

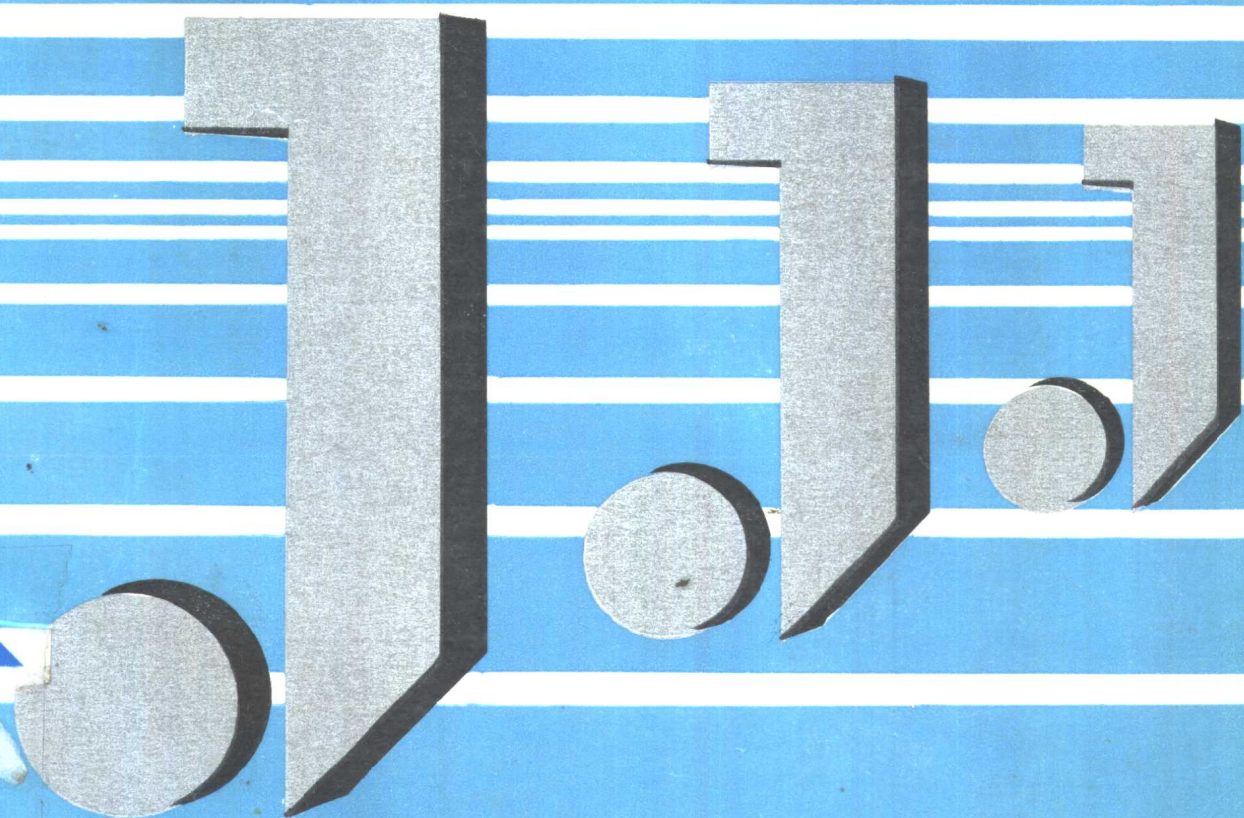
机械工业部 统编

工业化学分析工 操作技能与考核

(中级工适用)

机械工人操作技能培训教材

JIXIEGONGRENCAOZUO JINENGPEIXUN JIAOCAI



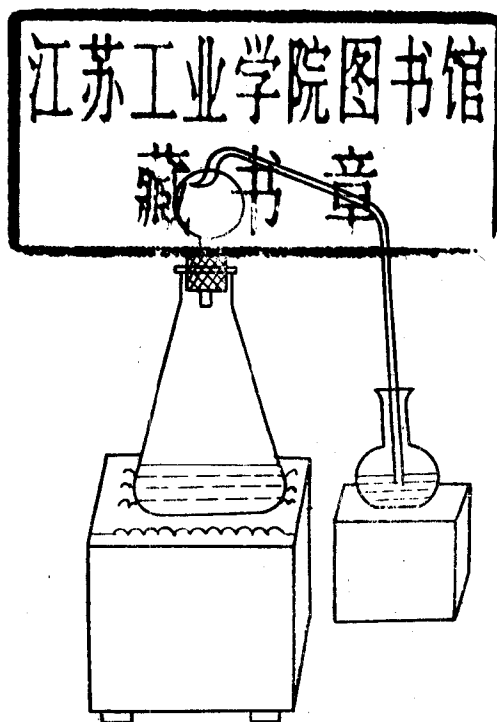
机械工业出版社

机械工人操作技能培训教材

工业化学分析工操作 技能与考核

(中级工适用)

机械工业部 统编



机械工业出版社

本套教材是依据机械工业部审定的《机械工人中级操作技能培训大纲》编写的,教材的基本内容及所包涵的技能知识、技能水平同《工人技术等级标准》和《职业技能鉴定规范》相关工种的中级工技能要求一致。本工种教材包括以下主要内容:试样的分解操作、化学分析中常用的分离操作、智能型分光光度计的操作、电化学分析的操作、光电直读光谱仪的操作、原子吸收分光光度计的操作、碳硫自动分析仪的操作、综合分析的操作和分析方法条件试验的操作,以及考核实例(共20题)。

