

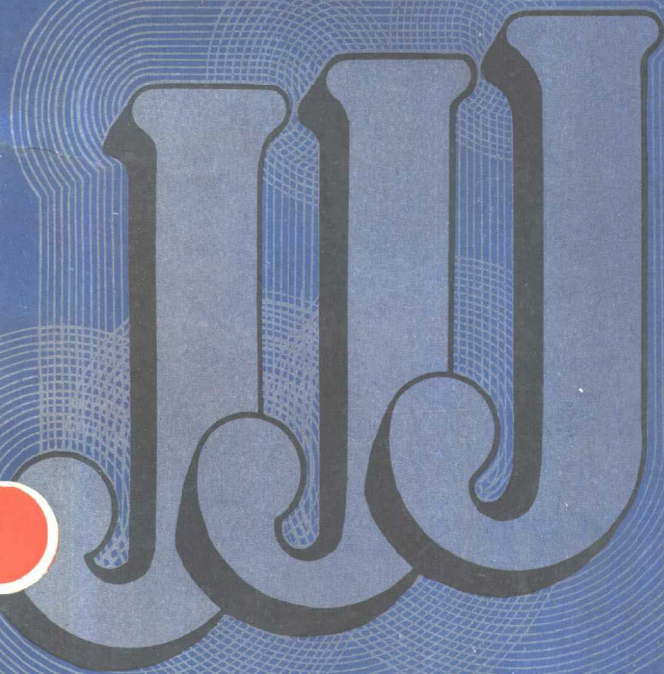
国家机械工业委员会统编

工业分析

(高级工业化学分析工适用)

机械工人技术理论培训教材

JIXIE GONGREN JISHULILUN PEIXUN JIAOCAI



机械工业出版社

机械工人技术理论培训教材

工 业 分 析

(高级工业化学分析工适用)

国家机械工业委员会统编

机 械 工 业 出 版 社

本书共分四章，第一章介绍试样的采取、制备及分解。第二章钢铁及其他合金的分析。简要介绍了常见金属材料中31个元素的分析特性、方法综述和分析应用示例。第三章非金属材料及其他物料分析。简要介绍了炉渣、耐火材料、萤石、石灰石、焊剂、水、电镀液、盐浴、油等的分析方法。第四章化学分析结果准确度的保证，扼要介绍了常量和痕量组分分析中容易引起差错的主要因素，并介绍了标准物质和分析结果的表示方法等。全书以基本概念和原理为主，并注意实用性。

本书由苏州阀门厂徐鑫明、烟台机床附件研究所唐功齐、江苏省机械科学设计研究院黄宣怡、浙江省机械科学研究所顾月清编写。由上海材料研究所吴斌、颜菊英审稿。

工 业 分 析

(高级工业化学分析工适用)

国家机械工业委员会统编

*

责任编辑：朱 华 版式设计：张伟行
封面设计：林胜利 方 芬 责任校对：熊天荣

*

机械工业出版社出版 (北京阜成门外百万庄南街一号)

(北京市书刊出版业营业许可证出字第117号)

机械工业出版社印刷厂印刷

机械工业出版社发行：新华书店经销

*

开本 $787 \times 1092^{1/32}$ · 印张 $107^{7/8}$ · 字数 239 千字

1988年12月北京第一版 · 1988年12月北京第一次印刷

印数 00,001—13,200 · 定价：3.70 元

*

ISBN 7-111-01191-0/O·36

前 言

1981年，原第一机械工业部为贯彻、落实《中共中央、国务院关于加强职工教育工作的决定》，确定对机械工业系统的技术工人按照初、中、高三个阶段进行技术培训。为此，组织制定了30个通用技术工种的《工人初、中级技术理论教学计划、教学大纲(试行)》，编写了相应的教材，有力地推动了“六五”期间机械行业的工人培训工作，初步改变了十年动乱造成的工人队伍文化技术水平低下的状况，取得了比较显著的成绩。

鉴于原机械工业部1985年对《工人技术等级标准(通用部分)》进行了全面修订，原教学计划、教学大纲已不适应新《标准》的要求，而且缺少高级部分；编写的教材，由于时间仓促、经验不足，在内容上存在着偏深、偏多、偏难等脱离实际的问题。为此，原机械工业部根据新《标准》，重新制定了33个通用技术工种的《机械工人技术理论培训计划、培训大纲》(初、中、高级)，于1987年3月由国家机械工业委员会颁发，并根据培训计划、大纲的要求，编写了配套教材149种。

