

第 1 冊
钢铁分析

钢铁厂化学分析

天津鋼厂試驗室 編

冶金工业出版社



75-251/127

75.11.251
127
111

鋼鉄厂化学分析

第一冊 鋼鐵分析

天津鋼厂試驗室 編

冶金工业出版社

鋼鐵厂化学分析

第一冊 鋼鐵分析

天津鋼厂試驗室 編

設計：周廣， 盧德龍 校對：吳可康

※

冶金工业出版社出版（北京市灯市口 45 号）

北京市書刊出版業營業許可證出字第 093 号

冶金工业出版社印刷厂印 新华書店发行

※

1959 年 3 月第一版

1959 年 3 月北京第一次印刷

印数 14,000 册

开 4870×1168·1/32 · 87,000 字 · 印张： 8 3/32 · 插圖 1

※

統一書号 15062·1478 定价 0.38 元

“鋼鐵廠化學分析”總括介紹了一個普通碳素鋼廠試驗室所採用的分析方法以及十年來的工作經驗。內容包括鋼鐵、礦石、耐火材料、煤炭、水、油、金屬製品溶液、非金屬、以及氣體等物料的分析方法。全書將分若干小冊子陸續出版。

“鋼鐵分析”為其中第一冊，討論鋼鐵中碳、矽、錳、磷、硫、鎳、鉻等七種元素的分析方法。這些方法大部分是部頒標準中所採用的方法，也補充了某些快速方法。在每一方法中，除了介紹所用儀器、試劑、分析方法和計算方法之外，還敘述了方法原理、操作經驗、注意事項以及有關參考書中提到的各種意見。書末附錄介紹了試驗室的常用儀器、基本分析操作、安全制度、以及計算用的數據表，以備參考。

本書供鋼鐵分析工作者使用，也適合學習分析知識的同志自修參考。

目 录

前言.....	1
总說.....	2
第一章 碳的分析	3
第一节 碳的作用.....	3
第二节 容量法定碳.....	3
一、仪器.....	3
二、試剂.....	6
三、分析方法.....	6
四、分析原理.....	7
五、計算.....	7
六、注意点.....	9
七、备注.....	10
八、誤差范围.....	11
第二章 矽的分析	12
第一节 矽的作用.....	12
第二节 重量法定矽.....	12
一、試剂.....	12
二、分析方法.....	12
三、分析原理.....	13
四、計算.....	14
五、注意点.....	15
六、备注.....	16
七、誤差范围.....	17
第三节 比色法定矽（氯化亚錫法）.....	17
一、仪器.....	17
二、試剂.....	17
三、分析方法.....	18
四、分析原理.....	18

01447

五、注意点	19
六、备注	19
第三章 錳的分析	21
第一节 錳的作用	21
第二节 亚砷酸钠—亚硝酸钠法定錳	21
一、試剂	21
二、分析方法	22
三、分析原理	22
四、計算	23
五、注意点	24
六、备注	25
七、誤差范围	25
第三节 亚砷酸钠法定錳(快速測定法)	26
一、試剂	26
二、分析方法	26
三、分析原理及計算	26
四、本法优缺点	26
第四章 磷的分析	28
第一节 磷的作用	28
第二节 容量法定磷	28
一、試剂	28
二、分析方法	30
三、分析原理	30
四、計算	32
五、注意点	33
六、备注	34
七、誤差范围	35
第三节 比色法定磷(氟化鈉—氯化亚錫法)	36
一、仪器	36
二、試剂	43
三、分析方法	43
四、分析原理	43

五、注意点	44
第五章 硫的分析	46
第一节 硫的作用	46
第二节 烧燃法—碘量法定硫	46
一、試驗仪器	46
二、試剂	47
三、分析方法	48
四、分析原理	49
五、計算	49
六、注意点	49
七、备注	50
八、誤差范围	51
第三节 发生法定硫	52
一、試驗仪器	52
二、試剂	52
三、分析方法	53
四、分析原理	53
五、計算	54
六、注意点	54
七、备注	55
第六章 鎳的分析	57
第一节 鎳的作用	57
第二节 二甲基乙二醛肟法（重量法）定鎳	57
一、試剂	57
二、分析方法	57
三、分析原理	59
四、計算	59
五、注意点	59
六、誤差范围	61
第三节 高錳酸鉀容量法定鎳（快速測定法）	61
一、試剂	61
二、分析方法	62

