



生鐵和鋼的快速分析法

浙江化工專科学校分析化学教研室 編

化 学 工 业 出 版 社

生鐵和鋼的快速分析法

浙江化工专科学校分析化学教研室 編

化 学 工 业 出 版 社

本書第一版時名為“煉鐵快速分析法”，因為該書內容只是鐵的分析，有許多同志認為不能滿足全民辦鋼鐵的需要，因此，作者又全面審閱一遍，作了許多修改和補充，書名亦改為現在的名字。修改和補充的內容主要有：

1. 增加鋼的規格。
2. 刪去原來“碳的測定”一節，增加“生鐵和鋼中碳硫的聯合測定法”一節。
3. 增加了耐火材料的化驗方法和耐火度的計算。

本書可供從事鋼鐵的分析化驗人員參考。

生鐵和鋼的快速分析法

浙江化工專科學校分析化學教研室 編

化學工業出版社(北京安定門外和平北路)出版

北京市書刊出版業營業許可證出字第092號

化學工業出版社印刷廠印刷 新華書店發行

開本：787×1092公圓·1/32 1958年11月第1版

印張：1^{1/2} 1959年3月第2版第1次印刷

字數：35千字 印數：1—15,000

定價：(9)0.18元 聲號：15063-0364

生鐵和鋼的快速分析法

目 录

| | |
|--------------------------|----|
| 序言 | 2 |
| 第一章 总論 | 3 |
| 第二章 化驗的一般技术及仪器使用 | 7 |
| 第三章 取样与制样 | 12 |
| 第四章 生鐵及鋼的分析 | 18 |
| § 1. 生鐵和鋼中碳、硫的聯合測定 | 13 |
| § 2. 磷、錳、硅的聯合快速分析 | 16 |
| § 3. 标准色的配制 | 17 |
| 第五章 鐵矿与錳矿快速分析 | 21 |
| 第六章 焦炭快速分析 | 26 |
| 第七章 石灰石快速分析 | 28 |
| 第八章 耐火材料快速分析法 | 31 |
| § 1. 硅酸盐的容量法系統分析 | 31 |
| § 2. 硅酸盐土法系統分析 | 39 |
| § 3. 耐火度計算 | 40 |
| 第九章 爐渣快速分析 | 41 |
| 第十章 增料的簡法計算 | 43 |
| 附录：快速分析所用仪器 | 45 |

序　　言

鋼鐵分析方法很多，但不是手續繁複，就是儀器貴重，對於目前各地大力開展的土法煉鐵、煉銅來說，價值甚少。同時，目前尚沒有一本較完整的在冶煉生產中能起指導作用的分析資料，鑑於各地渴望分析技術改進，特將前出版的“煉鐵快速分析法”加以增訂，並改為現名再版，以滿足各地的需要。

本書共分十章，內除詳細地記載了鋼鐵生產的快速分析法外，對配料計算，取樣加工，和實驗室設備與安全技術也都加以說明；它不僅能指導當前煉鐵煉銅的生產，而對於建立化驗室亦有很大的幫助。

本書內所述及的分析方法，是由張作棕、車秉生等同志提出初步方案，經馮準、潘德耀、劉宅良、孫望秋等同志進一步試驗與修正，又經過浙江化專分析教研室檢定，已正式應用於日常分析中，並已推廣於浙江省各專區和縣。隨著我校分析人員的下鄉，使它發出無限的光芒。