这套新教材的编写，体现了《国家教育委员会关于改革和发展成人教育的决定》中对“技术工人要按岗位要求开展技术等级培训”的有关精神，坚持了文化课为技术基础课服务，技术基础课为专业课服务，专业课为提高操作技能和分析解决生产实际问题的能力服务的原则。在内容上，力求以

IV

基本概念和原理为主，突出针对性和实用性，着重讲授基本知识，注重能力培养，并从当前机械行业工人队伍素质的实际情况出发，努力做到理论联系实际，通俗易懂，具有工人培训教材的特色，同时注意了初、中、高三级之间合理的衔接，便于在职技术工人学习运用。

这套教材是国家机械工业委员会委托上海、江苏、四川、沈阳等地机械工业管理部门和上海材料研究所、湘潭电机厂、长春第一汽车制造厂、济南第二机床厂等单位，组织了 200 多个企业、院校和科研单位的近千名从事职工教育的同志、工程技术人员、教师、科技工作者及富有生产经验的老工人，在调查研究和认真汲取“六五”期间工人教材建设工作经验教训的基础上编写的。在新教材行将出版之际，谨向为此付出艰辛劳动的全体编、审人员，各地的组织领导者，以及积极支持教材编审出版并予以通力合作的各有关单位和机械工业出版社致以深切的谢意！

编好、出好这套教材不容易；教好、学好这些课程更需要广大职教工作者和技术工人的奋发努力。新教材仍难免存在某些缺点和错误，我们恳切地希望同志们在教和学的过程中发现问题，及时提出批评和指正，以便再版时修订，使其更完善，更好地发挥为振兴机械工业服务的作用。

国家机械工业委员会
技工培训教材编审组

1987年11月

目 录

前言

绪论	1
第一章 试样的采取、制备和分解	5
第一节 试样的采取和制备	5
第二节 试样的分解	11
复习题	24
第二章 钢铁和其他合金的分析	25
第一节 碳的分析	25
第二节 硫的分析	32
第三节 硅的分析	36
第四节 磷的分析	43
第五节 锰的分析	49
第六节 铬的分析	54
第七节 镍的分析	61
第八节 钨的分析	66
第九节 钼的分析	73
第十节 钛的分析	80
第十一节 铜的分析	86
第十二节 铅的分析	94
第十三节 锌的分析	101
第十四节 镉的分析	109
第十五节 锡的分析	116
第十六节 铋的分析	124
第十七节 铈的分析	132

第十八节 砷的分析	138
第十九节 硼的分析	144
第二十节 银的分析	153
第二十一节 钨的分析	159
第二十二节 铝的分析	165
第二十三节 铋的分析	173
第二十四节 钼的分析	180
第二十五节 钴的分析	185
第二十六节 锆的分析	192
第二十七节 铁的分析	197
第二十八节 镁的分析	205
第二十九节 稀土的分析	213
第三十节 钙的分析	222
第三十一节 氮的分析	230
复习题	240
第三章 非金属及其他物料分析	243
第一节 炉渣的分析	243
第二节 耐火材料的分析	251
第三节 萤石、石灰石和白云石的分析	258
第四节 焊剂的分析	263
第五节 水的分析	268
第六节 煤的分析	274
第七节 电镀液的分析	282
第八节 盐浴及其他物料的分析	289
第九节 油的分析	299
复习题	306
第四章 化学分析结果准确度的保证	308
第一节 常量化学分析中提高准确度的方法	308
第二节 痕量组分测定中污染的防止	323
第三节 标准物质的制备及其正确使用	326
第四节 分析结果的表示法	329
复习题	339

绪 论

一、工业分析的任务和作用

工业分析是分析化学的组成部分，是分析化学在工业生产上的具体应用。它研究工业生产中涉及的金属材料、原材料、辅助材料、燃料等组成的分析方法和开展对各类材料组成的分析测定，并对生产过程中的中间产品、成品及工艺实行监测，以确保生产所用各类材料的质量，为生产中的工艺过程提供正确的分析结果，为产品质量提供质量依据，对企业提高产品质量；保证工艺过程的顺利进行；提高企业经济效益起着重要的作用。所以长期以来人们把工业分析誉为工业生产中的“眼睛”。它为工业生产起着“把关”作用。

随着科学技术和工业生产的不断发展，新材料、新工艺、新技术的不断涌现，在这些新领域的开发和发展中，更离不开工业分析工作，它有时甚至起着举足轻重的作用。

二、工业分析的特点

工业分析的对象是多种多样的。由于分析的对象不同，对分析的要求也各不相同。但一般来说，在符合生产所需要的准确度的前提下，分析快速、测定简便、易于重复，这是对工业分析的普遍要求。

