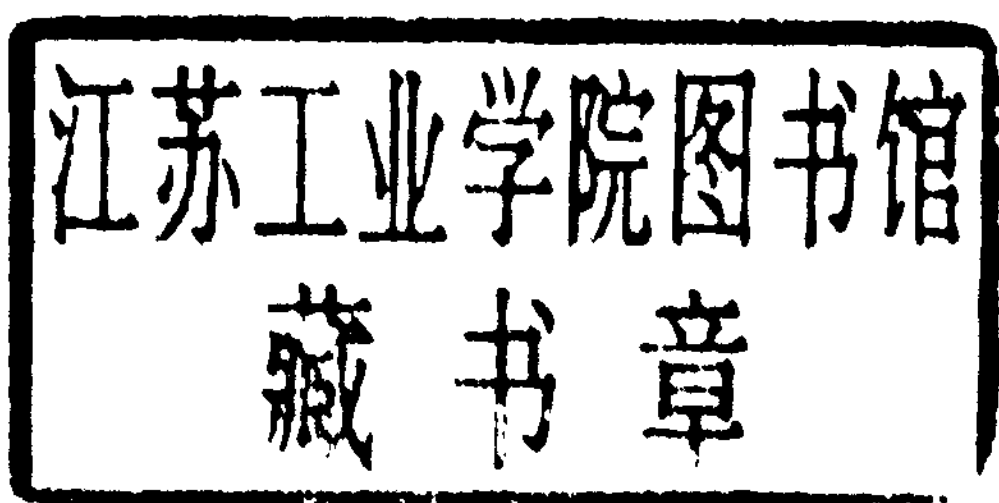


化学分析规程

北京钢厂中心试验室

1 9 7 2

化学分析規程



1 9 7 2

北 京 钢 厂

一 般 规 定

1. 规程中所谓普通钢系指一般碳素钢和低合金钢而言。合金成分在 3~5% 者称中合金钢, 5% 以上者包括镍等称为高合金钢。

2. 所用之分析天平, 其灵敏度应达到 0.1 毫克, 应定期检修和鉴定。

3. 玻璃量器, 砝码应定期校准。

4. 所用试剂均不应低于分析纯。若做为基准物质者, 应采用保证试剂或超纯试剂。每更换试剂批号时应考虑试剂空白。

5. 试验用水, 均为二次蒸馏水。

6. 液体试剂配制均按体积比。例如: 盐酸 1:2 即盐酸 (比重 1.19) 1 体积与水 2 体积相混合。固体试剂配制均按试剂重量与溶剂体积比, 如 10% 氯化铵溶液, 即 100 毫升水中溶有 10 克氯化铵。所用溶液除指明溶剂外, 均系水溶液。

7. 凡有毒试剂之加热蒸发 (氢氟酸、高氯酸, 硫酸) 及试样之溶解均应在毒气橱内操作。

8. 成品样保存半年, 成品报告记录保存一年。

目 录

钢铁分析部分

碳的测定	1
一、燃烧气体容量法——碳硫联合测定	1
二、非水滴定法	8
1. 直接滴定法	8
2. 酸碱中和法	10
三、电导法	13
四、石墨碳的测定	19
硫的测定	21
一、燃烧碘量法	21
二、重量法	24
硅的测定	26
一、草酸——硫酸亚铁铵比色法	26
1. 快速法	27
2. 普通法	29
3. 合金钢	30
4. 高硅的测定	32
5. 微量硅的测定	33
二、重量法	35
锰的测定	38
一、亚砷酸钠——亚硝酸钠容量法	38
(一) 快速法	40
1. 普通钢 ($\text{Gr} < 2\%$)	40