本教材供中级工培训和考核使用,也可作为机械类技工学校、职业学校生产实习课参考教材。

图书在版编目(CIP)数据

工业化学分析工操作技能与考核/机械工业部统编。—
北京:机械工业出版社,1995
机械工人操作技能培训教材·中级工适用
ISBN 7-111-04795-8

I. 工… I. 机… I. 化学分析-技术工人-技术教育-
教材Ⅶ. TQ014

中国版本图书馆CIP数据核字(95)第10394号

出版人:马九荣(北京市百万庄南街1号 邮政编码100037)
责任编辑:崔世荣 版式设计:霍永明 责任校对:姚培新
封面设计:肖 晴 责任印制:王国光
机械工业出版社京丰印刷厂印刷·新华书店北京发行所发行
1996年1月第1版第1次印刷
787mm×1092mm¹/₁₆·9.75印张·228千字
0 001—2 000册
定价:14.00元

凡购本书,如有缺页、倒页、脱页,由本社发行部调换

机械工业部
机械工人操作技能培训教材
编审委员会名单
(均按姓氏笔画排列)

主任委员:陆燕荪

副主任委员:王文光 谷政协 吴关昌 郝广发 (常务) 郭洪泽

委 员:丁占浩 (常务) 于新民 (常务) 王治中 王贵邦

王 斌 (常务) 刘亚琴 (常务) 刘起义 汤国宾

关连英 关荫山 孙 旭 沈 宇 沈富强 李国英

李炯辉 (常务) 李震勇 (常务) 杨国林 杨晓毅 (常务)

杨溥泉 吴天培 吴铁钢 房志凯 林丽娟 范广才

苗 明 (常务) 张世银 胡有林 (常务) 胡传恒

施 斌 唐汝钧 董无岸 (常务)

本工种教材由唐诗雄、姚经纬、陆松龄编著 包大杰审稿

ABC52/25

前 言

继1991年我们组织编写出版初级技术工人基本操作技能培训教材之后,经过几年努力,一套中级技术工人操作技能与考核培训教材又将问世了。这套教材共35种,包括34个技术工种,是建国以来首次为我国机械工业中级技术工人组织编写的正规的操作技能培训教材。

当前,我国正在建立社会主义市场经济体制。在市场经济体制下,企业的竞争,产品的竞争,归根结底是人才的竞争。谁拥有人才,谁就能够在激烈的市场竞争中立于不败之地。

在机械工业企业中,技术工人是职工队伍的主体,是生产第一线的主力军和骨干力量,是高技能人才的后备军,是企业人才群体中重要的组成部分。但是,据调查,目前机械工业企业中,有相当一部分中级技术工人(包括一部分技工学校毕业生),其实际业务水平同国家颁布的《工人技术等级标准》和《职业技能鉴定规范》的要求相比,尚存在差距,而在操作技能方面,差距更大。这种状况,是造成企业产品质量不稳定,影响产品质量进一步提高,使产品缺乏市场竞争力,制约机械工业产品结构调整、科技进步和生产发展的重要因素之一。

因此,继续加强中级技术工人的业务培训,特别是操作技能培训,不仅是提高企业职工队伍素质、改善企业整体素质的需要,同时也是实施机械工业高技能人才工程、加强企业“能工巧匠”队伍建设的一项基础性工作,对于振兴我国机械、汽车工业具有重要的战略意义。本套教材的编写和出版,为机械工业企业开展工人中级操作技能培训,并使培训工作制度化、正规化、规范化提供了条件。

本套教材是依据机械工业部审定的《机械工人中级操作技能培训大纲》编写的,教材的基本内容及所包涵的基本技能知识、技能水平同《工人技术等级标准》和《职业技能鉴定规范》相关工种的中级工技能要求一致。因此,这套教材也可以作为机械类技工学校、职业学校生产实习课参考教材。

本套教材的编写贯彻了“从实际出发,面向企业,面向生产,学以致用”的岗位培训原则,以培养能够熟练地综合运用基本操作技能,全面掌握中级操作技能,并具有一定的工艺分析能力和解决生产中实际问题能力的中级技术工人为目的。教材内容分为操作技能训练课题和考核实例两大部分。

操作技能训练课题的设计和安排,遵循由浅入深、由易到难、由简单到复杂循序渐进的教学规律,注意了与工艺学教材的区别,内容包括:加工工艺和具体的、规范的操作方法,工艺步骤,工艺分析和加工过程中的质量检验,重在解决“会做和做好”的问题。若干个技能训练课题之后,插入一个工艺分析能力训练课题,以集中培养、提高工人这方面的能力。

考核实例的设计和选定,紧密结合课题,结合生产实际,力求照顾到不同产品的生产企业和不同地区的实际,体现行业的针对性,具有典型性、通用性和可行性,不仅可供培训、考核使用,还可供技能竞赛、技能鉴定命题参考或选用。

本套教材图文并茂,形象直观,叙述文字简明扼要,通俗易懂,较好地体现了工人培训教材的特点;严格贯彻了最新国家标准和法定计量单位。

本套教材的编写,借鉴了我部技术工人教育研究中心和天津市机械局教育教学研究室编

写的《工人中级操作技能训练辅导丛书》的经验，参考了《丛书》中的部分内容，特此说明。

参加本套教材编写工作的有天津、上海、四川、江苏、沈阳等地区机械厅（局）和中国第一汽车集团公司、湘潭电机厂、上海材料研究所等单位。在此，谨向这些地区和单位的领导、组织者和编、审人员以及其他热心支持这项工作的单位和同志表示衷心的感谢！希望行业广大技工培训工作者和读者对本套教材多提宝贵意见，以便今后修改完善。

