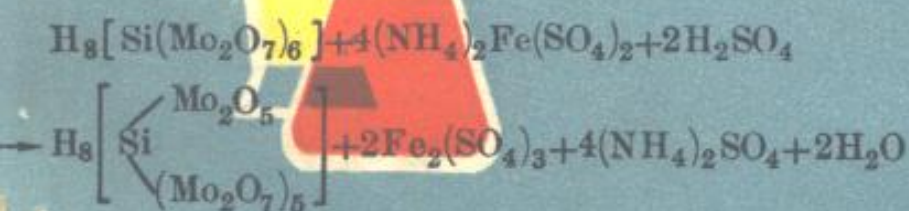


炼钢原材料快速分析

上海中华冶金厂化验室编



上海人民出版社

炼钢原材料快速分析

上海中华冶金厂化验室 编

上海人民出版社

炼钢原材料快速分析

上海中华冶金厂化验室 编

上海人民*民社出版

(上海绍兴路5号)

本书由上海发行所发行 上海市印刷六厂印刷

开本 787×1092 1/32 印张 8.75 插页 2 字数 187,000

1975年6月第1版 1975年6月第1次印刷

印数 1—20,000

统一书号: 15171·177 定价: 0.58 元

内 容 提 要

本书介绍了炼钢常用原材料的化学分析方法，这些方法都比较简单、快速、准确，适合于中、小型炼钢厂化验室使用。全书共分四个部分：一、生铁的分析；二、铁合金的分析；三、铁矿石、造渣剂及耐火材料的分析；四、碱性碳钢炉渣的分析。

本书可供炼钢厂化学分析人员、机械制造厂化验人员和有关学校师生参考。

毛主席语录

列宁为什么说对资产阶级专政，这个问题要搞清楚。这个问题不搞清楚，就会变修正主义。要使全国知道。

我们的方针要放在什么基点上？放在自己力量的基点上，叫做自力更生。

在生产斗争和科学实验范围内，人类总是不断发展的，自然界也总是不断发展的，永远不会停止在一个水平上。因此，人类总得不断地总结经验，有所发现，有所发明，有所创造，有所前进。

前 言

无产阶级文化大革命以来,在毛主席革命路线指引下,我国炼钢工业认真落实“鞍钢宪法”,坚持独立自主、自力更生,艰苦奋斗,勤俭建国的方针,生产突飞猛进,热气腾腾。

及时掌握炼钢原材料的成分,是加快炼钢速度,准确配料,保证钢的质量必不可少的重要环节。面对炼钢生产飞跃发展的形势,总结和整理目前一些快速而准确的炼钢原材料分析方法就显得非常必要。本书就是作为这种努力的一个尝试,根据我室近年来、特别是批林整风和批林批孔以来在炼钢原材料快速分析实践方面的体会和经验,并吸取部分兄弟单位的先进分析技术而编写成的。

本书在分析方法内容选择上,结合我厂实际情况,同时考虑到各地中、小型炼钢厂化验室的设备和条件,尽量选用简单、快速、准确而不需要特殊设备和仪器的分析方法,在介绍每一具体方法时,还叙述了这一方法的要点、实验条件以及操作中应注意的问题。

本书在编写过程中,曾得到有关单位中心试验室及化验室的大力协助,在此表示感谢。

由于我们的水平有限,书中难免存在错误和不足之处,恳切希望广大读者批评、指正。

上海中华冶金厂化验室

一九七四年十月

32115

目 录

一般规定	1
------------	---

第一部分 生铁的分析

一、试样的采取	3
二、碳的测定	4
一) 非水溶液滴定法	4
二) 气体容量法	13
三、硫的测定	18
燃烧碘量法	18
四、硫、碳的联合测定	23
五、锰的测定	27
一) 亚砷酸钠容量法	27
二) 高锰酸比色法	30
六、硅的测定	31
硅钼蓝比色法	31
七、磷的测定	33
磷钼蓝比色法	33
八、生铁中磷、硅、锰、铬、铜、钼、镍、钛的系统分析	37