2. 低合金钢(含锰 0.8~2%)	42
3. 合金钢 (包括高锰钢)	42
(二) 普通法	44
1. 普通钢($\text{Cr} < 2\%$)	44
2. 高铬钢	45
3. 高铬高钨钢	46
二、比色法	47
三、硝酸铵氧化三价锰——容量法	48
磷的测定	51
一、乙醚萃取钼蓝——目视比色法	51
1. 普通钢($\text{Cr} < 2\%$)	53
2. 合金钢	56
二、乙醚萃取钼蓝——光电比色法	57
1. 普通钢($\text{Cr} < 2\%$)	57
2. 高磷钢	58
3. 合金钢	59
三、正丁醇——氯仿萃取比色法	60
四、容量法	62
铬的测定	71
一、高锰酸钾——容量法	72
二、过硫酸铵——容量法	74
1. 磷酸溶样	75
2. 磷——硫混酸溶样	77
三、高氯酸——容量法	78
四、二苯偕肼——比色法	80
钒的测定	82
一、高锰酸钾——容量法	82

1. 磷酸溶样	83
2. 磷——硫混酸溶样	85
二、过硫酸铵氧化——容量法	86
三、钼试剂氯仿萃取——比色法	87
镍的测定	90
一、丁二肟——比色法	90
1. 柠檬酸铵——碘氧化快速法	91
2. 酒石酸钾钠——过硫酸铵氧化法	92
3. 高镍钢	93
4. 高锰钢	94
二、联糠偶酰二肟——氯仿萃取比色法	95
三、EDTA ——钙黄绿素容量法	96
铜的测定	98
一、DDTC ——比色法	99
二、BCO ——比色法	100
三、新铜试剂——比色法	103
钼的测定	105
硫氰酸盐——比色法	105
1. 普通钢及合金钢——快速法	106
2. 含钨钢	107
3. 萃取比色法	109
钨的测定	110
一、对苯二酚——比色法	111
1. 快速法	111
2. 含钼钢	113
二、硫氰酸盐——三氯化钛比色法	115
方法 1	116

方法 2	117
方法 3	119
三、氯化四苯肿盐酸盐——氯仿萃取比色法.....	121
四、辛可宁——重量法.....	124
钛的测定	130
一、变色酸——比色法.....	130
1. 快速法	131
2. 普通法	132
二、二胺替比林甲烷——比色法.....	134
铝的测定	135
一、铬天菁 S ——比色法.....	136
1. 直接比色法	136
甲. 普通钢.....	136
乙. 铬钢.....	138
2. 甲基异丁酮萃取	
分离铁——比色法	139
3. 铜铁试剂,	
铜试剂分离——比色法	141
二、强碱分离——络合滴定法.....	143
钴的测定	146
一、亚硝基 R 盐——比色法	146
二、氧化锌分离——	
α -亚硝基- β -萘酚, 苯萃取比色法.....	148
三、电位滴定法.....	150
铌的测定	153
一、酸性铬蓝 K——比色法.....	153
二、PAR——比色法.....	155

三、二甲酚橙——比色法·····	157
锆的测定·····	158
铜铁试剂分离——偶氮肿Ⅲ比色法·····	158
铅的测定·····	161
铅试剂三氯甲烷萃取——比色法·····	161
稀土总量的测定·····	163
偶氮肿Ⅲ——比色法·····	163
1. 铜试剂分离——直接发色法·····	164
2. 甲基异丁酮萃取分离法·····	166
3. 铜铁试剂氯仿萃取分离法·····	169
铁的测定·····	171
邻啡罗啉——比色法·····	171
砷的测定·····	172
砷钼蓝——比色法·····	173
1. 蒸馏分离法·····	173
2. 萃取分离法·····	175
硼的测定·····	177
一、次甲基蓝,	
1.2-二氯乙烷萃取——比色法·····	178
二、酸碱中和——容量法·····	182
化合氮的测定·····	184
一、直接纳试剂快速比色法·····	185
二、蒸馏分离——纳试剂比色法·····	187
三、蒸馏分离——酸碱容量法·····	188
联合测定·····	191
一、普通钢中硅、磷、	
钼、镍、铜、钛比色法·····	191