机械工业部技工培训教材编审组

1995年3月10日



录

前言

课题1 试样的分解操作	1
作业一 用酸分解试样的操作	1
作业二 用碱分解试样的操作	4
作业三 用熔剂分解试样的操作	5
作业四 应用实例	7
课题2 化学分析中常用的分离操作	14
作业一 蒸馏、挥发分离的操作	14
作业二 沉淀分离的操作	19
作业三 萃取分离的操作	26
作业四 离子交换分离的操作	29
课题3 智能型分光光度计的操作	35
作业一 仪器的安装和调试	35
作业二 仪器的使用操作	41
作业三 仪器的保养和维护	47
课题4 电化学分析的操作	50
作业一 酸度计的操作	50
作业二 离子选择电极的操作	53
作业三 电位滴定仪的操作	57
课题5 光电直读光谱仪的操作	65
作业一 光电直读光谱仪的试样制备	65
作业二 标准样品和控制样品的选用	68
作业三 直读光谱仪的环境条件和氩气的使用操作	69
作业四 开机操作	71
课题6 原子吸收分光光度计的操作	76
作业一 原子吸收分光光度计的性能和安装要求	76
作业二 原子吸收分光光度计的操作和维护	79
作业三 原子吸收分光光度法的分析操作	84
作业四 应用实例	91
课题7 碳硫自动分析仪的操作	94
作业一 高速碳硫自动分析仪的操作	94
作业二 红外碳硫分析仪的操作	98

课题3 综合分析的操作	107
作业一 盐浴的分析操作	107
作业二 油料的分析操作	110
作业三 煤、焦的工业分析操作	115
作业四 工业炉气的分析操作	117
课题9 分析方法条件试验的操作	124
作业一 滴定分析法的条件试验操作	124
作业二 光度分析法的条件试验操作	128
考核实例	133
1. 氧化还原滴定法测定高速钢中铬、钒	133
2. 光度法测定钢铁中铜	133
3. 硫代硫酸钠-碘量法测定钢铁中铜	134
4. 1, 10-二氮菲光度法测定铝合金中铁	134
5. 碘量法测定铜合金中锡	135
6. 氧化还原滴定法测定高碳铬铁中铬	136
7. 络合滴定法测定钢铁中铝	136
8. 光度法测定球墨铸铁中稀土总量	137
9. 滴定法测定锰铁中锰	138
10. 光度法测定合金钢中硅、磷、镍、钼	138
11. 光度法测定中、低合金钢中铝	139
12. 二甲酚橙光度法测定钢铁中铌	139
13. 钼试剂萃取分离光度法测定钢铁中钒	140
14. 铜试剂分离络合滴定法测定铝合金中镁	141
15. 萃取分离络合滴定法测定铜合金中锌	141
16. 原子吸收分光光度法测定球墨铸铁中镁	142
17. 原子吸收分光光度法测定铜合金中铅	143
18. 原子吸收分光光度法测定铝合金中锌	143
19. 直读光谱法测定钢中碳、锰、硅、磷、硫、铬	144
20. 运动粘度法测定油料粘度	145

课题 1

试样的分解操作

在化学分析中,必须先将试样分解转变成溶液才能进行测定。如果试样的分解方法操作不当,将造成试样分解不完全,或使被测组分损失,或者引进干扰物质,这些都会影响分析结果的准确性。

黑色金属、有色金属及其他材料试样的分解方法,常用的有:酸溶法、碱溶法及熔融法。

作业一 用酸分解试样的操作

●要点 在浓盐酸中,利用过氧化氢、高氯酸或用硫酸-磷酸混合酸加氢氟酸分解试样。

●训练1 盐酸加过氧化氢分解试样的操作

杯,继续滴加2~3滴过氧化氢(30%),摇匀,并放入水浴中,如此反复操作,直至试样完全分解。

一、盐酸加过氧化氢分解试样的特点及适用范围

盐酸属于强酸,在金属的电位序中,氢以前的金属或其合金、氧化物都能溶于盐酸。但对钢铁试样,单独使用盐酸则不能使之完全分解,会留下一些碳化物,而加入过氧化氢强氧化剂,即能分解碳化物,因此在盐酸中加入过氧化氢,就能分解不锈钢、铜合金、铝合金、高温合金等材料的试样,是一种良好的溶剂。

二、操作过程

1. 试样的分解

1) 称取0.0000~x.0000g试样,置于钢铁量瓶或125mL三角烧杯中。

2) 在另一400mL烧杯中,按烧杯高度预置1/3的冷水,放在通风橱内,作水浴锅用。

3) 在三角烧杯的试样中,用移液管加入2.5mL盐酸($\rho_{1.19\text{g/mL}}$),见图1-1。

4) 滴加4~5滴过氧化氢(30%),轻轻摇动三角烧杯,此时试样分解剧烈,为防止泡沫和溶液溢出杯口,应迅速将烧杯放入冷水浴中,见图1-2。

5) 待液面作用略为平静时,取出三角烧

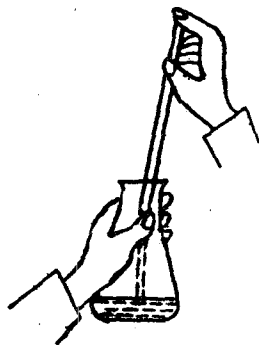


图 1-1

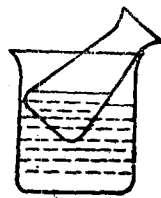


图 1-2

2. 过氧化氢的分解

1) 从水浴中取出三角烧杯,加入少量蒸馏水。

2) 将烧杯置于电炉上加热,此时有大量的气泡产生。

3) 待溶液煮沸至无小气泡产生,即说明过氧化氢已完全分解。为了控制酸度,不能继续加热,应立即取下,流水冷却至室温。

4) 如果溶液中存有石墨碳,应过滤除去,对分析结果无影响。

3. 注意事项

1) 在加浓盐酸和滴加过氧化氢时,应防止溶液外溢,操作时必须十分小心。

2) 浓盐酸和过氧化氢溶液均有腐蚀作用,如果接触皮肤应迅速用自来水冲洗,以防皮肤烧伤。

●训练2 高氯酸分解试样的操作

一、高氯酸分解试样的特点和适用范围

在分析试验中,常用的高氯酸密度为 1.67g/mL ,其含量为 $70\%\sim 72\%$ (12mol/L),沸点为 203°C 。

高氯酸除用于分解试样外,还用于蒸发(冒烟)驱除低沸点酸,如盐酸、硝酸、氢氟酸等。例如重量法测定硅时,采用高氯酸脱水优于硫酸和盐酸,一次脱水即可,所得 SiO_2 较纯净。这是使用高氯酸的优点。