第二部分 铁合金的分析

一、试样的采取	57
二、碳的测定	57
三、硫的测定	58

四、锰铁、硅锰合金中锰的测定	59
一) 硝酸铵氧化, 亚铁容量法	59
二) EDTA 容量法	61
五、锰铁、硅锰合金中磷的测定	63
一) 磷钼钒黄比色法	63
二) 抗坏血酸还原, 磷钼蓝比色法	65
六、锰铁中硅的测定	67
硅钼蓝比色法	67
七、硅铁中硅的测定	70
一) 比重法	70
二) 硅钼蓝比色法(附: 硅锰合金中硅的测定)	74
三) 差减法	78
四) 氟硅酸钾沉淀, 碱容量法	79
八、硅铁中锰、磷的联合测定	83
九、铬铁中铬的测定	86
一) 过硫酸铵氧化, 亚铁容量法	86
二) 高锰酸钾氧化, 亚铁容量法	89
一〇、铬铁中锰的测定	92
高锰酸比色法	92
一一、铬铁中磷的测定	93
磷钼蓝比色法	93
一二、铬铁中硅的测定	96
硅钼蓝比色法	96
一三、高碳铬铁中铬、硅、磷、锰的系统分析	98
一四、硅铬合金中硅的测定	104
一) 比重法	104
二) 硅钼蓝比色法	106
一五、钛铁中钛的测定	108

一) 过氧化氢比色法	108
二) 硫氰酸盐容量法	109
一六、钛铁中钛、铝的测定	113
EDTA 容量法	113
一七、钛铁中磷、硅、锰、铜的系统分析	116
一八、钼铁中钼的测定	121
一) 比色法	121
二) 8-羟基喹啉重量法	122
一九、钼铁中硅的测定	124
硅钼蓝比色法	124
二〇、钼铁中磷的测定	125
磷钼蓝比色法	125
二一、钼铁中铜的测定	127
双环己酮草酰二脲(BCO)比色法	127
二二、钒铁中钒的测定	128
高锰酸钾氧化, 亚铁容量法	128
二三、钒铁中硅、磷、锰的系统分析	130
二四、钨铁中钨的测定	134
硫氰酸盐比色法	134
二五、钨铁中硅的测定	136
硅钼蓝比色法	136
二六、钨铁中磷的测定	138
磷钼蓝比色法	138
二七、硼铁中硼、铝的联合测定	140
二八、硅钙合金中钙的测定	145
EDTA 容量法	145
二九、硅钙合金中铝的测定	147
CyDTA 容量法	147

三〇、氮铬、氮锰合金中氮的测定	149
蒸馏容量法	149
三一、稀土金属中稀土总量的测定	151
EDTA 容量法	151
三二、稀土金属中铈的测定	153
高氯酸氧化, 亚铁容量法	153
三三、稀土合金中稀土总量的测定	155
沉淀分离, EDTA 容量法	155
三四、稀土合金中钙、镁的测定	158
EDTA 容量法	158
三五、稀土合金中铁的测定	161
重铬酸钾容量法	161
三六、工业纯镍中镍的测定	164
一) EDTA 容量法	164
二) 重量法	167
三七、铝块中铝、硅、铁、铜的系统分析	169
三八、纯铜中铜的测定	176
一) 电解法	176
二) EDTA 容量法	177

第三部分 铁矿石、造渣剂及耐火材料的分析

一、试样的采取	180
二、铁矿石中铁的测定	180
重铬酸钾容量法	180
三、铁矿石中二氧化硅的测定	183
一) 重量法	183
二) 硅钼蓝比色法	185