二、合金钢中硅、镍比色法·····	195
三、合金钢中残余钼、 铜和磷的比色法·····	197

原料分析部分

第一章 铁矿、锰矿的分析 ·····	199
第一节 铁矿的分析·····	199
一、水份的测定·····	199
二、二氧化硅的测定·····	199
三、全铁的测定·····	202
四、磷的测定·····	204
方法一，比色法·····	204
方法二，容量法·····	205
五、硫的测定·····	207
第二节 锰矿的分析·····	207
一、二氧化硅的测定·····	207
二、全锰的测定·····	207
三、硫的测定·····	208
四、磷的测定·····	209
第二章 石灰石、白云石、石灰的分析 ·····	209
第一节 系统分析·····	209
一、水份的测定·····	209
二、灼烧减量的测定·····	210
三、二氧化硅的测定·····	210
四、三氧化二物的测定·····	212
五、氧化钙及氧化镁的测定·····	213
六、硫的测定·····	216

第二节	萤石的分析·····	216
一、	二氧化硅的测定·····	216
二、	氟化钙的测定·····	217
第三章	耐火材料及其制品的分析·····	219
第一节	粘土及其制品和陶土的分析·····	219
一、	水份的测定·····	219
二、	灼烧减量的测定·····	219
三、	二氧化硅的测定·····	220
四、	氧化钙和氧化镁的测定·····	221
五、	三氧化二铝的测定·····	222
第二节	石英砂中二氧化硅的测定·····	224
一、	重量法·····	224
二、	氢氟酸快速法·····	224
三、	氟硅酸钾容量法·····	225
第三节	镁砂、镁砖、镁石的分析·····	226
一、	水份的测定·····	226
二、	灼烧减量的测定·····	227
三、	二氧化硅的测定·····	227
四、	三氧化二物的测定·····	228
五、	氧化钙和氧化镁的测定·····	229
第四章	焦碳、水、水玻璃、滷水等项分析·····	229
第一节	焦碳的分析（黑铅粉、煤）·····	229
一、	水份的测定·····	229
二、	挥发份的测定·····	230
三、	灰份的测定·····	230
四、	固定碳的测定·····	231
五、	总硫量的测定·····	231

第二节 水的分析.....	231
一、氯的测定.....	231
二、碱度的测定.....	233
三、总硬度的测定.....	234
第三节 水玻璃的分析.....	235
一、二氧化硅的测定.....	235
二、氧化钠的测定.....	236
三、模数的计算.....	237
第四节 滴水的分析——氯化镁的测定.....	237
第五节 沥青的分析.....	238
一、软化点的测定.....	238
二、水份的测定.....	238
第五章 生铁的分析.....	239
第一节 碳、硫的联合测定.....	239
第二节 硅、锰、磷联合测定.....	243
第三节 球墨铸铁中镁的测定.....	250
第四节 铜、磷联合测定.....	252
第六章 铁合金的分析.....	253
第一节 锰铁和金属锰的分析.....	253
一、碳、硫的测定.....	253
二、锰的测定.....	253
方法 1, 过硫酸铵银盐法.....	253
方法 2, 硝酸铵法.....	255
三、硅的测定.....	257
四、磷的测定.....	258
第二节 硅铁的分析.....	260
一、碳和硫的测定.....	260

二、硅的测定·····	261
方法(一), 重量法·····	261
方法(二), 比重法·····	262
三、锰的测定·····	264
四、磷的测定·····	265
第三节, 钼铁的分析·····	266
一、碳硫的测定·····	266
二、钼的测定·····	266
三、锰的测定·····	268
四、硅的测定·····	268
五、磷的测定·····	270
第四节 铬铁的分析·····	270
一、碳硫的测定·····	270
二、铬的测定·····	270
三、磷的测定·····	273
四、锰的测定·····	274
五、硅的测定·····	276
第五节 钨铁的分析·····	279
一、碳硫的测定·····	279
二、硅的测定·····	279
三、锰的测定·····	280
四、钨的测定·····	281
第六节 钒铁的分析·····	283
一、碳硫的测定·····	283
二、钒的测定·····	283
三、硅的测定·····	285
四、磷的测定·····	287

