各成员国关于ISO/DP4938的意见及SC1秘书处的处理结果 (17/1N690E, 1986-07-18)

(九) 关于容量/重量法 (DP4938) 测定钢铁中镍的说明 (17/1N641E, 1986-07-19)

(一) 重量/容量法测定钢铁中的镍

(ISO/DIS 4938, 1987)

1. 应用范围和领域

本国际标准规定用重量法或者容量法测定钢铁中的镍。

本法应用于测定0.5~30% (m/m) 的镍。

2. 引用标准

ISO377 钢一样品和试件的选取与制备。

ISO385/1 实验室玻璃器皿—滴定管—第1部分：通常要求。

ISO648 实验室玻璃器皿—刻度移液管。

ISO1042 实验室玻璃器皿—刻度容量瓶。

ISO4793 实验室多孔过滤坩埚，孔隙度等级、分类和牌号。

ISO5725 试验方法的精密度—实验室间试验确定重复性和再现性。

3. 原理

用适宜的酸溶解试样。

以丁二酮肟将镍沉淀出。如试样中含有钴，用高铁氰化钾将其氧化；如果铜与钴同时存在，则以电解法除去为好。

用酸溶解沉淀并过滤，随即进行第2次丁二酮肟镍沉淀。

若用重量法完成测定，则称量干燥过的丁二酮肟镍沉淀。

如用容量法完成测定，则在用酸溶解沉淀后，用锌标准溶液反滴定EDTA·Na₂溶液，以二甲酚橙作指示剂。

4. 试剂

分析时，除另有说明外，仅使用认可的分析纯试剂和蒸馏水或与蒸馏水纯度相当的水。

4.1 硫酸氢钠 (NaHSO₄)。

4.2 冰醋酸 (ρ约1.05g/ml)。

4.3 盐酸 (ρ约1.19g/ml)。

- 4.4 盐酸 (ρ 约1.19g/ml) : 稀释为 (1+1)。
- 4.5 盐酸 (ρ 约1.19g/ml) : 稀释为 (1+99)。
- 4.6 氢氟酸 (ρ 约1.15g/ml)。
- 4.7 硝酸 (ρ 约1.40g/ml)。
- 4.8 硝酸 (ρ 约1.40g/ml) : 稀释为 (2+3)。
- 4.9 高氯酸 (ρ 约1.54g/ml)。
- 4.10 高氯酸 (ρ 约1.54g/ml) : 稀释为 (1+49)。
- 4.11 硫酸 (ρ 约1.84g/ml)。
- 4.12 盐酸-硝酸混合酸: 将3体积的盐酸 (4.3) 和1体积的硝酸 (4.7) 混合。现用现配。
- 4.13 氨溶液 (ρ 约0.90g/ml)。
- 4.14 氨溶液 (ρ 约0.90g/ml) : 稀释为 (1+1)。
- 4.15 氨溶液 (ρ 约0.90g/ml) : 稀释为 (1+3)。
- 4.16 醋酸铵溶液 (200g/L)。
- 4.17 柠檬酸铵缓冲溶液: 溶解500g含一结晶水的柠檬酸 ($\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_7 \cdot \text{H}_2\text{O}$) 于675ml氨溶液 (4.13) 中, 用水稀释至1000ml, 用前过滤。
- 4.18 柠檬酸溶液: 溶解500g含一结晶水的柠檬酸 ($\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_7 \cdot \text{H}_2\text{O}$) 于水中, 稀释至1000ml。用前过滤。
- 4.19 丁二酮肟碱性溶液 (30g/L) : 溶解20g氢氧化钾于400ml水中, 加入30g丁二酮肟 ($\text{C}_4\text{H}_8\text{N}_2\text{O}_2$), 搅拌至完全溶解, 用水稀释至1000ml, 混匀。用前过滤。
- 4.20 丁二酮肟乙醇溶液 (10g/L) : 溶解10g丁二酮肟 ($\text{C}_4\text{H}_8\text{N}_2\text{O}_2$) 于1000ml乙醇 (4.21) 中。用前过滤。
- 4.21 乙醇 (95%) (v/v)。
- 4.22 硫酸肼⁽²⁺⁾ ($\text{N}_2\text{H}_6\text{SO}_4$) 溶液 (100g/L)。
- 4.23 高铁氰化钾 [$\text{K}_3\text{Fe}(\text{CN})_6$] 溶液 (100g/L) : 此溶液能稳定30天。1ml约相当于0.02g钴和0.02g锰。
- 4.24 洗涤液 (pH8), 在水中加几滴氨溶液。

4.25 乙二胺四乙酸二钠盐 (EDTA · Na₂) 标准溶液。

4.25.1 溶液的制备:溶解6.33g含二结晶水的乙二胺四乙酸二钠盐 (C₁₀H₁₄O₈N₂Na₂ · 2H₂O) 于水中,稀释至 1000ml并混匀。1ml此标准溶液约相当于1mg镍。

4.25.2 溶液的标定:移取25.0ml镍标准溶液 (4.25.3) 于 250ml烧杯中,加入33ml乙二胺四乙酸二钠 (EDTA · Na₂) 溶液 (4.25.1), 加入15ml醋酸铵溶液(4.16)并用约150ml水 稀释。以下按7.2.5条的第3段继续进行。