工业上所处理的物料其数量往往以千百吨计算，而组成往往又不是完全均匀，分析时只能从中取出少量试样进行分析。所以正确的采样是工业分析中重要的步骤。

工业物料的组成是复杂的，大都含有多种杂质，因此在

选择分析方法时，必须考虑到杂质的影响。在分析过程中应有消除或减少杂质干扰的措施。

此外，在分析工业物料之前，必须先将试样转变成溶液才能进行测定。所以试样的分解是工业化学分析的重要环节，对整个分析过程和结果都具有重要意义。而试样分解方法的选择与被测物质的组成、被测元素和测定的方法有着密切关系，对提高分析速度也具有决定意义。

综上所述，在工业分析中应注意以下四个方面：

(1) 正确采样和制样，即所采制的试样要能够代表全部被分析物料的平均成分；

(2) 选择适当的分解试样方法，以利于分析测定；

(3) 选择能满足准确度要求的分析方法，并应考虑被分析物料所含杂质的影响；

(4) 在保证一定的准确度下，尽可能地快速化。

三、工业分析方法的分类

工业分析中所用的分析方法，以定量分析分类原则，分为三类：①化学分析法；②物理化学分析法；③物理分析法。本书以介绍化学分析法为主。

工业分析所用的分析方法，按其在工业生产中所起的作用来分，主要可分为两类，即标类法与快速法。标类法用来测定生产中原料及成品的化学组成。由所得结果来作为评定原料及产品质量的依据，也用于验证分析和仲裁分析。所以此种方法必须准确度高。此项分析工作通常在中心化验室进行。快速法主要用以控制生产工艺过程中的重要工序，要求迅速报出分析结果，以指导工艺过程的顺利进行和工艺质量的提高。而对准确度则允许在符合生产要求的限度内可以适当降低一些。此类方法最适用于车间分析。但就目前分析方

法的发展来看，标类法也向快速化发展，而快速法也向较高的准确度发展。这两类方法的差别已逐渐不明显。有些分析方法既能保证准确度，操作又非常迅速，既可作为标类法，只可作为快速法。

验证分析是以专为验证某项分析结果为目的的，所用方法往往是在原用标类法中增添一些补充操作而使其准确度提高。仲裁分析是当甲、乙两方对分析结果有分歧时，以解决争议为目的的分析，所用方法通常是采用原用的方法，但由技术更高的分析人员进行，必要时可用标准分析方法或经典分析方法。

一个试样中，某组分的测定可以用不同的方法进行，但各种方法的准确度是不同的，因此当用不同的方法测定时，所得结果难免有出入，即使采用同一种方法，如用同样试剂，不同精度的仪器，分析结果也不尽相同。为使同一试样中的同一组分，不论是由何单位或何人员来分析，所得分析结果都应在允许误差范围以内，统一分析方法是必要的。这就要求规定一个相当准确、可靠的方法作为标准分析方法，同时对进行分析的各种条件也应作出严格的规定。这样的标准方法世界各国都是由国家选定和批准并加以公布的。我国的标准分析方法，是由国家标准局或各有关主管部门审核批准的。当然，标准方法也不是永久不变的，随着科学的发展，实验技术的进步，旧标准不断地被新标准代替。

四、学习工业分析的要求

工业分析是一门实验课程，通过学习，主要掌握如何使用在分析化学中所学过的原理与方法来进行工业产品的分析。特别对于具有一定实践经验和操作技能的化验人员，学习目的不应局限于掌握若干种分析方法，更重要的是通过对

每一个分析项目的学习，了解并掌握其分析特性、分析原理、分析条件、干扰因素及其消除措施等。并通过典型分析方法的介绍，更多地获得分析基础知识和实验技能。以求做到举一反三，提高分析问题、解决问题、对分析方法的判别和选择能力。

第一章 试样的采取、制备和分解

第一节 试样的采取和制备

试样的采取和制备是化学分析中一项十分重要的工作。在分析实验中，要求测定大量物料中某些组分的平均含量。但在实际分析时，只能称取几克、几百毫克或更少的试样进行分析。取这样少的试样所得的分析结果，要求能反映整批物料的真实情况，则分析试样的组成必须能代表全部物料的平均组成，即试样应具有高度的代表性。否则分析结果再准确也是毫无意义的。因此，在进行分析之前，必须了解试样来源，明确分析要求，做好试样的采取和制备工作。所谓试样的采取和制备，系指先从大批物料中采取最初试样（原始试样），然后再制备成供分析用的最终试样（分析试样）。当然，对于比较均匀的物料，如液体、金属等，可直接取适量样品作分析试样。

