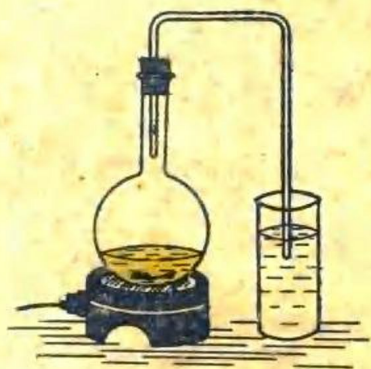




К. Б. 科茲洛娃 著
顧 振 軍 譯

工廠實驗室中的物料分析

重工業出版社

81.13
419

工廠實驗室中的物料分析

K. Б. 科茲洛娃 著

顧振軍 譯

300-1-17

重工業出版社

原 序

簡 介

本書的內容，係敘述在工廠實驗室中所應用的，分析黑色金屬、有色金屬、礦石、鐵合金、硅酸鹽岩石、電解液、燃料、水和其他物料的簡明方法。

本書可作為冶金工廠和機械製造工廠中化學師和實驗室工作者的實用指南。

目 錄

原序

第一章 黑色金屬的分析	1
§ 1. 碳的測定.....	1
總碳量的氣體容積測定法.....	1
鑄鐵中石墨碳的測定.....	3
鑄鐵中化合碳的比色測定法.....	3
§ 2. 硫的測定.....	4
鋼和鑄鐵中硫的燃燒測定法.....	4
§ 3. 硅的測定.....	6
碳鋼和鑄鐵中硅的鹽酸測定法.....	6
鋼和鑄鐵中硅的過硫酸鹽測定法.....	6
錫鋼中硅的測定（並不將錫分離）.....	7
含錫量較小的鋼中硅的測定.....	7
§ 4. 鋼和鑄鐵中錳、鉻和鈳的測定.....	8
由一個試樣中測定錳、鉻和鈳的高硫酸鹽法.....	8
測定鋼和鑄鐵中鉻和鈳的電勢滴定法.....	10
§ 5. 磷的測定.....	13
碳鋼中磷量的鉬酸鹽容量測定法.....	13
鑄鐵中磷的測定.....	14
鉻鋼（不溶於硝酸中的）中磷的測定.....	14
錳鋼中磷的測定.....	15
§ 6. 鎳的測定.....	15
§ 7. 錫的測定.....	16
錫的重量測定法.....	16
錫的容量測定法.....	16

§ 8. 鋁的測定	17
§ 9. 鈦的測定	18
鈦的比色測定法	18
含鉻量高的鋼中鈦的測定	19
§ 10. 鋼和鑄鐵中銅的測定	20
第二章 有色金屬的分析	22
§ 1. 青銅和黃銅的分析	22
錫的測定	23
銅和鉛的測定	24
銻和鋁的測定	25
鎳的測定	26
鋅的測定	26
錳的測定	27
磷的測定	27
硅的測定	27
§ 2. 軸承合金的分析	27
以鉛爲主的軸承合金中錫的測定	28
鉛的測定	29
銅的測定	29
鐵的測定	29
銻的測定	30
以錫爲主的軸承合金的分析	30
§ 3. 鋁合金的分析	30
甲、金屬鋁和飛機合金的分析	31
硅的測定	31
銅的測定	31
鐵的測定	32
鎂的測定	32
飛機合金中錳的測定	32
金屬鋁中錳的測定	32
乙、硅鋁合金的分析	33
硅的測定	33
鐵的測定	33
§ 4. 金屬銅的分析	33
銅的測定	36
錫的測定	36