高氯酸常用于分解不锈钢、耐热合金、铬铁矿等,蒸发冒烟时是强氧化剂,它能把 Cr 氧化为 $\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-}$, V 氧化为 VO_3^- , S 氧化为 SO_4^{2-} , P 氧化为 PO_4^{3-} 等。

二 操作过程

1. 酸溶后,加高氯酸蒸发冒烟至颈口,除去低沸点酸和氧化的操作(以铬钢为例)

1) 称取 0.1000g 试样置于 125mL 三角烧杯中。

2) 加入 7mL 盐酸-硝酸混合酸($1+3$),置于电炉上加热溶解后取下。

3) 加入 7mL 高氯酸($\rho 1.67\text{g/mL}$),在电炉上加热蒸发,首先蒸发除去水汽。当高氯酸微微冒白烟并逸出液面时,低沸点酸即不断蒸出,铬等元素开始氧化,继而白烟充满杯内并逸出杯口。

4) 待高氯酸白烟冒至颈口,颈口以下无白烟存在,此时铬等元素均已氧化为高阶

($\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-}$),见图1-3。

5) 将三角烧杯移至稍低温度处,微沸 20s ,立即取下稍冷。

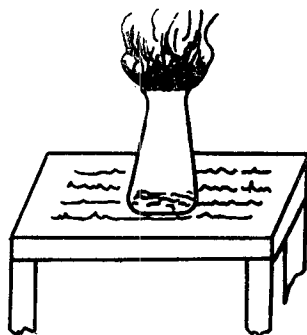


图 1-3

6) 加入 10mL 水溶解盐类。此时溶液呈橙黄色。除用于测定铬外,还可用于测定 Mn , P 等元素。

2. 酸溶后加高氯酸蒸发除去低沸点酸并将 P 氧化为 PO_4^{3-} 的操作(以高锰钢中磷的测定为例)

1) 称取 0.1000g 试样置于 125mL 三角烧杯中,加入 5mL 盐酸-硝酸混合酸($2+1$),置于电炉上加热溶解后取下。

2) 加入 5mL 高氯酸($\rho 1.67\text{g/mL}$),置于电炉加热架上,见图1-4,加热至高氯酸蒸发并开始微微冒烟,控制加热温度,使高氯酸白烟在杯内上下流动,以不逸出杯口为准,维持冒烟 $30\sim 40\text{min}$,此时 P 等元素均已被氧化。

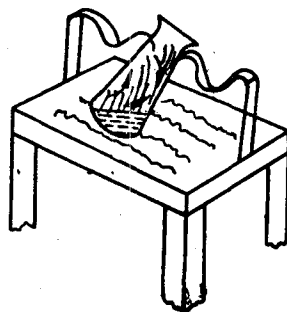


图 1-4

3) 取下稍冷,加入 5mL 水、 3mL 硝酸溶液($1+3$),摇匀。此溶液可测定 P 、 Mn 、

Ni等元素。

3. 酸溶后加高氯酸蒸发至干的操作

1) 称取 钢铁试样0.1000g置于150mL石英锥形瓶中。

2) 加入10mL硝酸(1+3),在电炉上加热溶解后取下。

3) 加入2.5mL高氯酸(ρ 1.679/mL),在电炉上加热至高氯酸蒸发冒烟。

4) 当蒸发至溶液刚出现沉淀时,用瓶夹夹住瓶口,让瓶底贴近电炉热区,小心摇动加热,见图1-5,直至溶液干涸。

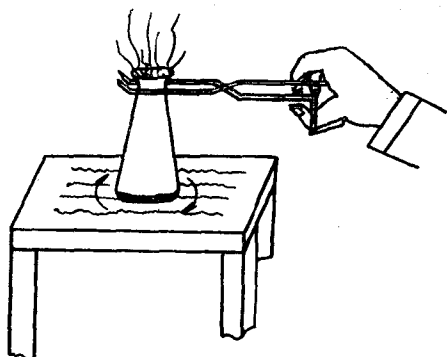


图 1-5

5) 注意防止因加热蒸发过度而使盐类沉淀发黄发焦。

4. 注意事项 热浓高氯酸遇到有机物时,由于激烈的氧化作用会引起爆炸,所以在采用热浓高氯酸处理带有有机物的试样时,应先用浓硝酸破坏有机物,然后再加入高氯酸。切忌直接使热浓高氯酸接触有机物,以防产生爆炸事故。

