

钢铁冶金实用分析

冶金工业部钢铁研究院分析室

冶金工业出版社

鋼鐵冶金实用分析 冶金工业部鋼鐵研究院分析室

設計：朱駿英 校對：李慧英

1959年5月第1版 1959年5月北京第1次印刷10,500冊
850×1168¹/₃₂·190,000字·印張 7¹²/₃₂ · 定價 0,90 元
中央民族印刷廠印 新華書店發行 統一書號 15062·1388

冶金工业出版社出版（地址：北京市灯市口甲45号）

北京市書刊出版业營業許可証出字第093号

75.25
241

前 言

毛主席說：“一个粮食，一个钢铁，有了这两个东西就什么都有了。”有了钢铁，就有冶金、机械等重工业，有电子计算机、原子反应堆、雷达等尖端工业，有电站、火车、汽车、飞机、轮船等先行工业，有鑽塔，拖拉机、紡織机……。我国在解放后，钢铁生产的发展速度，远远超过了所有资本主义国家。在党的鼓足干劲，力争上游，多快好省地建設社会主义的总路綫照耀下，在大跃进新形势的鼓舞下，已形成全民大办钢铁工业的高潮，大中小型尤其是“土洋結合”的钢铁工厂星罗棋布于全国，产量与日俱增；今年鋼的产量就要翻一番；今后我国钢铁工业将要更蓬勃的发展。

钢铁工业的飞速发展对化学分析提出了新的要求。化学分析的任务是測定原材料、金属、爐渣組份的含量，配合生产进行选料、配料和控制冶煉过程的操作条件，决定爐渣等副产品的用途等等，是钢铁生产上不可缺少的一个重要环节。化学分析能达到快、准、省，則对钢铁生产的数量、質量、成本等方面都能起很大的促进作用。

近代的化学分析方法在器械分析方面有很大的发展，象光谱分析等在大型钢铁企业中已在应用，但它們所需设备較貴，中小型企业尚不能普遍应用。目前我国建設了中小型企业，在化学分析方面针对这一情况，必須采用較普通的仪器药品来完成分析任务。本書采用方法以容量法，重量法及比色法为限，所有设备国内都能解决，如无光电比色計亦可用目視比色法代替。所选方法以快速为主，注意实用，并尽量介紹工作經驗。本書系集体編写，文笔不够統一，且編写時間仓促，缺点在所不免，希讀者提出指正。書內若干方法系采用国内各單位的先进經驗，我們特在此致以謝意。

目 录

第一篇 鋼鉄的分析

取样方法	1
碳(总碳量)的测定	6
硫的测定	12
硅的测定	24
锰的测定	26
磷的测定	34
铈的测定	44
钼的测定	48
镍的测定	50
钒的测定	63
钨的测定	68
铝的测定	75
硼的测定	80
钛的测定	81
铜的测定	83
化合物的测定	86

第二篇 鉄合金的分析

取样方法	91
碳的测定	91
硫的测定	92
硅鉄的分析	92
硅的测定	92
锰的测定	95
磷的测定	96
錳鉄的分析	97

硅的测定	97
锰的测定	99
磷的测定	102
铬铁的分析	103
铬的测定	103
硅的测定	105
锰的测定	106
磷的测定	107
钼铁的分析	108
钼的测定	108
锰的测定	111
硅的测定	112
磷的测定	113
钒铁的分析	113
钒的测定	113
硅的测定	115
锰的测定	116
磷的测定	118
镍铁的分析	118
镍的测定	118
锰的测定	120
硅的测定	121
磷的测定	123
硼铁的分析	124
硼的测定	124
钛铁的分析	127
钛的测定	127
磷的测定	128
硅的测定	129

第三篇 原材料的分析

铁矿的分析	131
-------------	-----

取样方法	131
铁的测定	133
二氧化硅的测定	135
锰的测定	137
硫的测定	140
磷的测定	145
氟的测定	148
锰矿的分析	150
二氧化硅的测定	150
锰的测定	152
硫的测定	155
磷的测定	157
石灰石和白云石的分析	157
二氧化硅的测定	157
氧化铝、氧化铁、氧化钛总量的测定	159
氧化钙和氧化镁的测定	160
萤石的分析	162
二氧化硅的测定	162
氟化钙的测定	165
石英石及硅质耐火制品的分析	169
灼烧减量的测定	169
二氧化硅的测定	169
氧化铝、氧化铁、氧化钛总量的测定	171
氧化铁的测定	172
氧化钙的测定	174
氧化镁的测定	175
粘土的分析	176
二氧化硅的测定	176
氧化铝、氧化铁、氧化钛总量的测定	179
氧化铁的测定	180
氧化钙的测定	182
氧化镁的测定	182
粘土的快速分析	184