五、锰的测定·····	287
第七节 磷铁的分析·····	288
一、碳硫的测定·····	288
二、磷的测定·····	289
第八节 硼铁中硼的测定·····	290
第九节 硅锰合金的分析·····	292
一、碳硫的测定·····	292
二、锰的测定·····	293
三、硅的测定·····	293
第十节 硅钙合金的分析·····	295
一、硅的测定·····	295
二、钙的测定·····	296
第十一节, 钛铁的分析·····	297
一、碳硫的测定·····	297
二、钛的测定·····	297
三、硅的测定·····	299
四、磷的测定·····	300
第十二节 铌铁中铌、钽的分析·····	302
第十三节 铝铁的分析·····	303
一、铝的测定·····	303
二、铜的测定·····	304
三、磷的测定·····	305
四、硅的测定·····	305
第十四节 镍铁的分析·····	306
第十五节 铝锰硅的分析·····	307
一、锰的测定·····	307
二、硅的测定·····	308

三、铝的测定·····	309
第七章 金属镍和金属铝的分析·····	311
第一节 金属镍中镍的测定·····	311
方法一, 重量法·····	311
方法二, 络合滴定法·····	313
第二节 金属铝的分析·····	314
一、铜的测定·····	314
二、硅的测定·····	315
三、铁的测定·····	316
第八章 炉渣、硫酸亚铁等的分析·····	317
第一节 炉渣的全分析·····	317
一、二氧化硅的测定·····	317
二、三氧化二物的测定·····	318
三、氧化亚铁的测定·····	319
四、氧化钙和氧化镁的测定·····	320
五、三氧化二铝的测定·····	320
六、三氧化二铬的测定·····	321
七、氟化钙的测定·····	322
第二节 高氟炉渣的分析·····	323
一、氟化钙的测定·····	324
方法 1. 络合滴定法 ·····	324
方法 2. 燃烧法 ·····	324
二、二氧化硅的测定·····	327
三、三氧化二铝的测定·····	327
第三节 硫酸亚铁的分析·····	328
第四节 硅氟酸钠纯度的测定·····	328

附录

一、分析公差表·····	331
二、常用酸的浓度和密度表·····	333
三、苛性碱和氨水的浓度和密度（比重）表·····	337
四、比重法测定硅铁中硅含量表·····	338
五、天平、比色计的使用规则·····	343
六、铂器皿使用规则·····	345
七、取样须知·····	348
八、化学试验室安全须知·····	350
九、元素周期表	

碳 的 测 定

概 述

碳在钢中主要以化合碳存在,如 Fe_3C , Mn_3C , Cr_5C_2 , WC , MoC , TiC , VC 等, 碳在铁中主要以游离状态存在, 如退火碳, 石墨碳等, 所以, 当制取生铁试样及称样时应考虑代表性。

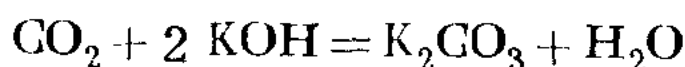
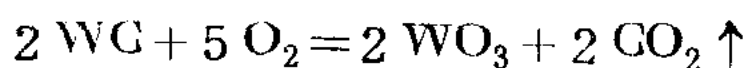
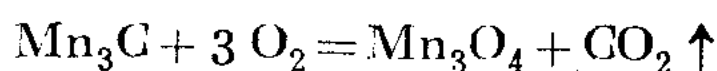
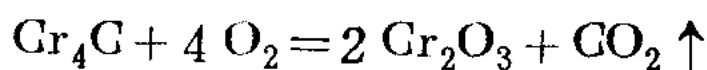
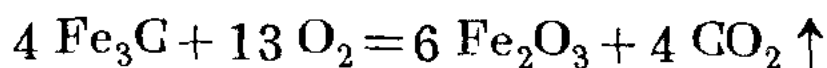
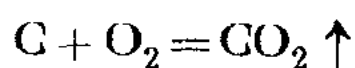
一、燃烧气体容量法——碳硫联合测定

方法要点:

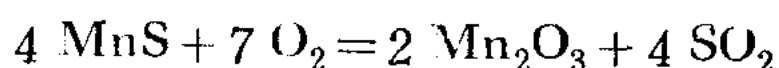
试样在高温氧气流中燃烧, 生成二氧化碳和二氧化硫。二氧化硫用淀粉——水溶液吸收, 以碘标准溶液滴定; 二氧化碳用氢氧化钾溶液进行一次吸收, 以吸收前后体积之差计算碳含量。