● 训练3 硫酸-磷酸混合酸加氢氟酸分解试样的操作

一、硫酸-磷酸混合酸加氢氟酸分解试样的特点和适用范围

1) 热浓硫酸具有强氧化性和脱水能力,沸点为339℃,蒸发冒烟时可以分解试样中的有机物和驱赶硝酸、盐酸、氢氟酸等低沸点酸。

2) 磷酸在较高的温度(约200℃)下具

有很强的分解能力,能分解矿石、铬铁矿、铌铁矿、钛铁矿等。磷酸还具有较强的络合能力。

3) 氢氟酸为低沸点酸(120℃)、弱酸,但有很强络合能力¹¹⁾并能腐蚀玻璃。

4) 将硫酸、磷酸、氢氟酸三者混合后使用,能分解硅酸盐矿物、硅铁、铬铁矿、含硅高的合金以及含钨、铌、锆的合金钢和特殊合金(如镍基合金)等。

二、高硅铬钒钢试样的分解操作

1) 称取0.1000g试样置于250mL三角烧杯中。

2) 加入30mL硫酸-磷酸混合酸(15+15+70),在电炉高温处加热溶解。

3) 加入3~5滴氢氟酸助溶。滴加氢氟酸时不能接触玻璃杯壁,见图1-6。



图 1-6

4) 当试样分解停止后,再滴加硝酸(ρ 1.42g/mL)破坏碳化物。

5) 此时有氮的氧化物黄烟逸出。如果碳化物难以破坏,则必须继续加热蒸发至冒硫酸白烟,再沿瓶壁滴加几滴硝酸(ρ 1.42g/mL),见图1-7。

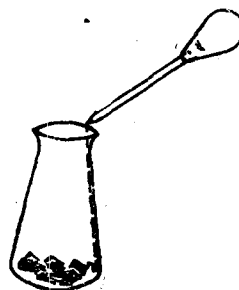


图 1-7

6) 继续蒸发冒烟至溶液清亮,稍冷,加入200mL水。此溶液可测定Cr、V、Mn等元素。

7) 注意事项

①氢氟酸是无色、无臭、有毒、有腐蚀

作用的试剂,对人体有害,切忌接触皮肤与吸入体内。

②使用氢氟酸的操作应在通风橱中进行。

作业二 用碱分解试样的操作

●要点 将试样置于银或聚四氟乙烯烧杯中,用氢氧化钠(钾)分解,用硝酸或盐酸酸化,制取试样溶液。

●训练1 采用塑料容器分解试样的操作

一、塑料容器的选用

常用的塑料烧杯材质有聚四氟乙烯、甲基丙烯酸甲酯(有机玻璃)、聚碳酸酯(工程塑料)、聚酰胺(尼龙)、聚乙烯、聚氯乙烯、聚苯乙烯、聚氨酯等,可盛装氢氧化物、过氧化物和碱、酸等。其中,以聚四氟乙烯材质烧杯为佳,可用来代替铂、银质器皿熔样,使用温度在200℃左右。当温度高于250℃时,则开始分解,并产生有毒气体,使用时应予以注意。

洗涤塑料器皿时,一般可先用苯、甲苯或四氯化碳进行洗涤,然后再用酒精冲洗吹干。如果器皿被铁锈、钙盐、金属离子等沾污,可用盐酸溶液(1+3)进行洗涤。

二、溶解金属铝的分析操作——铝标准溶液的配制

1) 称取0.1000g金属铝(99.9%以上)置于聚四氟乙烯塑料烧杯中。

2) 加入10mL氢氧化钠溶液(20%),在电炉上进行加热(温度控制在150℃以下)。

3) 试样分解后加入100mL水,滴加盐酸(ρ 1.19g/mL),溶解氢氧化物并使溶液呈酸性(采用广泛pH试纸检验由蓝变红),再过量5mL。在滴加盐酸时应用塑料棒不断拌匀溶液,见图1-8。

4) 待溶液冷却后移入1000mL容量瓶中,以水稀释至刻度,摇匀(1mL溶液含铝

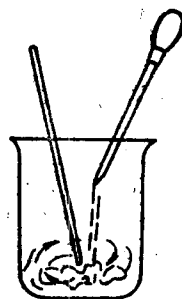


图 1-8

100μg)。

●训练2 采用银质器皿分解试样的操作

一 银质器皿的使用

采用过氧化钠、过氧化氢、氢氧化钠(钾)等试剂分解试样可在银器皿中进行,但时间不可超过30min,使用温度不可超过700℃,也不能将银器皿在喷灯上或高温炉上直接加热。此外,银器皿能被酸溶解或腐蚀,所以在浸出熔融物时,不能使用酸,更不能长时间地浸在酸中,特别不允许接触浓酸,尤其是硝酸和硫酸。