1464016

鉛的測定	36
磷、錳和硅的測定	36
硫的測定	36
砷的測定	37
銻的測定	38
鉍的測定	39
氧的測定	41
§ 5. 金屬錫的分析	41
銅和鉛的測定	42
鐵的測定	42
鎳的測定	43
砷的測定	43
§ 6. 金屬鋅的分析	43
§ 7. 鎂合金的分析	43
銅的測定	44
鐵和鋁的測定	44
鋅的測定	44
錳的測定	44
硅的測定	44
第三章 鐵合金和金屬的分析	45
§ 1. 錳鐵和金屬錳的分析	45
硅的測定	45
錳的測定	45
碳、硫和磷的測定	46
§ 2. 鉻鐵和金屬鉻的分析	46
硅的測定	46
鉻的測定	47
錳的測定	47
碳、硫和磷的測定	48
§ 3. 鈮鐵的分析	48
硅的測定	49
鈮的測定	49
錳和鉻的測定	49
磷的測定	50
硫和碳的測定	50
§ 4. 錫鐵和金屬錫的分析	50

3102241

錫的測定.....	51
錳的測定.....	51
磷的測定.....	51
碳和硫的測定.....	51
§ 5. 硅鐵和元素硅的分析.....	51
硅的測定.....	52
磷的測定.....	52
錳的測定.....	53
碳和硫的測定.....	53
§ 6. 鋁鐵和金屬鋁的分析.....	53
硅的測定.....	53
鋁的測定.....	53
磷、硫和碳的測定.....	54
§ 7. 鈦鐵的分析.....	54
硅的測定.....	55
鈦的測定.....	55
磷的測定.....	55
碳和硫的測定.....	55
第四章 硅酸鹽和其他岩石的分析.....	56
§ 1. 黏土、陶土和長石的分析.....	56
岩石的熔融分解法和二氧化硅的測定.....	57
二三氧化物總量的測定.....	57
氧化鐵和氧化鋁的測定.....	58
氧化鈣的測定.....	58
氧化鎂的測定.....	59
水分的測定.....	59
煅燒損耗的測定.....	60
§ 2. 沙和石英的分析.....	60
二氧化硅的測定.....	61
二三氧化物的測定.....	61
氧化鈣和氧化鎂的測定.....	61
總碱量的測定.....	61
煅燒損耗的測定.....	62
水分的測定.....	62
碳的測定.....	62
§ 3. 白雲石的分析.....	63

氧化鈣的測定	63
氧化鎂的測定	64
硫的測定	64
§ 4. 氟石的分析	64
二氧化硅的測定	65
二三氧化物總量的測定	65
總鈣量的測定	66
碳酸鈣的測定	66
氟化鈣的測定	66
硫的測定	66
磷的測定	66
§ 5. 助熔劑的分析	66
二氧化硅的測定	69
含鈦助熔劑中二氧化硅的測定	69
氧化亞鐵的測定	70
氧化鋁測定	70
氧化鈣總量的測定	70
氧化鎂的測定	71
氟化鈣的測定	71
氧化亞錳的測定	72
磷的測定	72
硫的測定	73
水分的測定	73
二氧化鈦的測定	73
§ 6. 白堊和大理石的分析	74
二氧化硅的測定	74
氧化鐵的測定	74
氧化鈣的測定	74
氧化鎂的測定	75
氧化亞錳的測定	75
磷的測定	75
硫的測定	75
§ 7. 水玻璃的分析	75
二氧化硅的測定	76
氧化鐵、氧化鋁和氧化鈣的測定	76
硫的測定	76

磷的測定	77
氧化鈉的測定	77
氧化鉀的測定	77
水玻璃準數的測定	77
水玻璃比重的測定	77
含水量的測定	77
第五章 礦石的分析	78
§ 1. 錳礦石的分析	78
二氧化硅的測定	78
錳的測定	79
鐵的測定	79
磷的測定	79
硫的測定	79
§ 2. 鈦礦石的分析	79
二氧化硅的測定	80
磷的測定	81
鈦的測定	81
鐵的測定	81
氧化鋁的測定	82
硫的測定	82
§ 3. 鐵礦石的分析	82
二氧化硅的測定	82
鐵的測定	83
磷的測定	83
硫的測定	83
錳的測定	82
第六章 電解液的分析	84
§ 1. 鋅電解液的分析	84
鋅的測定	84
鐵的測定	85
鋁的測定	85
SO_4^{2-} 離子總量的測定	85
游離硫酸的測定	85
§ 2. 銅電解液（酸性）的分析	86
銅的測定	86
鐵的測定	86