通常遇到的分析对象是多种多样的，从其形态来分，有气体、液体和固体三类，对于不同的形态和不同的物料，应采取不同的取样方法。

一、液体和气体试样的采取

1. 液体试样的采取 装在大容器中的液体物料（或溶液），只要在贮槽的不同深度取样（可用内径约10mm的玻璃管）后混合均匀即可作为分析试样。对于分装在小容器里的液体物料，应从每个容器里取样，然后混匀作为分析试

样。

如采取水样，应根据具体情况，采用不同的方法。当采取水管中或有泵水井中的水样时，取样前需将水龙头或泵打开，先放水 5~10min，然后再用干净瓶子收集水样至满瓶即可。采取池、江、河中的水样时，可将干净的空瓶盖上塞子，塞上系一根绳，瓶底系一铁铤或石头，沉入离水面一定深处，然后拉绳拔塞，让水灌满瓶后取出。按此方法在不同深度取几份水样混合后，作为分析试样。

电镀液和表面处理槽液，在取样前必须切断电源，检查槽液水位（使水位保持一定），进行充分搅拌后，按大容器中的液体物料的取样方法采取试样。

2. 气体试样的采取 对于气体试样的采取，亦需按具体情况，采用相应的方法。例如大气样品的采取，通常选择距地面 50~180cm 的高度采样，使与人的呼吸空气相同。对于烟道气、废气中某些有毒污染物的分析，可将气体样品采入空瓶或大型注射器中。

大气污染物的测定，是使空气通过适当吸收剂，由吸收剂吸收浓缩之后再进行分析。

在采取液体或气体试样时，必须先把容器及通路洗净，再用要采取的液体或气体冲洗数次或使之干燥，然后取样，以免混入杂质。

二、固体试样的采取和制备

固体试样的采取方法很多，经常遇到的有：

1. 粉状或松散物料试样的采集 如石英砂、精矿（锆英粉、铬矿物等）、盐类等，其组成比较均匀，因此取样点可少些，每点所取之量也不必太多。各点所取试样混匀即可作为分析试样。

2. 大块物料样品的采取 如矿石、铁合金、煤炭、焦炭等,不但组分不均匀,而且外形大小悬殊。为了使所采取的试样具有代表性,在取样时要根据堆放情况,从不同的部位和深度选取多个取样点采集小样。原始样品一般按全部物料的千分之一至万分之三采集小样,对极不均匀的物料有时取五百分之一。再进行混和、破碎(如颚氏碎样机、球磨机等破碎成小颗粒)、缩分(一般用四分法)等加工,才能得到比较均匀的有代表性的试样。必要时还要进行过筛(若用研钵研磨,切忌把通不过筛孔的部分颗粒丢弃,必须反复的研磨,使所有细粒都能通过筛孔)。一般筛子用铜合金丝制成,有一定孔径,用筛号(又称网目)表示,各种筛号规格见表1-1。

表1-1 筛孔(网目)和筛孔直径对照表

筛号① (网目)	3	6	10	20	40	60	80
筛孔直径② (mm)	6.72	3.26	2.00	0.85	0.42	0.25	0.18
筛号(网目)	100	120	140	200	230	270	325
筛孔直径 (mm)	0.15	0.125	0.106	0.074	0.063	0.053	0.042

① 筛孔(网目)指1英寸筛底长度内的筛孔数。

② 筛孔直径按美国标准。

三、钢铁试样的制取

1. 成品钢样的制取 在锭、块上取样,对于硬度不大的钢样,一般可用钻、铣、刨、车、锯等方法,取其碎屑即可。对于硬度大的钢样,如钨钢等,取样前应先退火,降低钢样表面硬度,再行取样。退火的方法一般是将锭块在750~870℃的高温电炉中加热15~20min,然后慢慢冷却即