洗涤银质器皿时,可先用氢氧化钠熔融清洗,或用盐酸溶液(1+3)作短时间的浸泡,然后再用滑石粉磨擦,最后用纯水洗滌后进行干燥。

二、铝合金试样的分解操作

1) 称取0.1000g试样置于盛有4g氢氧化钠和10mL水的银烧杯中,此时分解反应剧

烈。

2) 待分解反应较为平静后,将烧杯放在电炉上加热,注意杯底不能接触电热丝。

3) 待试样分解溶液无气泡后滴加过氧化氢(30%),并蒸发至呈浆糊状,使硅化物等氧化完全。注意不能使溶液干涸。

4) 取下银烧杯,冷却,加水稀释至约50 mL。

5) 小心将溶液倾至盛有34mL热硝酸溶液(1+1)的250mL烧杯中(转移溶液时,应注意勿使碱性溶液沿杯壁流下,应使溶液

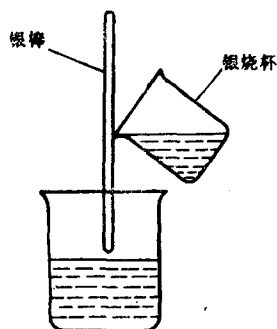


图 1-9

直接倾入硝酸溶液中,以免碱性溶液腐蚀玻璃而影响硅的测定结果),见图1-9。

6) 用水冲洗银烧杯,见图1-10。如有褐色沉淀粘着,可用1~2滴硫酸溶液(1+1)擦洗,洗液并入烧杯中。

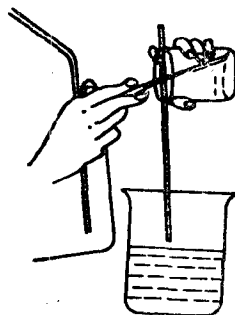


图 1-10

7) 加入少许尿素,使氮化物分解。

8) 将烧杯置于电炉上加热,使盐类溶解。

9) 取下烧杯,用流水冷却,将溶液移入100mL容量瓶中,以水稀释至刻度,摇匀。此溶液可测定Si、Mn、Cu、Fe等元素。

作业三 用熔剂分解试样的操作

●要点 将试样在酸性熔剂或碱性熔剂中熔融,然后将熔块溶解于水或酸中即成测定溶液

●训练1 酸性熔剂的熔融操作

一、酸性熔剂的用途

常用的酸性熔剂有焦硫酸钾(钠)、硫酸氢钾(钠)、硼酸等。现以焦硫酸钾为例,其用途如下:

焦硫酸钾($K_2S_2O_7$)在300℃开始熔化,在420℃以上开始产生 SO_3 ,故熔融时温度不宜过高,以免 $K_2S_2O_7$ 过快分解生成 SO_3 而来不及与试样反应就过早地挥发掉,且使 $K_2S_2O_7$ 变为不起作用的 K_2SO_4 ,故加热时间也不宜过长,以免使硫酸盐分解为难溶性氧化物或盐类(如含钛、锆、铈的试样)。

焦硫酸钾可熔融分解碱性或中性的耐火材料,铁、铝、钛、锆、钽的氧化矿物试样,

使其生成可溶性硫酸盐。

硫酸氢钾($KHSO_4$)可代替 $K_2S_2O_7$ 作为熔剂,因为 $KHSO_4$ 加热时放出水蒸气,可得到焦硫酸钾。

二、二氧化钛的分解操作——钛标准溶液配制

1) 称取优级纯二氧化钛0.1000g置于25 mL铂坩埚中。

2) 加入4~6 g焦硫酸钾,用包有铂头的坩埚钳,将坩埚置于高温炉中,盖好坩埚盖。

3) 升温至650~700℃,保温5~10min(熔至透明即可)。

4) 取出坩埚,稍冷,将坩埚连同熔融物

放入预置100mL硫酸溶液(5+95)的400mL烧杯中,见图1-11。

5) 将烧杯置于电炉上加热,使熔块溶解后,用玻璃棒挑起坩埚,用洗瓶中水吹洗坩埚外壁,再用左手拿坩埚并用水吹洗坩埚内壁,将洗液倒入烧杯中,见图1-12。

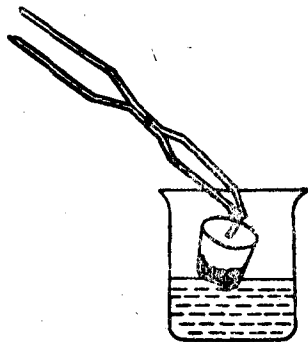


图 1-11

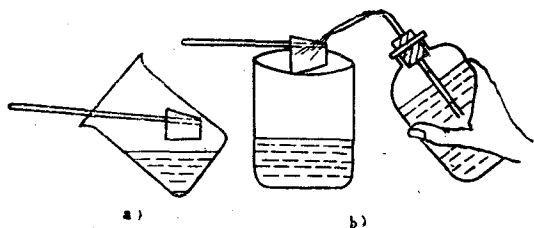


图 1-12

a) 提取坩埚 b) 冲洗坩埚

6) 将溶液移入500mL容量瓶中,用硫酸溶液(5+95)稀至刻度,摇匀。此溶液1mL含二氧化钛0.20mg。

●训练2 碱性熔剂的熔融操作

一、碳酸钠(钾)熔剂的应用

碳酸钠(钾)熔剂可熔融酸性炉渣、硅酸盐、硫酸盐等试样,也可用碳酸钠(Na_2CO_3)和碳酸钾(K_2CO_3)(1+1)混合熔剂熔融处理试样。

二、白云石的分解操作

1) 称取0.2000g试样置于铂坩埚中,加入无水碳酸钠4g,用铂丝搅拌混匀,再复盖1g无水碳酸钠。

2) 将坩埚放入高温炉中,盖上坩埚盖

(注意应留一缝隙)。

3) 将炉温升至950~1000℃,使之熔融,并保温5~7min。

4) 取出坩埚,置于石棉板上。

5) 冷却后,将坩埚及盖置于300mL烧杯中,见图1-13,并在坩埚内加入40mL盐酸溶液(1+1)。

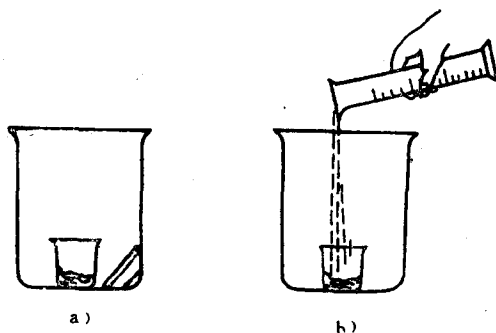


图 1-13

a) 将坩埚放入烧杯中 b) 往坩埚内加盐酸

6) 将坩埚置于电炉上微热,浸出并溶解熔块。

7) 取出坩埚及盖,同时用热水冲洗干净(其操作见本作业训练1二氧化钛的分解操作)。煮沸至溶液清亮。冷却。此溶液可供 SiO_2 、 FeO 、 CaO 、 MgO 、 Al_2O_3 等氧化物测定用。