二氧化硅的測定	184
氧化鋁的測定	185
氧化鐵的測定	187
氧化鈦的測定	187
氧化鈣的測定	188
氧化鎂的測定	190
焦炭的分析	191
水份的測定	191
揮发份的測定	192
灰份的測定	194
全硫的測定	195
爐渣的分析	198
二氧化硅的測定	198
氧化鋁的測定	199
氧化鈣和氧化鎂的測定	203

附录

国际原子量表(1957年)	208
指示剂	211
金屬的氢氧化物沉淀出来时的 pH 值	214
篩子的級差	214
过滤器	216
鉄坩堝的鈍化	217
制實驗室器皿用的玻璃	217
容量分析量器的校准	218
分析結果的容許誤差 (%)	219
測定碳时的校正系数	220
酸及氨水的溶液的比重	222
对数表	229

第一篇 鋼鐵的分析

取 樣 方 法

鋼鐵原始平均樣品的採取和化學分析樣品的製備是決定化學分析結果能否具有代表性的基本環節，不正確的採樣或制樣不僅將會引起人力物力的浪費，而且還可能提出錯誤的數據，使生產受到損失，因此鋼鐵的採樣和制樣工作應該受到足夠重視。

一、樣品的採取

鐵水樣的採取

(1) 高爐鐵水流入溝中時，用長柄鐵勺在流出鐵水量達 $\frac{1}{4}$ ， $\frac{2}{4}$ ， $\frac{3}{4}$ 時，從鐵水溝中取樣三次，分別倒入樣模中，打上號碼或記號，冷卻後送化驗室。中小型高爐每次出鐵量較少，在鐵水流出一半時取樣一次即可。

(2) 混鐵爐和化鐵爐試樣都是在鐵水出爐流出一半時用長柄勺採取。

鋼水樣的採取

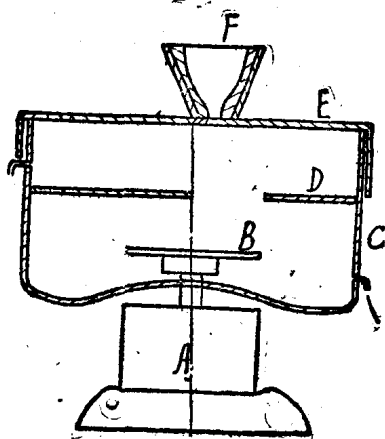
(1) 爐前試樣用長柄勺直接從爐池中採取，長柄勺用前需先沾上一層爐渣，否則會熔化。初加料以後，不能立即取樣，必須待爐料全部熔化以後才可，取樣前應將爐中鋼水攪勻，舀取後倒在樣模中，稍冷取出。

(2) 成品樣一般在鑄錠時由盛鋼桶流出的鋼水量到一半時用長柄勺取樣，倒在樣模中冷卻取出。

甩片取樣法：

為了加速爐前制樣速度和簡化制樣手續，用甩片法將樣品取成薄片狀，不需鑽取或砸碎，可以直接送作化驗室試樣。甩片取樣法有以下兩種。

甲、甩片機：



甩片机

它的構造包括以下几部分：

A. 馬达：采用三相或單相馬达皆可，能力为十一瓩馬力轉速約3000轉/分。

B. 取样銅盤：表面加工磨光，銅盤厚約10毫米，直徑250毫米，它的大小决定于馬达能力。轉盤应用易傳热而且熔点高的物質制造，通常采用銅制，这样对鋼液冷却有利。盤可以自由放在馬达的主軸上，也可自由取下，盤和主軸之間用鍵卡住，使銅盤旋轉时不易脫落。