可。

钢样的制取方法，随所取钢样的外形不同而不同。除线材外，一般用钻取法，但也可用车、刨法。按国家标准 GB222·8-12-82 规定，其要点是：

(1) 分析用样屑，可采用刨取或钻取的方法。采取试屑以前应将表面氧化铁皮除掉。

(2) 成品轧材验证分析用样屑，应按下列方法之一采取：

刨取：自轧材整个横截面上刨取，或者自不小于截面二分之一对称部分刨取。

钻取：横截面上沿轧制方向钻取钢屑时，钻眼应沿截面均匀分布，各点钻孔的深度，应大致相同。垂直于纵轴中线钻取钢屑时，其深度应达到钢材轴心处。

(3) 钢板的分析用样屑，应按下列方法采取：

纵轧钢板：沿钢板宽度剪取一条宽 50mm 的试样，经酸洗或打磨洁净以后，将两端对齐，折叠 1~2 次或多次，然后在其长度的中间，沿剪切的内边刨取，或自表面用钻透孔的方法采取样屑。

横轧钢板：自钢板长边与中央之间，沿钢板长边剪取一条宽 50mm、长 500mm 的试样，经酸洗或打磨洁净以后，将两端对齐，折叠 1~2 次或多次，然后在其长度的中间，沿剪切的内边刨取，或自表面用钻透孔的方法采取样屑。

厚钢板如果不能折叠时，则按上述纵或横轧钢板所示，从相当于折叠两次后四个部位钻取或刨取钢屑，混合均匀之后，供分析之用。

(4) 沸腾钢除在技术条件中有特殊规定者外，一般不作验证分析。沸腾钢验证分析用钢屑，必须用刨削方法采

取。

2. 炉前钢样的制取 在冶炼过程中,为了控制冶炼生产条件,缩短检验时间,通常直接从炉内或在浇铸时,采取熔融状态的试样,冷却后,用钻床或车床取样。

铸锭法:用搅拌耙将钢液搅拌均匀,并预先在长柄取样勺内铺一层炉渣,以防样勺被熔化,拨开浮渣,提取钢液,注入专用的生铁样模内,凝固后倒出。采用流水冷却法(中、高碳钢要注意冷却速度,冷却过快难以钻取)。

薄片法:用长勺提取钢液后,倒在倾斜而洁净的铁板上,使钢液自然形成薄片,流水冷却,然后烘干取样。

3. 生铁试样的制取 生铁有炼钢生铁和铸造生铁两种。前者硬度高,称为白口铁,用轧碎法取样。后者硬度低,称灰口铁,用钻孔法取样,为了保证试样的均匀性,应多点钻取样屑,并采用磨碎全过筛的办法。

四、炉渣试样的制取

炉渣的分析试样,一般是在炉内或放渣时取样,称为高温取渣法。

高炉炉渣取渣样是开始放渣时不要取,待流出一定时间后(视炉渣量而定,一般是1 min以后),每隔1 min用长勺取样一次,共取3次,冷却备用。

电炉炉渣和平炉炉渣的取样,是用长勺从炉内取样,冷却后击碎,放在密闭的玻璃瓶中备用。必须指出,电炉炉渣的成分变化较大,因此要搅拌混匀后再采取。取样后应立即进行分析。因为电炉炉渣中的碳化钙易与空气中的水分反应,生成易碎的灰色粉末。

炉渣样经粉碎,通过规定筛孔,用磁铁清除金属铁后,装入试样瓶中备用。

五、有色金属、焊条、焊剂等试样的制取

1. 有色金属试样的制取

(1) 铜、铝、锌、镍等及其合金的试样，可用钻、车、刨等方法制取。

(2) 锡、铅、轴承合金等，由于材质软，用钻、车、刨等方法所制试样不太均匀，因此，用手锯法较为适宜。

2. 焊条、焊丝、焊剂、焊药试样的制取

(1) 焊条、焊丝：先将其表面清理干净，再用车床制成细屑，以供分析。

(2) 焊剂、焊药：用小锤轻轻敲击焊条表面的焊药，使焊药落在干净纸上，然后用研钵研磨成细粉装入样品袋备用。

(3) 堆焊件：先把堆焊部位清洗干净，根据堆焊部位的大小，选取合适的钻头钻取样屑或用刨床刨取。钻样时切不可钻到基体上。

六、制样的一般规则

(1) 收到试样和送检单时，认真检验分析项目和试样状态。有疑问立即向送检人员提出，明确后才收样登记，及时取样或妥善保管，以防试样搞混。

(2) 制样前检查加工现场和工具设备，必须干燥清洁，无油污和其他杂物，以确保试样的纯净。

(3) 如金属试样表面有油污，取样前应用汽油、乙醚等溶剂洗净，风干。如有锈垢及其他附着物，应将表面除去一层后再制样。

(4) 如发现钢铁试样有缩孔及气泡（这种样品成分往往有严重偏析），应及时与送检单位联系重新送样。

(5) 试样制取过程中，不能接触水、油、润滑剂等，