三、碱性快速熔剂的应用

采用无水碳酸钠和四硼酸钠(1+1)或(2+1)混合熔剂,在高温1000℃左右,可对难熔的炉渣、矿石、耐火材料及锆矿等试样进行快速熔融分解。

四、炉渣的分解操作

1) 称取0.5000g试样置于盛有4g混合熔剂(无水碳酸钠+四硼酸钠=2+1)的铂坩埚中,用铂丝搅拌混匀,再复盖1g混合熔剂。

2) 在挂式酒精喷灯上加热,见图1-14,熔融10~15min。

3) 取下坩埚盖,将坩埚内的熔融物倒入不锈钢盘中,见图1-15。

4) 冷却后,将坩埚、坩埚盖及熔块移入

盛有100mL沸水和25mL盐酸 ($\rho 1.19\text{g/mL}$) 的250mL烧杯中。

5) 加热,使熔块溶解,取出坩埚及坩埚盖,同时用水冲洗干净(其操作见本作业训练1二氧化钛的分解操作)。

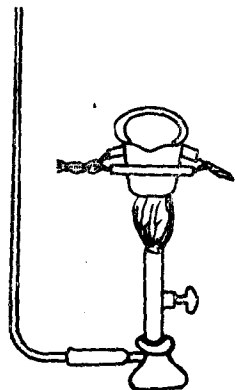


图 1-14

6) 继续加热,使溶液清亮,冷却。此溶液可供 SiO_2 、 MnO 、 FeO 、 CaO 、 MgO 、 Al_2O_3 等氧化物测定用。



图 1-15

五、半熔混合剂的应用

铁矿石及煤中含硫试样的分解,常采用碳酸钠(Na_2CO_3)与氧化镁(MgO)或氧化锌(ZnO)按不同比例混合成半熔混合剂对试样进行熔融处理,其目的是利用氧化镁(MgO)或氧化锌(ZnO)的高熔点,防止碳酸钠(Na_2CO_3)在灼烧时熔合,以使被熔混合物呈松散状态,从而使被分解的矿石氧化得更快、更完全。

作业四 应用实例

●要点 钢、铁和非金属材料中铬、钒、铝、磷、硫及二氧化硅的测定

●训练1 钢铁中微量铌的测定

一、试剂配制

1. 盐酸 $\rho 1.19\text{g/mL}$ 。
2. 过氧化氢 30%。
3. 氢氟酸溶液 1+50。
4. 抗坏血酸溶液 3%。当日配制。
5. EDTA 标准溶液 $c(\text{C}_{10}\text{H}_{14}\text{N}_2\text{O}_8 \cdot \text{H}_2\text{O})$ 为 0.02mol/L 。称取 7.4450g 乙二胺四乙酸二钠,溶于水后,移入 1000mL 容量瓶中,以水稀释至刻度。
6. 硫酸铌溶液 2%。
7. 二甲酚橙溶液 0.3%。
8. 铌标准溶液 每毫升含 $20\mu\text{g}$ 铌。配制操作如下:
 - 1) 称取纯五氧化二铌 0.1430g 置于铂坩埚中,加入焦硫酸钠 3g ,混匀。

2) 将坩埚置于高温炉中,盖好坩埚盖,升温至 $650\sim 700^\circ\text{C}$ 保温 $5\sim 10\text{min}$ 。

3) 取出坩埚,冷却,将坩埚放入预置有 100mL 氢氟酸溶液(1+50)的聚四氟乙烯塑料杯中,加入 3mL 盐酸($\rho 1.19\text{g/mL}$)。

4) 将烧杯置于电炉上,于 200°C 左右加热,使熔块溶清。

5) 洗净坩埚,冷却,将溶液移至 500mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。此溶液每毫升含 $200\mu\text{g}$ 铌。

6) 吸取此溶液 10mL ,用水稀释至 100mL ,每毫升含 $20\mu\text{g}$ 铌。

二、操作步骤

1) 称取 0.2000g 试样置于 125mL 三角烧杯中,加入 2.5mL 盐酸($\rho 1.19\text{g/mL}$),将烧杯放入冷水浴中。

2) 滴加 4~5 滴过氧化氢(30%),待液面作用静止,再加入过氧化氢,如此反复操作约滴加 3~4mL 过氧化氢,使试样全部分解。

3) 加入 20mL 水和 1.50mL 氢氟酸溶液(1+50)。

4) 加热煮沸,使过氧化氢完全分解。

5) 冷却,过滤,用水洗涤,将滤液稀释至 50mL。

6) 吸取 25mL 试液二份,置于 50mL 量瓶中。

显色液:加抗坏血酸溶液 10mL、二甲酚橙溶液 2.0mL、硫酸铍溶液 10mL,用水稀释至刻度,摇匀。

参比液:加抗坏血酸溶液 10mL、EDTA 溶液 10mL、二甲酚橙溶液 2.0mL,用水稀释至刻度,摇匀。

用 3cm 比色皿,于波长 530nm 处测量吸光度。从检量线上查出相应的百分含量。

三、检量线的绘制

1) 用标准钢样,按同样操作显色,绘制检量线。

2) 用标准溶液显色后绘制检量线。其操作如下:

①称取 0.2000g 纯铁若干份,分别置于 125mL 三角烧杯中。

②分别加入铌标准溶液 0.00、1.00、2.00、3.00、4.00、5.00mL ($\text{Nb} 20\mu\text{g/mL}$)。

③加入 2.5mL 盐酸。以下操作按上述步骤进行,测量吸光度,绘制检量线。

●训练 2 高铬钢、高铬高镍钢中铬的测定

一、试剂配制

1. 盐酸-硝酸混合酸 1+3+3。

2. 硫-磷混酸 2+1+7。

3. 高氯酸 $\rho 1.67\text{g/mL}$ 。

4. 苯代邻氨基苯甲酸溶液 0.2%。称取 0.2g 试剂、0.2g 无水碳酸钠溶于 100mL 水中。

5. 硫酸亚铁按标准溶液 $c[(\text{NH}_4)_2\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}]$ 为 0.05mol/L。称取 20.0g 硫酸亚铁铵,溶于 1000mL 硫酸溶液(5+95)中。