游離硫酸的測定	86
SO ₄ ²⁻ 離子的測定	87
§ 3. 氧化電解液的分析	87
硫酸的測定	87
銅的測定	87
鐵和鋁的測定	88
§ 4. 鍍鉻溶液的分析	88
六價鉻的測定	89
SO ₄ ²⁻ 離子的測定	89
§ 5. 吸附色電解液的分析	89
硫酸銨的測定	90
草酸鐵銨的測定	90
§ 6. 鍍錫溶液的分析	91
總錫量的測定	91
二價錫的測定	92
四價錫的測定	92
SO ₄ ²⁻ 總量的測定	92
§ 7. 鍍鎳電解液的分析	92
鎳的測定	93
SO ₄ ²⁻ 總量的測定	94
銅的測定	94
鐵的測定	94
鎂的測定	94
硼酸的測定	95
氯離子的測定	95
NO ₃ ⁻ 離子的定性檢定	95
§ 8. 鍍鉻電解液的分析	95
鉻的測定	96
鐵的測定	97
SO ₄ ²⁻ 離子的測定	97
第七章 水的分析	98
§ 1. 水的硬度的測定	98
§ 2. 水的碱度的測定	99
§ 3. 水的鹽度的測定	100
§ 4. 溶於水中的氧的測定	100
§ 5. 水中磷酸鹽含量的測定	101

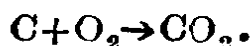
§ 6. 水中含油的定性檢定·····	102
第八章 燃料、燃料油、潤滑油和潤滑脂的分析 ·····	103
§ 1. 煤和焦炭的分析·····	103
水分的測定·····	104
灰分的測定·····	104
揮發物的測定·····	104
硫的測定·····	104
熱值的測定·····	105
熱量計水當量的測定·····	103
§ 2. 石油燃料和潤滑油的分析·····	109
比重的測定·····	110
含水的定性檢出·····	110
含水量的定量測定·····	110
油中機械雜質的測定·····	111
油中灰分含量的測定·····	111
植物油存在與否的定性檢出·····	111
酸度的測定·····	111
閃點的測定·····	112
凝固點的測定·····	112
實用黏度的測定·····	113
熱值的測定·····	113
硫的測定·····	113
水溶性酸和鹼的定性檢出·····	113
§ 3. 潤滑脂的分析·····	113
機械雜質的測定·····	114
水的定性檢出·····	114
水的定量測定·····	114
潤滑脂滴點的測定·····	115
附 錄	
表 1 元素的原子量表 (1952年) ·····	116
表 2 換算係數表·····	117
表 3 氣體容積定碳法中溫度與壓力的修正表·····	119
表 4 換算 WO_3 成W的表 (試樣 1 克) ·····	120
表 5 換算 NiO 成Ni的表 (試樣 1 克) ·····	121
表 6 換算 SiO_2 成Si的表 (試樣 1 克) ·····	122
參考文獻 ·····	123