C. 外壳：用銅板或鉄板鑄成，厚度約2—4毫米，直徑可根据銅盤大小决定，每边比銅盤寬100毫米即行，高度也可任意决定。外壳內有擋板D，頂上有銅盖E，擋板位置离銅盖約100毫米。也可不采用擋板。銅盖上設置漏斗F。

采取方法：

开动馬达帶动銅盤至轉速稳定后，用勺取鋼液自漏斗中以細流迅速倒入，鋼液落在离銅盤中心和邊緣的 $\frac{1}{2}$ 处，受銅盤离心力的作用，甩成很薄的小片。停止馬达，取出样片，供爐前分析之用。在取样时，如有条件，可通入氮气，以防鋼样氧化。

离心取样法和鑽床取样法的分析結果曾經過比較，証明离心取样对分析結果沒有影响，适用于一般中碳鋼和低碳鋼，高碳鋼的碳約低0.05%左右。

乙、手甩片：

用長柄勺將鉄水或鋼水取出，立即以細流倒下，同时用一块稍烘热的鉄片迅速悬空橫切过去（必要时再回切一次可以增多取样量），这样鉄板上就鋪上一层鉄水，立即放入冷水桶中（冷水桶中部悬放一块鉄絲网），取出薄片鉄样，烘乾，搗碎，送化驗室。

本法适用于生鉄一般分析，成品和爐前取样，中碳高碳鋼爐前取样。低碳鋼由于不脆，不好搗碎，是否适合还不能肯定。

本法的优点在于：

(1) 不使用任何設備，动力，最适用于地方煉鉄煉鋼需要。

(2) 取白口鉄可以代替过去的人力砸碎，大大減輕了体力劳动。

(3) 不需鑽取，不需等待样块冷却，可以縮短爐前取样的時間，为縮短煉鋼時間創造了有利条件。

二、样品的制备

制样規則

鑄鉄虽然經過熔煉，但是由于它們不是純金屬，凝固时产生偏析現象，內部組成并不均匀。純鉄的凝固溫度与其中所含各种雜質的凝固溫度不同，因此在鑄錠时，靠近鑄模处純鉄多，而靠中心处雜質多，因此無論在大鋼錠上取样或在專取的小样錠上取样都須注意部位，以保証具有代表性。此外鑄鉄中石墨碳較多，在鑽取研磨搗碎时，石墨碳質輕极易飞失。由于类似上述各种原因，所以在制样时应注意使成分保持不变。現將制样的注意事項叙述如下。

(1) 制样者双手应洁淨，不得有油污。

(2) 鑽頭刀具等均須清潔干燥,表面不沾油垢,未曾使用過之切削刀具,用前必須用熱水、酒精洗淨,并用干淨之布擦干以除去油垢。

(3) 鑽頭及其它切削工具應為特种鋼所制,用前須小心磨至鋒利,不得有缺口。

(4) 制樣之工具必須專用。

(5) 鑽孔或車取試樣時,絕對不能使用水,油,或其他潤滑劑。

(6) 進刀之速度不宜太快,否則易使樣品受熱氧化。

(7) 制取試樣時不得使油脂,污物或其它雜質混入試樣中。

(8) 鑽取或車取試樣,不宜太厚,應為0.1—0.2毫米,并避免卷成長條。

(9) 如樣品太硬,不便于切削,可退火處理再制取。即將試樣置于馬弗爐內在 650°C — 700°C 灼燒約一小時,然後取出緩緩冷卻。

(10) 接取試樣時,應用清潔之鐵器或搪瓷器皿,并應防止所取之樣品飛失(如石墨等)或跳出而招致損失。

(11) 所得之試樣量,一般五元素分析需30克以上,如增加合金元素分析,則需50—60克。

(12) 制好之樣品一律用磨口玻璃瓶盛裝,貼上標籤註明試樣名稱,委托單位,分析項目,制樣者,制樣日期,原號及制樣號等等。

制樣方法

1. 生鐵(包括煉鋼用生鐵,鑄造用生鐵及特殊鑄造用生鐵):

(1) 先用鋼絲刷將樣塊表面精細的清理干淨。

(2) 爐前或小块試樣,如表面硬度不大,用鑽孔法鑽取鐵屑(鑽頭直徑為15—18毫米)。鑽孔位置應于樣塊之中部垂直于鐵樣縱軸,最初5毫米深處之鑽屑棄去,鑽孔距鐵樣表面深度不