二 操作步骤

1) 称取 0.1000g 试样(同时称一份同种类的标样)置于 125mL 三角烧杯中,加入 7mL 盐酸-硝酸混合酸,加热溶解。

2) 加入 7mL 高氯酸,继续加热,待高氯酸蒸发冒烟至杯颈口时,移至稍低温度处,微热 20s,使铬完全氧化为六价态。

3) 立即取下,冷到手能接触,加入 10mL 水溶解盐类。

4) 冷至室温,加入 40mL 硫酸-磷酸混合酸。

5) 用硫酸亚铁铵标准溶液 0.05mol/L 滴定至浅黄色。

6) 加入 2 滴苯代邻氨基苯甲酸溶液,继续滴定至由玫瑰红色转变为亮绿色为终点。

三 铬的百分含量计算

按下式计算铬的百分含量:

$$\text{Cr}(\%) = \frac{cV_2}{V_1}$$

式中 c ——标样中铬的百分含量(%);

V_1 ——标样消耗硫酸亚铁铵标准溶液体积(mL);

V_2 ——试样消耗硫酸亚铁铵标准溶液体积(mL)。

四、注意事项

1) 如果试样中含硅高,可加数滴氢氟酸助溶。

2) 氧化温度和时间是本法的关键,冒烟情况必须严格掌握与标准试样一致。

3) 试样中含钒时,滴定结果为铬钒总量,应先测定钒后,再按 $V_1\% \approx \text{Cr} 0.34\%$ 扣除。

●训练 3 高锰钢、高铬钢中磷的测定

一、试剂配制

1. 高氯酸 $\rho 1.67\text{g/mL}$ 。

2. 盐酸-硝酸混合酸 2+1。

3. 高锰酸钾溶液 4%。
4. 亚硝酸钠溶液 10%。
5. 钼酸铵溶液 5%。
6. 氟化钠-氯化亚锡溶液 2%。称取 9.2g 氯化亚锡，滴加盐酸少许，溶解并蒸至近干，取下溶于 100mL 氟化钠溶液 (2.4%) 中。

7. 氟化钠溶液 2.4%。
8. 硝酸溶液 1+3。

二、操作步骤

1) 称取 0.1000g 试样置于 125mL 三角烧杯中，加入 5mL 盐酸-硝酸混合酸 (2+1)，加热溶解。

2) 待试样溶解后，加入 5mL 高氯酸 (ρ 1.67g/mL)，置于电炉加热架上。

3) 加热至冒烟并维持冒烟 30min 以上。

4) 取下，稍冷，加入 5mL 水、3mL 硝酸溶液 (1+3)。

5) 加热煮沸，滴加高锰酸钾溶液 (4%) 至出现二氧化锰水合物沉淀，煮沸 30s。

6) 滴加亚硝酸钠溶液 (10%) 至溶液清亮，煮沸 30s。

7) 取下，立即加入 5mL 钼酸铵溶液 (5%)，摇匀，加入 20mL 氟化钠-氯化亚锡溶液。

8) 静置 3~5min，流水冷却，以水稀释至 50mL，摇匀。

9) 以水为参比液，用 1cm 比色皿，于波长 660nm 处测量吸光度。从检量线上查出相应百分含量。

三、检量线的绘制

用标准钢样按同样操作，显色，测量吸光度，绘制检量线。

四、注意事项

- 1) 所用玻璃器皿必须专用。
- 2) 进行显色操作时要逐个进行。
- 3) 显色后在 30min 内完成测定。

●训练 4 生铁、铸铁、碳钢及合金钢中铝的测定

一、试剂配制

1. 盐酸 ρ 1.19g/mL, (1+1); (1+3)。
2. 硝酸 ρ 1.42g/mL。
3. 高氯酸 ρ 1.67g/mL。
4. 抗坏血酸溶液 1%。当日配制。
5. 氯化钠 固体。

6. 铬天青 S 0.02%。称取 0.2000g 铬天青 S，置于 1000mL 烧杯中，加入 250mL 水，溶解后，加入 750mL 乙醇 (95%)，搅匀后贮于棕色瓶中。

7. 六次甲基四胺溶液 15%。

8. 氟化铵溶液 0.5%。贮于塑料瓶中。

9. 铁标准溶液 1mL 溶液中含 1mg 铁。

配制操作如下：

1) 称取工业纯铁 1.0000g (或不含铝的普通钢)，置于 125mL 三角烧杯中。

2) 加入 20mL 盐酸 (1+3)，加热溶解并滴加过氧化氢助溶，待全溶后，煮沸，分解过氧化氢。

3) 冷却，移入 1000mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。此溶液为 1mL 中含 1mg 铁。

10. 铝标准溶液 1mL 中含 5 μ g 铝。配制操作如下：

1) 称取 0.1000g 金属铝 (99.9% 以上)，置于聚四氟乙烯塑料杯中。

2) 加入 10mL 氢氧化钠 (20%)，在电炉上加热 (温度控制在 150℃ 以下)。

3) 试样分解后加入 100mL 水，滴加盐酸 (ρ 1.19g/mL) 溶解氢氧化物，溶液呈酸性，再过量 5mL。

4) 冷却，移入 1000mL 容量瓶中，以水稀释至刻度，摇匀。此溶液 1mL 中含 100 μ g 铝。

5) 吸取上述铝标准溶液 10.0mL，置于 200mL 容量瓶中，以水稀释至刻度，摇匀。此溶液 1mL 中含 5 μ g 铝。

二、操作步骤

- 1) 称取 0.1000g 试样，置于 150mL 石英