第一章 黑色金屬的分析

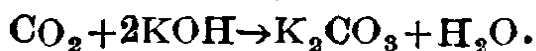
§ 1. 碳的測定

總碳量的氣體容積測定法

方法要點 用氣體容積法測定碳的理論根據是當金屬屑在 $1000-1100^{\circ}\text{C}$ 燃燒時，在金屬中成任何狀態的碳，都能氧化成二氧化碳



將得到的二氧化碳，用氫氧化鈉或氫氧化鉀溶液吸收之



所得到的 CO_2 量，換算成C的百分率，能在圖1所示的氣體容積法定碳裝置內，由特種量氣管上的標尺讀出。

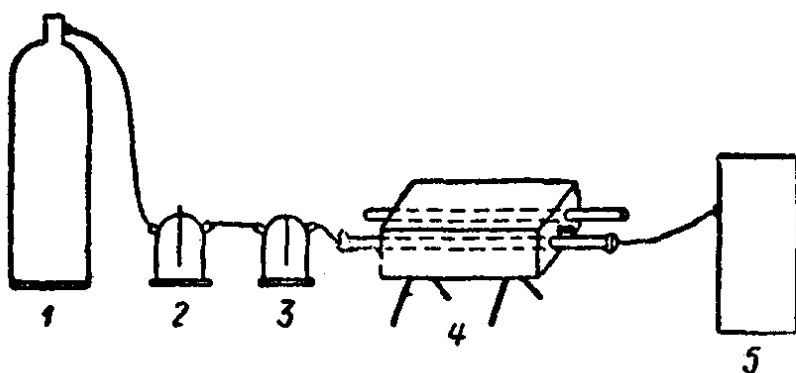


圖 1 定碳裝置

1—氧筒；2, 3—提淨氧的瓶；4—定碳爐；5—測定碳的設備

需用試劑 1. 硫酸（比重1.84）。2. 氯化鈉的飽和溶液。3. 甲基橙的10%水溶液。4. 鹽酸（比重1.19）。5. 氫氧化鉀或氫氧化鈉的30—50%溶液。氫氧化鉀比氫氧化鈉為好，因為在定碳過程中，氫氧化鉀所變成的碳酸鉀，其溶解度係數大於應用氫氧化鈉時所生成的碳酸鈉。碳酸鈉能迅速地結晶出和沉澱在吸收瓶的磨口部分。6. 充盛平液水準瓶的有色液體，其製法是在氯化鈉的飽和溶液內，加入甲基橙溶液和1—2滴濃鹽酸。

分析步驟 將1克鋼或0.25克鑄鐵的試樣放進於先行灼燒和冷卻過的瓷舟內；爲了要降低熔點特加入少許鉛屑。將瓷舟和試樣放進瓷管1（圖2），瓷管先行在爐2內被電熱棒3加熱到溫度 $1000-1100^{\circ}\text{C}$ 。然後將瓷管用橡皮塞塞住，橡皮塞和橡皮管4相連接，由氧氣筒5來的氧氣，就是經過了橡皮管4而通進的，通進的速度，是每秒鐘4—5個氣泡；一俟氧氣開始通進，立刻便開放連接爐的氣體出口和量氣管的活栓6。裝在量氣管中的液體，便在由燃燒管1中出來的氣體（ O_2 和 CO_2 ）壓力之下，開始被取代進平液水準瓶8。