可小于 5 毫米，如試样过厚可鑽至試样之中心。如試样表面硬度很大，不能用鑽孔法取样，則將試样搗細）用四分法取出所需要的量，然后用乳鉢研磨通过 80 至 100 篩孔。

(3) 如为大块样品，則在試块中三个不同的部位鑽取：在断面表面之中心及另外两个相对部位上。鑽孔边缘与試样边缘之距离不可小于 5 毫米。由此三处取下之鉄屑試样置乳鉢中仔細混合之，并研細至通过 20 号篩目。白口鉄試样鉄块經仔細清理后約从其中部折成兩半，并从每个鉄块断裂表面中間和其边缘，由 $\frac{1}{2}$ 断面上用錘打下小鉄块，研碎至通过 80—100 篩孔。

(4) 甩片法取得的样品，浸入冷水冷却后，用鉄乳鉢搗碎。

2. 鋼:

甲、盛鑽桶試样的制取:

(1) 將試样表皮磨去。

(2) 于样品之横断面上普遍鉋取，或于試样中部鑽取，孔深为試样厚度之一半。

乙、成品鋼材的制样可按以下三法之一进行:

(1) 于試样之横断面上普遍鉋取，或鉋取一部分，但不应少于其切面之 $\frac{1}{3}$ 。

(2) 在試样之軋制横断面上，选取均匀分配的位置以相等的深度鑽取試屑。

(3) 于試样一面之中綫上鑽孔，深度达到縱軸。

丙、角鉄等的制样:

如不能車取整个断面，可在中心与边缘之中部整个鑽穿。

丁、鋼板的制样:

(1) 取鋼板数張沿全長切成寬 5 毫米之狭条。

(2) 將各条之表面磨光。

(3) 將各条重叠一起，鑽取样品，混勻。

戊、鋼絲鉄絲的制样:

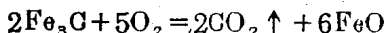
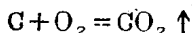
(1) 細鋼絲或鉄絲：清除表面之氧化物后用剪剪取。

(2) 粗金属絲先在鉄砧上打成薄片，然后用剪剪取。

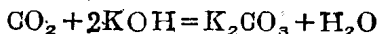
碳(总碳量)的測定

方法要点:

鋼鐵中的碳以化合状态(主要是 Fe_3C)、游离状态、固溶体等状态存在。这些不同状态的碳在 $1100^\circ\text{C} \sim 1200^\circ\text{C}$ 的高温氧气流中,燃燒时都被氧化成二氧化碳:

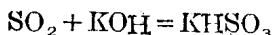
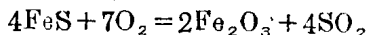


过剩的氧气和所产生的二氧化碳气体,通过濃的氢氧化鉀或氢氧化鈉溶液,將二氧化碳吸收:



利用吸收前后体积之差經換算后求出碳的百分含量。

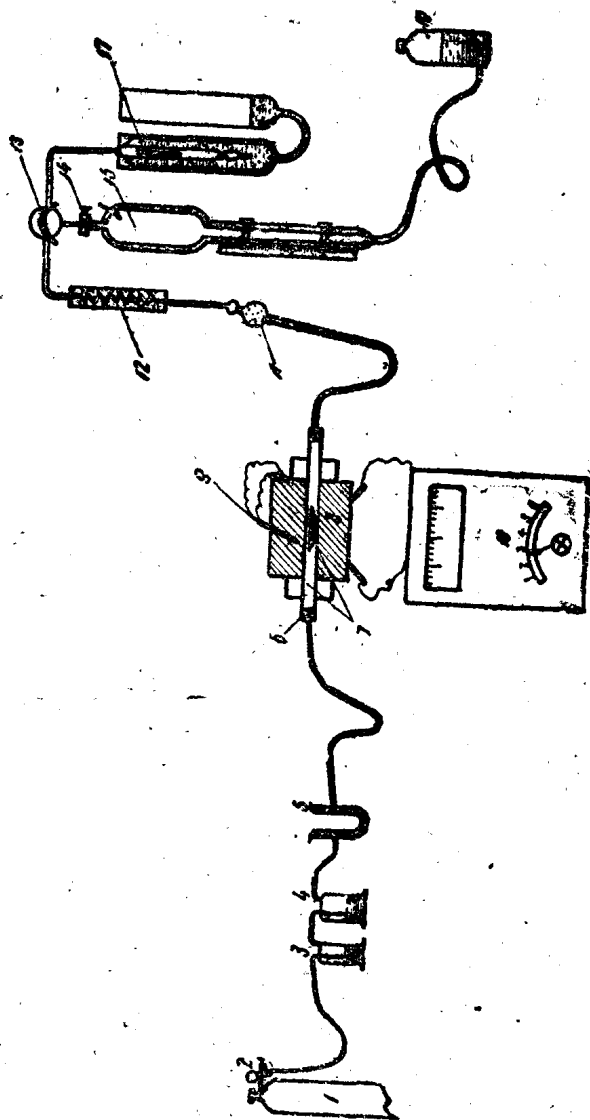
在高温氧气流中燃燒时,鋼鐵中的硫被氧化成二氧化硫,也同样会被氢氧化鉀或氢氧化鈉所吸收,所以在燃燒法定碳时要用特制的固体二氧化錳把它吸收以除去之:



仪器及試剂:

氧气淨淨部分:

1. 氧气瓶。
2. 氧气表。
3. 安全瓶: 瓶內不盛任何东西,用来防止洗气瓶內硫酸的回吸。
4. 洗气瓶: 瓶內盛濃硫酸,体积为全瓶的 $\frac{1}{2}$ 。或者用硫酸加重鉻酸鉀。
5. U形管: 內盛无水氯化鈣和燒碱石棉,主要用来除去酸霧、氧气中的二氧化碳、或有机物經過洗气瓶后被氧化所产生的二氧化碳,也起着乾燥氧气的作用。



容量法定碳儀器裝置圖

燃燒部分：

- 6. 膠皮塞：最好用熟膠的。
- 7. 燃燒瓷管及瓷舟：管長 600 毫米，內徑 16 毫米，外徑 22 毫米。瓷舟長 88 毫米。

8. 高溫燃燒爐：內裝破砂棒。

9. 热电偶。

10. 自動控制器。

容積定破儀部分：

11. 除硫管：下端塞破棉，內裝特制粒狀二氧化錳，上端塞鐵化石棉。二氧化錳不應受潮或被塵埃所沾污，久用變色失去效用，應即時更換。除硫管不但起着除硫的作用，而且也起着除去固體氧化物粉末的作用。

12. 冷凝管：冷卻燃燒管中所燒出之混合氣體。

13. 三通管。

14. 雙通平行活塞：用以排除殘氣。

15. 量氣管：用以量氣體之體積。量氣管為一圓柱形之玻璃儀器，上部膨大，全部容積為250毫升。它具有夾層，夾層中充滿水，使量氣管中氣體少受外界影響。管上部的膨大部分插有溫度計，用以測量氣體之溫度。量氣管上部管口處配有空心浮標，一當量氣管中液體充滿至上部管口時，該浮標即上升將管口堵塞。量氣管下部為細長形，附有刻度標尺，用以測量氣體體積。

16. 水準瓶（平衡瓶）：內盛含有甲基橙（或甲基紅）之酸性氯化鈉溶液；用膠皮管與量氣管相連接，（用以將氣體壓到吸收器，從吸收器中抽入量氣管和排除殘氣。

17. 吸收器：內盛氫氧化鉀溶液。

其他物品：

18. 推拉瓷舟所用之長鉤：用粗紫銅絲或耐熱低碳鐵絲或鎳鉻絲製成，

19. 水銀氣壓計。

試劑：

1. 硫酸：比重1.84。

2. 無水氯化鈣。

3. 蘇打石綿（或蘇打石灰）。

4. 水準瓶內所盛溶液：于氯化鈉（25%）溶液中滴加數滴

濃硫酸使呈酸性，并加數滴甲基橙或甲基紅溶液。

5. 氫氧化鉀溶液：40%。

6. 粒狀二氧化錳：溶硫酸錳20克于500毫升溫水中，加氫氧化銨（比重0.88）10毫升，搖勻后加入過硫酸銨溶液（25%）90毫升，隨加攪拌。煮沸10分鐘，加入氫氧化銨1—2滴，靜置澄清（如不澄清再加過硫酸銨）。以抽濾法過濾，用傾出法以氫氧化銨洗滌十餘次，再用稀硫酸洗滌，最后用熱水洗滌至無硫酸根為止。沉淀在110°C烘3~4小時，在研鉢內磨細后篩取90網眼之細粒備用。