四、铁矿石中磷的测定	187
抗坏血酸还原, 磷钼蓝比色法	187
五、石灰中水分的测定	188
六、白云石中水分的测定	189
七、石灰及白云石中氧化钙、氧化镁的测定	190
一) 酸碱容量法	190
二) EDTA 容量法	192
八、镁砂中灼烧减量的测定	195
九、镁砂中二氧化硅、氧化钙、氧化镁的系统分析	196
一〇、石英砂中二氧化硅的测定	202
差减法	202
一一、萤石中二氧化硅、氟化钙的系统分析	203
一二、萤石中碳酸钙的测定	207
一三、高铝耐火材料中二氧化硅、氧化铝、氧化铁、氧化 钛的系统分析	209
一四、水玻璃中氧化钠、二氧化硅及模数的测定	215
酸碱滴定法	215

第四部分 碱性碳钢炉渣的分析

一、试样的采取	219
二、氧化亚铁的炉前快速测定	219
重铬酸钾容量法	219
三、二氧化硅的测定	221
硅钼蓝比色法	221
四、氧化锰的测定	223
亚砷酸钠-亚硝酸钠容量法	223
五、五氧化二磷的测定	226
磷钼钒黄比色法	226

六、三氧化二铁、三氧化二铝、氧化钙、氧化镁的系统 分析	227
--------------------------------------	-----

附 录

一、几种比色标准溶液的标定方法	235
二、配试剂时常用计算公式	241
三、铂器使用规则	246
四、生铁、铁合金及耐火材料的验收标准	248
五、气体容量法定碳的气压和温度补正系数表	258
六、四位对数表	261
七、化学元素周期表	

一 般 规 定

1. 试样必须干净,干燥,无油,无氧化皮和其他杂质。
2. 配制试剂及分析所用的水,除明确规定用树脂交换水外,均为蒸馏水。
3. 方法中所用的试剂除特殊规定外,均采用优级纯(一级)和分析纯(二级)。
4. 方法中介绍的溶液除指明溶剂外,均为水溶液。例如:5% 钼酸铵溶液,系指 5 克钼酸铵溶于 100 毫升水中。
5. 方法中介绍硫酸、硝酸等,未指明浓度者,均为比重 1.84 的硫酸,比重 1.42 的硝酸,比重 1.19 的盐酸,比重 1.70 的磷酸,比重 0.90 的氨水,含量 40% 的氢氟酸和含量 70% 的高氯酸。
6. 方法中介绍的例如 1:2 的溶液,是指 1 份(指体积而言)硫酸(比重 1.84),或硝酸(比重 1.42),或盐酸(比重 1.19)或氨水(比重 0.9)与 2 份水的溶液。
7. 在分析中,部分采用不稀释方法,故溶解试样的锥形瓶要烘干,各种试剂的加入量务必正确,以免由于体积不准而造成误差。
8. 分析时,要经常带标准试样操作,以便及时发现操作中的不正常现象。
9. 加试剂的次序应按操作方法进行,每加一种试剂必须摇匀。
10. 比色时,比色皿内、外壁必须清洁,同时比色溶液一定要清彻。

11. 比色完毕后,应立即把比色皿内的溶液倒出洗净,以免某些试剂(如氯化亚锡,柠檬酸氢二铵等)将比色皿污损。
12. 比色中,由于各种比色计的性能不同(特别是单光电池结构的比色计),所以某些元素的标准曲线不是直线,不要把这种曲线勉强地画成直线,以免造成分析结果的错误。
13. 如被测元素的含量不在测定范围内,此时可采用改变称样重量、稀释体积或改变比色皿大小等方法来调整。
14. 有毒试剂(例如氢氟酸等)之蒸发必须在通风橱内进行。
15. 干滤分取试液时,应将最初滤液弃去。

第一部分

生铁的分析

一、试样的采取

炼钢时使用的生铁有两种：一种是炼钢生铁，其断面呈白色片状，组织较细，边缘带有白色斑点，故一般称作白口铁；另一种是铸造生铁，其断面呈深灰色，近于黑色，组织较粗，但随着含硅量减少，断口逐渐发亮而组织变细，这种生铁一般称作灰口铁。两者由于硬度不同，因此取样方法也不同。灰口铁性质较软，用钻孔法取样较好；而白口铁性质较硬，无法钻孔，需用冲击法取样。