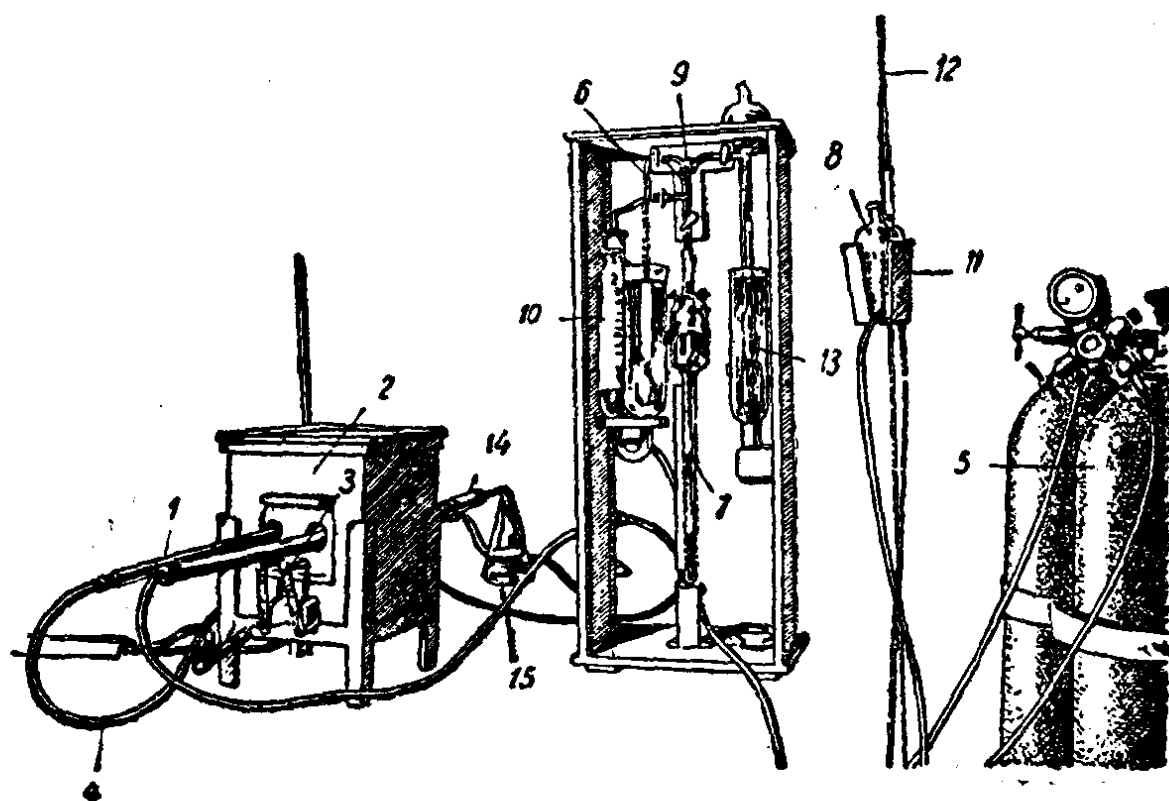


圖2 用氣體容積法定碳和定硫的裝置

1—定碳時使試樣燃燒的瓷管；2—燃燒爐；3—電熱棒；4—引氧氣入瓷管的橡皮管；
5—氧氣筒；6—使爐和設備連接的活栓；7—量氣管；8—平液水準瓶；9—使量氣管
和吸收管連接的活栓；10—碱液吸收管；11—玻璃的筐；12—舉昇玻璃瓶的滑輪繩索；
13—碱液吸收管；14—測定硫時燃燒試樣的瓷管；15—吸收二氧化硫氣的燒瓶

當有色液體的水平面達到標尺的零點時，便將開放的活栓關閉。這個設備就不再和爐接通；同時也立刻將瓷舟由燃燒的瓷管中取出。然後旋轉活栓9，使量氣管7和裝進有碱溶液的吸收器皿13相連接。把平液水準瓶8放進筐11內，用繩索12將它舉昇到使氣體能獲得足夠的流體靜壓力而被逐進吸收器皿的高度。

此時在量氣管7中，便完全被着色液體所充滿，並將連接毛細管中的活栓關住。然後再旋轉活栓9，使吸收管13和吸收管10連接。再旋轉活栓9使吸收管10和量氣管相連接。如果祇有一個吸收管，可將氣體在同一吸收管內來往二次。在液體往復來去之後並已達到一定的平面時，便使活栓9回復原始的位置。然後把平液水準瓶由筐中取出，拿近量氣管，使它們之間的液體，達成同一的平面。液體平面的標尺讀數，便表示在1克試樣中碳的百分率含量。

考慮進測定碳時的溫度和壓力，它的百分率含量可用下式計算：

$$\%C = \frac{AR}{m},$$

式中 A ——是標尺讀數，%；

K ——是溫度和壓力的校正係數，由附錄的表 3 中獲得；

m ——是試樣的重量，克。

鑄鐵中石墨碳測定

方法要點 當鑄鐵溶解於稀硝酸中時，石墨剩餘成不溶解的沉澱，可以將它濾出，再用上述的方法燃燒。

需用試劑 1. 比重1.2的硝酸(將比重1.4的 HNO_3 300毫升和400毫升水相混和)。2. 被酸洗過和煅燒過的纖維狀石棉。

分析步驟 將0.25克鑄鐵試樣放進於瓷皿內，用25毫升比重 1.2的硝酸在輕微的加熱之下使之溶解。加熱一直進行到試樣完全溶解為止(1—1.5小時)，然後使石墨經過玻璃濾器上的一層厚約5—6毫米的石綿濾掉。

用水洗滌瓷皿，使它的壁上沒有石墨剩餘。濾器上的沉澱，也用水洗滌，至呈中性反應為止(用甲基橙試驗)。洗滌之後，將沉澱和石綿移入先行煅燒過的瓷舟內，並用小量的乾石綿擦取濾器，把它也放入同一的瓷舟內。把瓷舟和石綿與石墨一起放進恒溫器中，在溫度 105°C 之下乾燥至水份完全除去為止，然後照測定總碳量時的所述，把它燃燒。