7. 鐵化石棉：用含5%硫酸之10%硫酸亞鐵溶液，將十分細碎之石棉浸透，將石棉取出，壓去過量的液體，烘乾，最后在1000°C溫度下灼燒6~8小時。

8. 熔劑：純鉛、銅、錫或它們的氧化物（在使用前均應作空白。含碳量不得超過0.005%）。

分析方法：

稱試樣（含碳量在1%以下者稱0.5~1克，在1%以上者稱0.2—0.5克）于干淨瓷舟內，難熔之高合金鋼樣須加熔劑，甚至在瓷舟內底部都要鋪上熔劑。將瓷舟推入燃燒管內最高溫部分，立即用橡皮塞將燃燒管塞緊，預熱后以每秒5—6氣泡的速度通入氧氣燃燒之（預熱時間決定于鋼種的不同，一般碳素鋼在1200°C左右可不必預熱，高合金鋼預熱時間為1~2分鐘）。當燃燒后的氣體“充滿”量氣管的窄下部并且液體水平面到達標尺的零刻度時，停止通入氧氣，關閉活塞。沿量氣管提昇或放下水准瓶，使瓶內液面與管內液面位于同一水平上，再移動標尺使其零點與液面對齊。然后將混合氣體壓入吸收瓶吸收，收次數看碳含量而定（一般高碳吸收兩次，低碳吸收一次），吸收后的剩餘氣體重新壓回量氣管，在標尺上讀取讀數。所得讀數乘以附錄的溫壓校正系數，除以試樣克數，即得碳的百分含量。

附註：

1. 瓷舟使用前必須在高溫氧氣流中燃燒，除去有機物及塵

埃。

2. 分析試樣前必須檢查儀器是否漏氣，檢查方法請參閱戴莫夫著“**礦石與金屬的工業分析**”下冊。

3. 在每次分析試樣前，所用長鈎必須灼燒，儀器系統須空通氧氣以潔淨之。

4. 稱樣時必須特別仔細檢查試樣是否潔淨。試樣若被油沾污必須用乙醚洗滌數次，然後在烘箱內烘乾。

5. 通氧應注意速度，過快不能把所有的二氧化碳排入量氣管過慢則會產生大量氣泡。這兩種情況都會使結果偏低。

6. 吸收二氧化碳前後測量體積的條件應基本一致。尤其是時間的長短，它會影響測定結果（由於液體附着於量氣管壁所引起）。

7. 大批分析時高碳與低碳試樣不能連續灼燒測定，否則會影響測定結果。如果更換燃燒管進行測定，則操作過於麻煩，為此，燃過高碳試樣處可空通氧氣數次再進行低碳的測定。

8. 氫氧化鉀吸收液要注意更換，大致作1000個試樣就應換一次，每換一次新溶液後都應先燒幾個試樣而不計測定結果，否則結果會偏低。

9. 儀器接裝位置不能與窗過近。不能按在能直接接受陽光照射和空氣對流很強烈的地方。燃燒爐不應與容積定碳儀過於靠近，也不能靠近氧氣瓶以免發生意外。

10. 為了減少測定高碳時的吸收次數，可在量氣管與吸收器之間裝置一個球管，內盛燒鹼石棉或蘇打石灰。這樣，只需將氣體壓入吸收器一次，便可吸收完全。

11. 為了便於讀取量氣管內氣體體積，可自制特殊標尺自動對零點進行操作，其法如下。

（1）標尺的製備：把水準瓶放在量氣管側一個適當的固定位置上，空通氧氣將量氣管充滿，然後使管內氧氣與大氣相通，此時管內液面與瓶內液面相平。將原儀器的標尺零點對准液面。確定零點後標尺不動，排出氣體，把水準瓶放在原固定位置上，再