1. 钻孔法

将送来的试样置于钻床钳口中夹紧，下面用纸垫着，或将试样置于特殊的取样盒（见图1）里，再放于钻床钳口中夹紧，然后用 $\phi 16 \sim 22$ 毫米的麻花钻头钻取试样。在钻取时抛弃表面的钻屑，或试样先用砂轮将

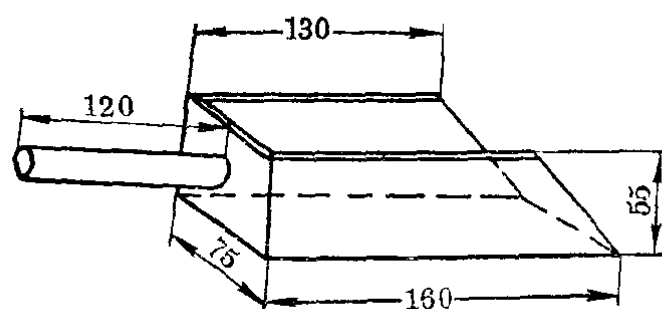


图1 取样盒(用2~3毫米
钢板焊成)

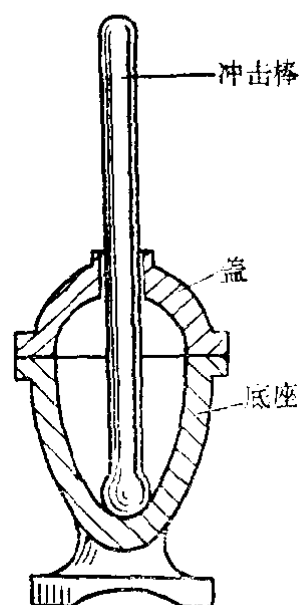


图2 冲击钵(用高
锰钢铸成)

其表面杂质磨掉。

讨论：钻取的试样，粗的与细的含碳量有些不同，一般相差在 0.06~0.3% 左右，如需精确分析，则将钻取后的试样再冲击成小颗粒，直至试样全部通过 60~100 目孔筛子。

II. 冲击法

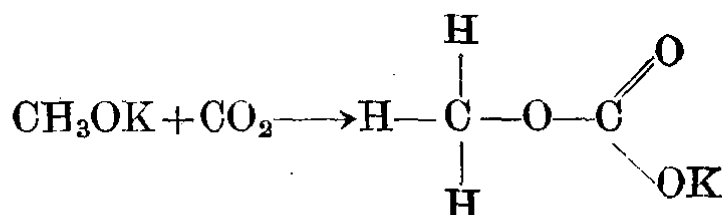
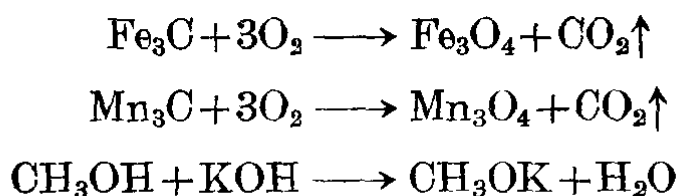
将送来的试样置于冲击钵(见图 2)中，进行冲击，直至试样全部通过 60~100 目孔筛子。然后用磁铁将试样吸出，使其与杂质分离。

二、碳 的 测 定

一) 非水溶液滴定法

I. 方法要点

试样于 1200°C 左右的高温下通氧燃烧，燃烧后生成的二氧化碳用含有甲醇、丙酮、氢氧化钾的混合液(非水溶液)吸收，在吸收的同时，根据百里香酚酞和百里香酚蓝指示剂颜色的变化，仍用此非水溶液滴定，再根据标样滴定度换算成测定结果。其反应如下*：