石墨碳含量的計算，使用同一個公式。知道了總碳量和石墨碳量，便可根據它們的差值，得出化合碳的含量。

鑄鐵中化合碳的比色法測定法

方法要點 鑄鐵中的化合碳，成三鐵化碳 Fe_3C 的形式。當它溶解於硝酸中時，能發生褐色，其強度和化合碳的含量成正比。將得到的顏色，和標準溶液的顏色比較強度，便可定出試樣中化合碳的數量。

需用試劑 比重1.2的硝酸(將比重 1.4的 HNO_3 300 毫升和400毫升的水相混和)。

分析步驟 將 0.2 克鑄鐵試樣，置於 100 毫升的量瓶內，使之溶解於25毫升比重1.2的硝酸中。溶解得在水浴上進行，一直至氣泡停止析出和氮的氧化物都由瓶中去淨盡為止。俟試樣溶解之後，用冷水注入量瓶內，至刻度標記為止，小心地將溶液混和，然後使之靜置若干時間(石墨便在此時沉澱於瓶底)。用吸量管吸取這個溶液25毫升，注入於比色計(圖 3)的燒杯 1 中；比色計的第二個燒杯 2 中，則裝進標準溶液，其製法和被試驗溶液相同，祇是以 0.2 克標準鑄鐵樣來替代未知試樣。用螺旋 3 和 4 調節二個燒杯的高低，至目鏡 5 中所見到的兩個顏色強度能相等為止；然後根據標尺 6 的刻度，讀出二個燒杯液柱的高度。在溶液比色時，稜鏡 7 和 8 務必都浸沒在液體內。