主要化学反应:

定碳



定硫



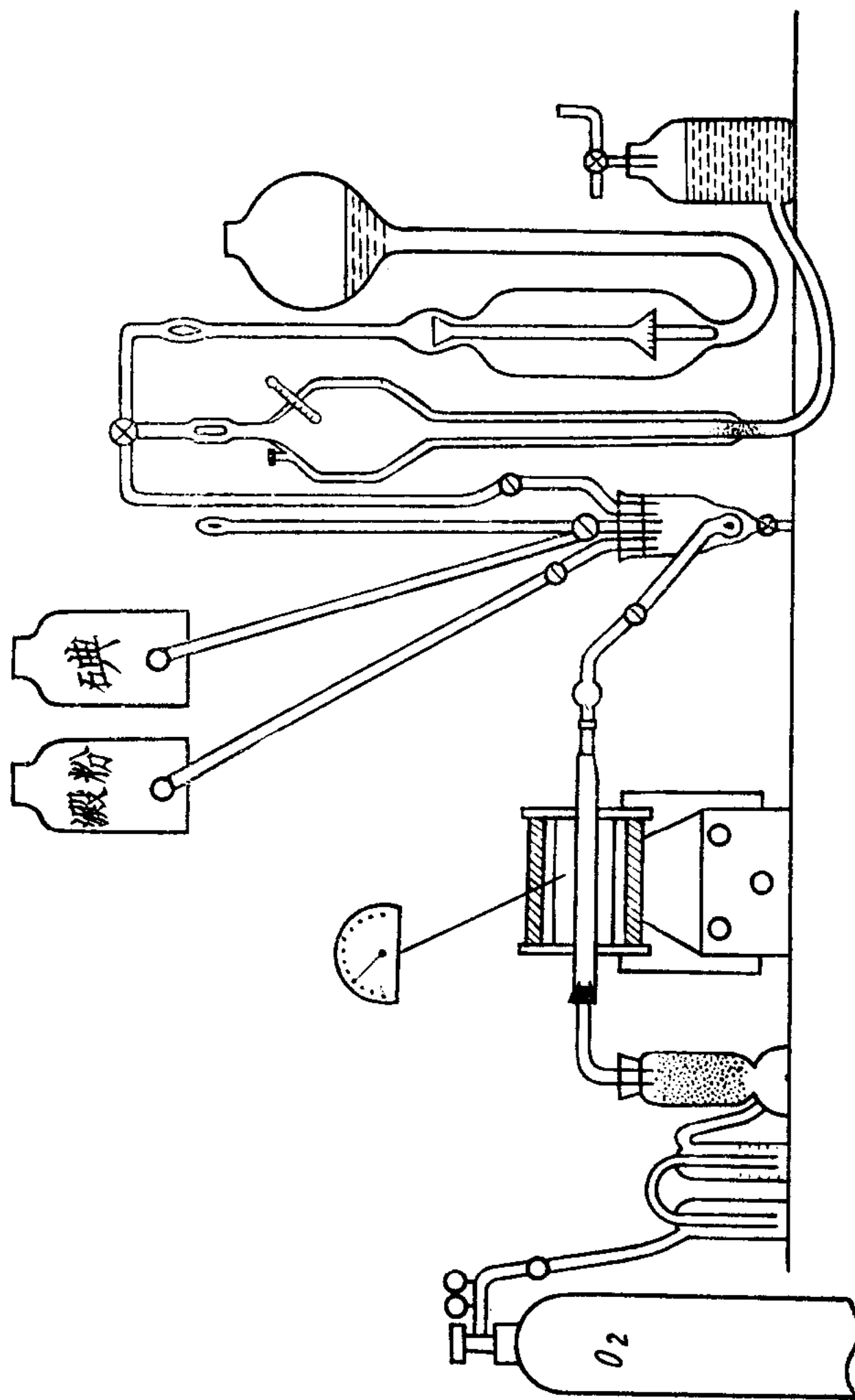


图 1 碳硫联合测定装置