非水溶液中甲醇的加入，一则能同氢氧化钾反应后生成

* 这里介绍的反应，后两个反应式目前仍有争论，仅供参考。

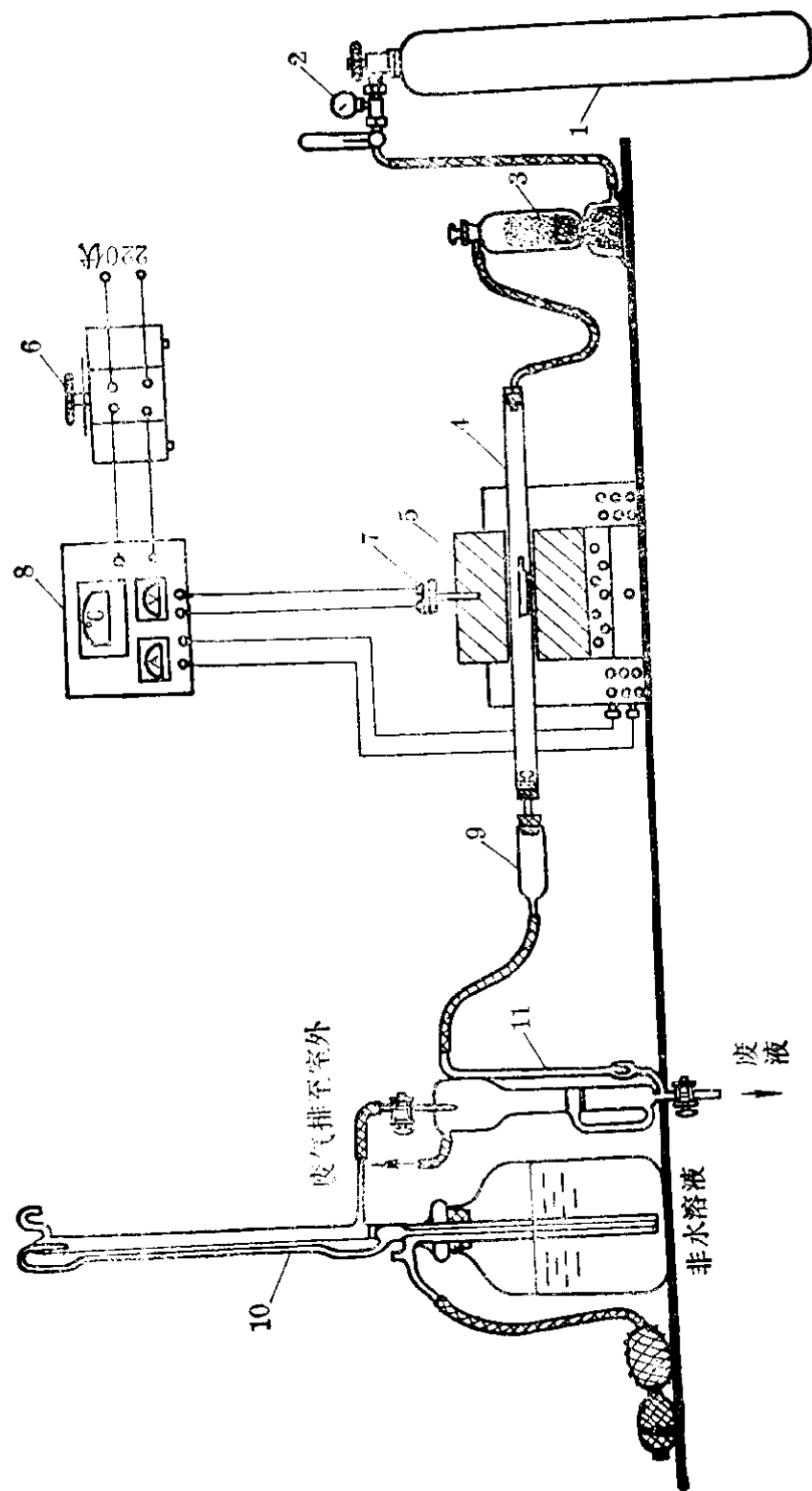


图 3 非水溶液滴定法定碳装置