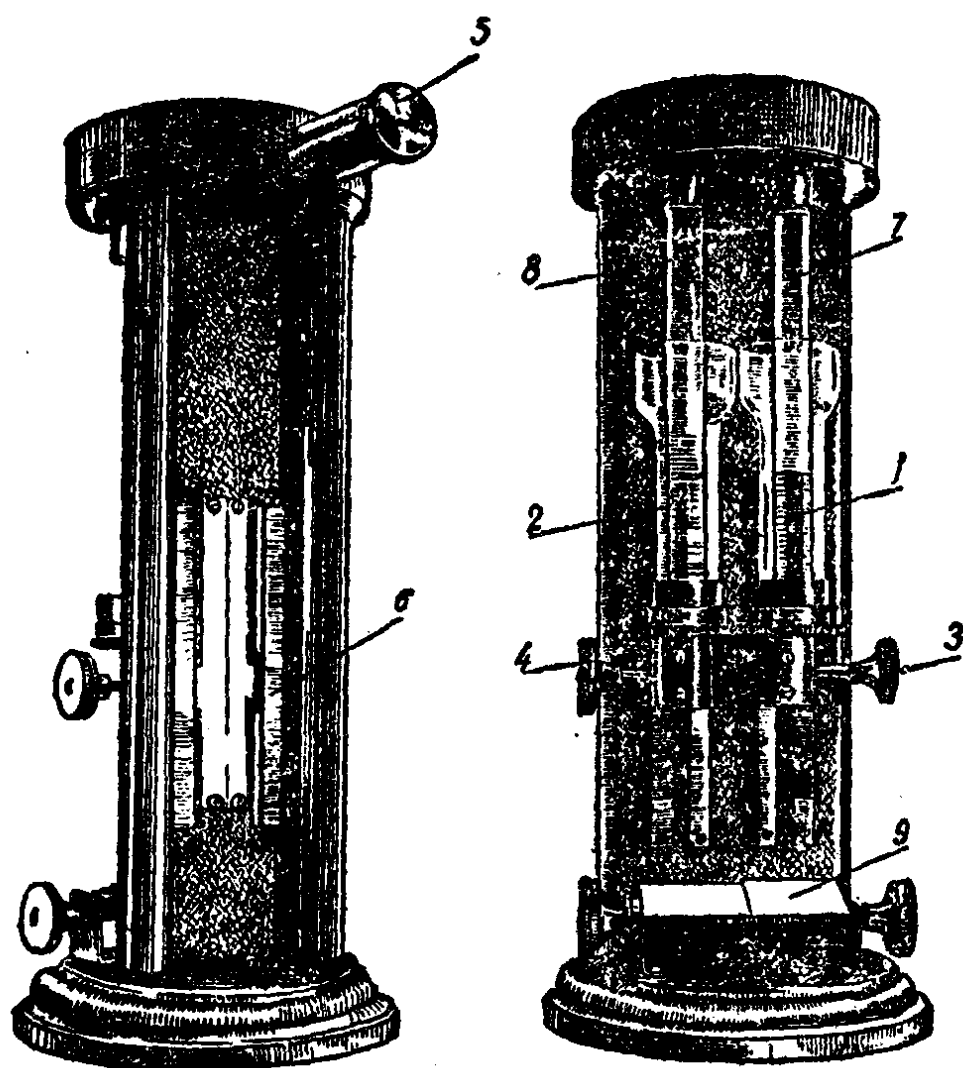


圖3 比色計

1.2—裝進未知溶液和標準溶液的燒杯；3.4—昇降燒杯的螺旋；5—目鏡；
6—標尺；7.8—稜鏡；9—增強光亮的鏡

化合物含量的計算，可使用下式（未知試樣和標準鑄鐵樣的重量必須相等）：

$$\%C = \frac{Ah}{h_1},$$

式中 A ——是標準鑄鐵樣中碳的百分率含量；

h ——是標準溶液液柱的高度（根據標尺的讀數）；

h_1 ——是被試驗溶液液柱的高度。

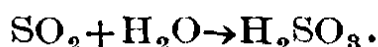
這個方法可以用來測定鋼中的總碳量；其時可取用未知鋼樣和標準鋼樣各 1 克。

§ 2. 硫的測定

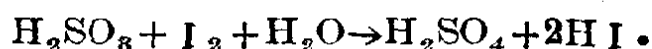
鋼和鑄鐵中硫的燃燒測定法

方法要點 將鋼樣或鑄鐵樣於溫度 $1200-1300^{\circ}\text{C}$ 時在氧氣流中燃燒，金屬

中的全部硫，此時便都變成二氧化硫氣(SO_2)。然後將得到的二氧化硫氣用水吸收



所生成的亞硫酸，再用碘標準溶液，使之氧化成硫酸



用於氧化的碘標準溶液的毫升數，和試樣中的含硫量成比例。

需用試劑 1. 碘標準溶液 (將 2 克碘化鉀和 0.6 克碘相混和，使混合物靜置 5—10 分鐘，然後加入 50—70 毫升水，俟碘完全溶解之後，加入水至成 1 升)。

2. 澱粉溶液 (將 1 克澱粉在 20 毫升冷水中調和後，注入於 80 毫升沸水中，攪拌和冷卻)。

碘標準溶液需用標準鋼樣標定。測定其滴定度的狀況，需與測定試樣中硫時的狀況相同。習用的滴定度 T'_S 表示每 1 毫升溶液所相當的硫量的百分數；標準鋼樣和未知試樣的重量需相等。習用的滴定度 T'_S 用下式計算：

$$T'_S = \frac{A}{V},$$

式中 A ——是標準試樣中硫的百分率含量；

V ——是用於滴定的標準溶液數量，毫升。

分析步驟 將 1 克鋼樣或鑄鐵樣置於先行煅燒過的瓷舟內，於溫度 1200—1300°C 之下在氧氣流中燃燒 (圖 4)，使其在強烈的氧氣流下燃燒 3—5 分鐘。所