以每毫升中含镍的毫克数表示的EDTA · Na₂标准溶液 (4.25.1) 的相应浓度 (a) 按下式计算:

$$a = \frac{(m_1 \times 25) + (m_2 \times V_1)}{V_2}$$

式中:

m_1 ——1ml镍标准溶液 (4.25.3) 中所含的镍量, mg;

m_2 ——相当于1ml锌标准溶液 (4.26) 的镍量, mg;

V_1 ——消耗的锌标准溶液 (4.26) 的体积, ml;

V_2 ——用于标定所消耗的EDTA · Na₂标准溶液 (4.25.1) 的体积, ml。

4.25.3 镍标准溶液的制备

称取1.0000g(准确至0.0001g)高纯镍 (>99.95% m/m), 溶于20ml硝酸 (4.7) 中。煮沸除去氮的氧化物, 冷却, 定量地转移入1000ml容量瓶中, 稀释至刻度并混匀。此标准溶液1ml 含镍1mg。

4.26 锌标准溶液

称取1.1140g (准确至0.0001g) 金属锌 (99.9% m/m), 放入300ml烧杯中。如金属锌已被氧化, 应当用盐酸 (4.4)、水和丙酮分别清洗并于110℃干燥5min。

加入约50ml水、20ml盐酸 (4.4) 和5滴饱和溴水。。盖上表皿, 加热分解。继续加热至溴的颜色消失, 冷却至室温并加入

20ml冰醋酸(4.2)。用氨溶液(4.15)调节溶液的pH至 6.0 ± 0.2 。定量地转移入1000ml容量瓶中，稀释至刻度，混匀。

此标准溶液1ml相当于1.0mg镍，亦约相当于1ml EDTA·Na₂标准溶液(4.25)。

4.27 二甲酚橙溶液(1g/L)：将0.1g研磨成粉的二甲酚橙与少量水研磨成浆状。稀释至100ml。过滤并贮于带塞的琥珀色玻璃瓶中。此溶液稳定一星期。

5. 设 备

通常的实验室设备及

5.1 多孔玻璃过滤坩埚，ISO4793 p16。

5.2 pH计。

5.3 控制电位电解装置，带有饱和甘汞参比电极和铂电极。

6. 取 样

按照ISO377或相应的铸铁国家标准进行。

7. 分析步骤

警告：通常在有氨、氮的氧化物或者有机物质存在时，高氯酸蒸气可能引起爆炸。

7.1 试样称取量

试样的称取量，视使用的方法而定。如用重量法完成测定，镍的沉淀宜保持在25~70mg之间。如用容量法完成测定，则以试样中含镍量保持在25~40mg。例如样品含镍估计为3.5% (m/m)，试样称1g。称取试样时都应准确至0.0001g。

7.2 测定

7.2.1 试样溶液的制备

将称取的试样(7.1)置于适当容积的烧杯中(如称取~2.5g的试样用400ml，高于2.5g则用600ml)。对于~2.5g的试样，加入30ml盐酸-硝酸混合酸(4.12)，高于2.5g的试样则加入50ml的盐酸-硝酸混合酸(4.12)。用表皿盖上烧杯，于50~60℃加

热至溶解完全，然后加入0.5~1ml的氢氟酸(4.6)。称样量在~2.5g时，加入30ml高氯酸(4.9)，高于2.5g时加入50ml高氯酸。

升高温度至约180℃并蒸发至冒高氯酸浓白烟。

用干表皿盖上烧杯并继续冒烟至铬完全氧化。从热板上取下烧杯，冷却，加入100ml水，加热溶解盐类。煮沸约5min以除去氯化物。

溶液以快速滤纸过滤以除去石墨和硅、钨、铌和钽的氧化物，滤液收集于800ml的烧杯中，以热高氯酸(4.10)洗涤沉淀8~10次，随后用水洗两次。(该溶液是主液)。

将滤纸和残渣放入铂坩埚中。干燥、灰化并于900℃灼烧。用氢氟酸(4.6)处理残渣，蒸发，并用少量硫酸氢钠(4.1)小心加热熔融残渣。

冷却，将熔块溶解于热水中并与主液合并。

7.2.2 第1次沉淀镍

7.2.2.1 含铜和钴均小于5mg的试样

用水稀释试液(7.2.1)至约400ml并加入50ml柠檬酸溶液(4.18)。用氨溶液(4.14)中和并用盐酸(4.4)重新酸化至微酸性。加热至90℃，加入丁二酮肟溶液(4.20)，其加入量是按每含10mg镍加入10ml计。

用氨溶液(4.14)中和，并过量2ml，充分搅拌。溶液在约65℃放置2h。迅速冷却室温。

用12.5cm的快速滤纸过滤，以冷洗涤液(4.24)洗6~8次。

保留滤液于7.2.6条继续处理。

7.2.2.2 含铜高于5mg的试样

按7.2.2.1条所述进行操作，只是在沉淀时要增加丁二酮肟溶液(4.20)的用量，即按每含10mg镍加入10ml计加入丁二酮肟溶液(4.20)后，再过量加入30ml。

7.2.2.3 含钴高于5mg的试样