三、分析原理	62
四、計算	63
五、注意点	63
六、备注	64
第七章 鉍的分析	66
第一节 鉍的作用	66
第二节 高硫酸鉍法定鉍	68
一、試剂	66
二、分析方法	68
三、分析原理	69
四、計算	70
五、注意点	70
六、誤差范围	72
第三节 尿素法定鉍（快速測定法）	72
一、試剂	72
二、分析方法	73
三、分析原理	74
四、計算	74
五、注意点	74
六、誤差范围	75
附录一 試驗室基本操作及一般材料仪器	76
附录二 安全制度	84
附录三 鋼鉄分析中标准溶液浓度的計算	87
附录四 有效數字	90
附录五 測定碳的气压温度校正系数表	91
附录六 水蒸气压 力表	92
附录七 大气压力单位换算表	93
参考文献	97

前 言

在党的总路线光辉照耀下，在大跃进的1958年，我国在各个战线上都获得了巨大成就，特别是钢铁工业更是突飞猛进，随之而来的钢铁分析工作也为广大分析工作者及新建厂矿工作者所迫切需要掌握。我厂试验室在这种新形势的要求与各方面的鼓励下，决定将十年来的分析工作经验加以整理，写成一套小册子，供钢铁分析工作者参考，并希望它能对我国钢铁事业的大跃进有所促进。

在这一套小册子中，第一册为钢铁分析，第二册为金属制品溶液的分析。其余有关钢铁工业之矿石、耐火材料、非金属、煤炭、水、油以及气体分析，将陆续分册出版。

本册共计分七章，分别讨论碳、矽、锰、磷、硫、镍、铬的分析方法。每章分节叙述各种元素在钢中的作用，及该元素的分析方法，包括仪器、试剂、分析方法、分析原理、计算、注意点及备注等。其中注意点一项为我厂及兄弟厂以及科学研究机关之实际经验及一般参考书上之共同意见。备注项目中则为个别意见或意见不太肯定者。

本书脱稿匆匆，错误难免，尚希同志们予以指正，以便改进。

天津钢厂试验室

总 說

鋼鉄試样应为細屑，必須干淨无油无銹；不得含其他杂质。試样須用分析天平称重。試剂配制及分析所用水均用蒸餾水，試剂一般用分析純品或化学純品。試制配制的表示方法：如1:2之溶液系指盐酸（比重1.19）、硫酸（比重1.84）、硝酸（比重1.42）、或氨水（比重0.88）1份（指体积言）与水2份之溶液。方法中所載之溶液，除指明溶剂外，均系水溶液。如10%氯化鈉溶液指100ml溶液中含有氯化鈉10克。容量器皿、砝碼及天平应經常注意其准确度，必要时予以校正。

第一章 碳的分析

第一節 碳的作用

碳对鋼的影响：增加鋼中之碳，即增加鋼的硬度和减小鋼的韌性，同时，它能增加抗张强度，增高屈伏点，降低伸长率和断面收缩率。冶炼工作者必须注意含碳量。碳在鉄合金中很少以游离状态存在（在鑄鉄內的石墨碳，在可鍛鑄鉄內和退火高碳鋼內的退火碳），大部份在鋼及鉄合金中結合成碳化物（ FeC ， Cr_7C_3 ， WC ， Cr_3C_2 ， Cr_7C_3 ， MoC 和其它）。

第二節 容量法定碳

一、仪器（见图1）

1. 氧气瓶Ⅰ。
2. 减压活門Ⅱ。
2. 蓄气瓶Ⅲ：緩和氧气流之甲。
4. 洗瓶Ⅳ：一瓶盛氢氧化鉀，一瓶盛硫酸，深約30—40mm。
5. U形管。
6. 散热玻管Ⅵ：为双盘式玻管，各装在燃烧管两端之橡皮塞上，以防止橡皮塞燃烧。
7. 管式爐Ⅶ：为平臥式，能达到的溫度不得低于1250℃。
8. 电阻器Ⅷ：用以調节电爐之溫度。
9. 安培表区Ⅸ。
10. 高溫計及热电偶Ⅹ。
11. 球形管Ⅺ：內装玻棉用以阻滯氧流中所帶出之固体物。

12. 除硫最Ⅱ：系直径约 10mm 之玻管，长约 100mm，下端装以玻棉，内装特制的粒状二氧化锰，上端塞以铁化石棉。二氧化锰不宜受潮或为尘埃所沾污。用久之二氧化锰，颜色稍淡，即失效用，应从新更换。