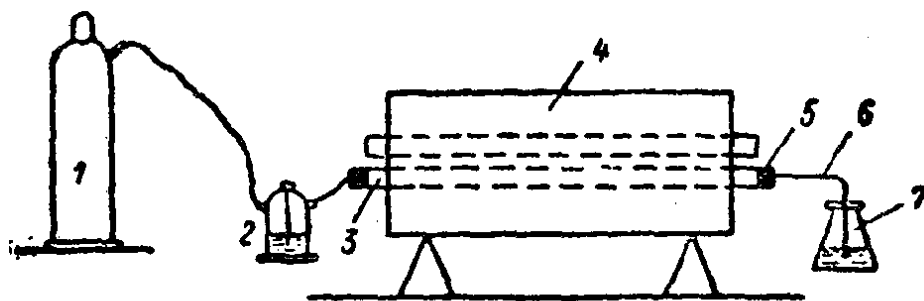


圖 4 用燃燒測定硫的裝置

1—氧筒；2—齊士琴科玻璃瓶；3—燃燒的 (定硫) 瓷管；4—燃燒爐；5—橡皮塞；

6—玻璃管；7—吸收 SO_2 的充水燒瓶

生成的二氧化硫氣用水吸收，此時便變成亞硫酸，然後在澱粉存在之下，用碘溶液滴定至呈不消失的淺藍色為止。

含硫量用下式計算

$$\%S = VT'_S,$$

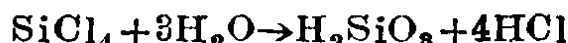
式中 V ——是用於滴定的碘溶液數量，毫升；

T'_S ——是碘溶液的習用滴定度，表示成硫的百分率。

§ 3. 硅的測定

碳鋼和鑄鐵中硅的鹽酸測定法

方法要點 將鋼樣或鑄鐵樣溶解於鹽酸中。金屬中所含有的硅，主要成硅化鐵 FeSi 的形式，此時便變成硅酸



將溶液蒸乾，凡是成膠體狀態的硅酸，此時便都脫水和變成不溶解的狀態。再將沉澱過濾，洗滌，煅燒和稱重（成無水二氧化硅 SiO_2 ）。

需用試劑 1. 稀鹽酸（1:1）。2. 硝酸（比重 1.4）。3. 鹽酸（比重 1.19）。

分析步驟 將 1 克鋼樣或鑄鐵樣置於瓷皿內，在輕微的加熱之下溶解於 20 毫升鹽酸（1:1）中。俟試樣完全溶解之後，將溶液蒸乾。瓷皿冷卻後，注入 10—15 毫升濃鹽酸以溶解鐵和其他金屬的鹽。俟鹽類溶解後，加入 5 毫升比重 1.4 的硝酸以把鐵鹽氧化（如果在測定硅之後再要測定鎳，這是必需的）。然後在溶液中加入 50 毫升熱水，加熱幾分鐘至硅酸完全析出為止，乘熱過濾。將瓷皿小心地洗滌掉剩餘的硅酸。用熱的 5% 鹽酸溶液洗滌沉澱 4—5 次至鐵鹽完全去除為止，再用熱水洗滌 3—4 次以去除微量的酸。然後將濾紙和沉澱置於瓷坩堝內燃燒，煅燒和稱重。

含硅量的計算用下式：

$$\% \text{Si} = \frac{a \times 0.4672 \times 100}{m},$$

式中 a ——是二氧化硅沉澱的重量，克；

0.4672 ——是 SiO_2 換算成 Si 的係數；

m ——是試樣的重量，克。

鉻鋼中硅的測定，用同一方法進行。如果所得到的硅酸沉澱並不潔白而夾有雜質，便需用氫氟酸把它處理。對於這一點，可將鉻坩堝中稱重過的沉澱，用幾滴水把它濕潤，加入 2—3 滴硫酸，再加入 5—20 毫升氫氟酸，其數量視沉澱的數量而定（每 0.5 克沉澱需加入 10 毫升氫氟酸）。將坩堝中的溶液在加熱板上蒸乾，再在隔焰爐中煅燒後稱重。

$$\% \text{Si} = \frac{(a-b) \times 0.4672 \times 100}{m},$$

式中 a ——是氫氟酸處理前坩堝和沉澱的重量，克；

b ——是氫氟酸處理後坩堝和沉澱的重量，克；

m ——是試樣的重量，克。

鋼和鑄鐵中硅的高硫酸鹽測定法