13. 容量定碳仪Ⅱ：其零件如下。

(1) 冷凝管：用以冷却燃烧管中所流出之混合气体 ($\text{CO}_2 + \text{O}_2$)。

(2) 量气管：用以量混合气体之体积。量气管为细圆柱形之玻璃仪器，其上部膨大，全部容积为 500ml。量气管具有夹层，夹层间充满以水（使量气管中气体之温度少受外界影响），管之上部膨大部份插有温度计，用以测量气体之温度。量气管之上部管口处配有空体浮标一个，当量气管中液体充满至上部管口时，该浮标即上升，将管口堵塞。量气管之下部为细长形刻度玻璃管，用以量气体之体积，即含碳量之百分率。

(3) 水准瓶：内盛甲基红的酸性氯化钠溶液或酸性的硫酸水溶液，用橡皮管与量气管相接，用以将混合气体由量气管中压入吸收器中。

(4) 吸收器：内盛氢氧化钾溶液。

14. 燃烧管Ⅳ：长 600mm，，内径为 20mm。使用前用软铁丝刷擦干净，并将燃烧管全部灼烧一次，另外还应检查是否严密不漏气。

15. 燃烧舟：系用无釉磁质制成，根据试样重量之大小，而使用不同大小之燃烧舟（为延长燃烧管之使用期，可将盛试样之燃烧舟，置于另一燃烧舟内，再推入燃烧管中一併燃烧）。

一号舟 长 67mm，宽 7mm，高 8mm。

二号舟 长 72mm，宽 9mm，高 9mm。

燃烧舟在使用前，需通入氧气灼烧一次，或在马弗炉中灼烧之。温度应在 900—1000℃，灼烧后备用之燃烧舟应放置于干燥器中，但干燥器之盖边不得涂抹凡士林或其他类似物质。

16 推入或拉出燃烧舟之长钩，系用粗紫铜（非黄铜）或用耐热低碳钢丝制成，方形或圆形均可。

17 水银气压计或无液气压计。

二、試 剂

1. 硫酸：比重1.84。

2. 无水氯化钙。

3. 苏打石棉（或苏打石灰）。

4. 水准瓶内所盛溶液：照仪器说明书所规定者配制。一般用25%之氯化钠溶液；于400~450ml溶液中，加有浓硫酸5~6滴，及甲基橙溶液数滴。

5. 氢氧化钾溶液：820克氢氧化钾溶解在1200ml水中。

6. 粒状二氧化锰：溶硫酸锰（ $MnSO_4$ ）20g于500ml温水中，加氢氧化铵（比重0.88）10ml摇匀后，加入高硫酸铵溶液（25%）90ml，随加随搅。煮沸10分钟，再加入氢氧化铵1~2滴，静置澄清（如不澄清，再加高硫酸铵溶液）。用倾洗法以稀氢氧化铵洗涤十余次，再用稀硫酸洗涤，最后用热水洗涤，并抽滤之至无硫酸根存在为止。将沉淀在110℃烘3~4小时，在研钵内磨细后，筛取20网眼之细粒备用。

7. 铁化石棉：用含5%硫酸之10%硫酸亚铁溶液，将十分细碎之石棉浸透后，将石棉滤出，压去过量之液体，烘干，最后在1600℃之温度下灼烧6~8小时。

8. 熔剂：纯锡、纯铜、纯铅、或铜铅之氧化物（带状或20网眼粒状物均可）。凡熔剂均应于使用前检定其含碳量，不得超过0.005%。

三、分析方法

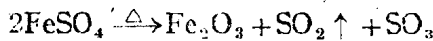
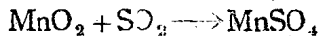
称试样（含碳量1.5%以下，称0.5~2g；或含碳量1.5%以上，称0.2~0.5g于燃烧舟内，难熔之钢样须复以熔剂约0.2g。将燃烧炉加热至1150~1250℃，用长钩将燃烧舟推入于燃烧管中

心之最灼热处，立即用橡皮塞将燃烧管塞住，一分鐘后，通入氧气燃烧之，依据定碳仪之操作规程，讀取讀数。所得之讀数，乘以溫度及压力之校正系数，并以試样重量除之，即可求得碳之百分率。

四、分析原理

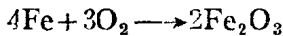
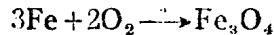
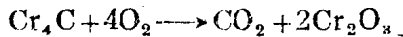
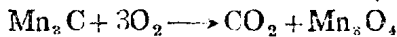
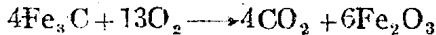
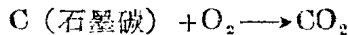
1. 試驗仪器：

除硫装置：粒状二氧化錳及鉄化石棉除去 SO_2 。



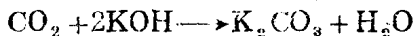
2. 分析手續：

a. 样品燃烧：



(Fe 主要成为 Fe_3O_4 一部份生成 Fe_2O_3)

b. 以 KOH 吸收 CO_2 ：



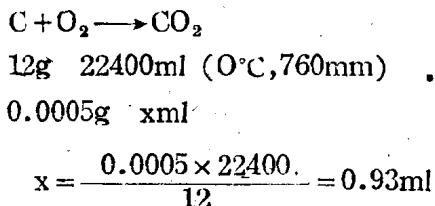
五、計 算

1. 容量法定碳，系由产生 CO_2 之体积而求得 C%。根据理論計算得知：0.0005g 碳经过燃烧后生成的 CO_2 ，在 16°C (有的書上是 15°C) 及 760mm 气压时所占体积恰为 1.00ml。这个計算考虑到了压力、溫度、稀硫酸溶液之水蒸气压力及量管本身膨胀等問題。

现在用的苏联定碳仪，量管上相邻二刻度之間的体积恰为 2.00 ml，其上之刻度讀数即代表 1g 样品之 C%，如 “0.1000” 即 1g 样品含 C0.1%。

下面介紹計算方法。

0.0005g 碳在 0°C, 760mm 時生成之二氧化碳體積 x 可由下式求得：



如此體積 CO_2 在 16°C, 760mm 時在閉管中測得之體積，可按照氣體方程式證明其恰為 1ml：

$$\frac{PV}{T} = \frac{P'V'}{T'}$$

式中 $V = 0.93\text{ml}$; $V' = ? \text{ml}$;

$P = 760\text{mm}$; $P' = (760 - 13.6) \text{ mm}$ (16°C 時水蒸氣壓力 = 13.6mm);

$T = 273 \text{ (0°C)}$; $T' = 273 + 16 \text{ (16°C)}$

代入式中，

$$\frac{760 \times 0.93}{273} = \frac{(760 - 13.6) V'}{273 + 16}$$

$$\therefore V' = 1.00\text{ml}$$

2. 校正係數之求法：

如試驗時讀出 CO_2 體積為 1.00 ml，此時溫度為 20°C，大氣壓力 750mm，為將此體積折算為 16°C, 760mm 時之體積，則可依氣體方程式計算校正係數：

$$\frac{PV}{T} = \frac{P'V'}{T'}$$

式中： $P = (750 - 17.5) \text{ mm}$ (20°C 時水蒸氣壓力 = 17.5mm);

$V = ?$;

$T = 273 + 16 \text{ (16°C 時)}$;

$P' = (760 - 17.5) \text{ mm}$ (20°C 時水蒸氣壓力 = 17.5mm);

$$V' = 1.00 \text{ ml};$$

$$T' = 273 + 20 \text{ (20°C时)}$$

$$\text{則: } \frac{(760 - 13.6) \times V}{273 + 16} = \frac{(750 - 17.5) \times 1.00}{273 + 20}$$

$$\therefore V = \frac{(750 - 17.5) \times 1 \times (273 + 16)}{(760 - 13.6) (273 + 20)} = 0.963 \text{ ml}$$

由此得出校正系数表中之校正系数为0.968 (表见附录五)。

六、注意 点

1. 气体容量定碳仪須装置于正常室温地点; 不可与电爐, 暖气过分靠近, 宜相距 300mm 以外, 并避免阳光直接照射。量气管及吸收器間之温度亦应避免差异, 此点甚为重要。

2. 工作开始前应先将仪器准备妥当, 并先检查设备中之接头及活塞等处是否严密不漏气。

3. 工作开始前及工作中均应燃烧标鋼以判定工作过程中仪器之准确性。

4. 量气管必須保持清洁, 于必要时用溫热重鉻酸鉀洗液洗滌, 当液体流动不順利而有水滴附着于量气管之内壁时应予洗滌。

5. 吸收器中 KOH 根据工作情况, 注意更換, 約在定 2000 次碳后必須更換。

6. 燃烧舟应預先在高溫 (900~1000°C) 中灼烧。灼烧后保存于不涂抹凡士林之干燥器中, 使用熔剂前要作空白檢定。

7. 如于拉出燃烧舟后, 发觉試样未能燃烧完全, 須另称样燃烧之。

8. 当通氧气使碳燃烧而将气流压入量管时, 酸性溶液下降速度应与吸收完后再将 CO_2 压回量气管之速度尽量一致。进行精确分析时应等待水面不再上升时再讀数。

9. 量气管中之稀硫酸溶液如系新換者, 最好先进行 1~2 次鑄鉄試料的燃烧, 使此溶液为二氧化碳所饱和。否則用新溶液