本書在編寫工作中，承黃均李、陳正華二同志的協助抄寫，深表感激。

由於在編寫和整理工作中，時間忽促，又限於作者的水平，錯誤之處，在所難免，尚希讀者多多提供修改意見，以便於再版時訂正。

浙江化專分析教研室

1958年11月13日

第一章 总 論

我們平時所稱的鋼鐵，一般是指生鐵和鋼而言，生鐵和鋼的區別就在於含碳量的多少。含碳量在2%以下的叫鋼，含碳量在2%以上的叫生鐵。

生鐵冶炼的基本原理是用一氧化碳來還原鐵的氧化物；因為焦炭燃燒時既能發生煉鐵所需的熱量，同時又能生成一氧化碳的還原劑，故煉鐵的主要原料是鐵礦石、焦炭和空氣；但為了要使鐵和其他雜質的熔點降低，還要在加鐵礦石和焦炭的同時，加入適當的熔劑，最常用的是石灰石(CaCO_3)和白雲石(CaCO_3 、 MgCO_3)。

生鐵是礦砂第一步的制成品，所以含雜質最多，它的含碳量約為1.7~6.6%，有一部分是化合碳(Fe_3O_4)，一部分是游離碳(石墨)的状态存在的。若以其含石墨的情況和斷面色澤的不同，生鐵又可分為白生鐵(即白口鐵)與紫生鐵(即紫口鐵)兩種。白口鐵含錳較多，而含硅較少，其中的碳全部呈化合狀態(Fe_3O_4)，斷面是銀白色，質脆、不能直接作為鑄鐵用，它的主要用途是作煉鋼的原料；紫口鐵的特点含硅多，含錳較少，而碳都成石墨狀，硫的含量不超過0.05%，磷的含量通常亦不大於0.3%，斷面色澤為紫灰色，可作鑄鐵用。生鐵的一般規格見下表：

| 名 称 | 硅 % | 錳 % | 磷(不大於)% | 硫(不大於)% |
|-------|-----------|---------|--------------|-----------|
| 紫 口 鐵 | 1.25~4.25 | 0.5~0.8 | 低磷鐵 0.1 | |
| | | | 普通鐵 0.11~0.3 | 0.05 |
| | | | 高磷鐵 0.31~1.2 | |
| 白 口 鐵 | 0.9~2.0 | 0.5~1.2 | 0.07~0.35 | 0.06~0.07 |

鋼是由生鐵加熔劑後再行冶炼而成。所謂煉鋼就是把生鐵放进炼钢炉里再炼一次，把生铁里的碳、硅、硫、磷等杂质去掉，并根据需要調整各種元素的含量，同时还把各种气体和一切有害的杂质降到

最低限度。今特将鋼的一般規格列表如下：

| 類 別 | 碳 % | 硫 % | 磷 % | 錳 % | 硅 % |
|-------|------------|-------------|------------|-----------|-----------|
| 優 外 鋼 | <0.14 | 0.07~0.06 | 0.07~0.03 | 不作規定 | 不作規定 |
| 低 碳 鋼 | <0.12~0.11 | ≤0.055~0.06 | ≤0.05~0.07 | 0.3~0.5 | 0.10~0.30 |
| 中 “ ” | 0.12~0.32 | ≤0.055 | ≤0.05 | 0.35~0.90 | 0.10~0.30 |
| 高 “ ” | 0.37~0.63 | ≤0.055 | ≤0.05 | 0.50~0.85 | 0.15~0.32 |

注：如含S>0.07%以廢品計算，而在0.07~0.06%即算為優外鋼。

因此，我們在分析和判斷鋼鐵的質量時，雖然目前土法煉鐵中，為了判別煉出的是不是鐵，還有化驗鐵的必要（含Fe量在90%以上才能算鐵），但應該說，鐵的含量並不是質量檢查的主要對象，而是根據其中含碳、硫、磷、錳、硅等元素的含量多少來決定的。因為這些元素直接影響着生鐵和鋼的質量。

現在，我們就來談談這些元素對鋼鐵質量有什么關係。

碳：碳是硬化劑，也是強化劑，它使生鐵質地變硬，難于加工。

硫、錳：硫在生鐵中往往以硫化鐵狀態存在，由於硫化鐵的熔點較低，使生鐵脆弱，紅熱時更甚，缺乏粘性，輾制困難，通常稱為“熱脆”。生鐵中硫的含量一般應小於0.35%，為了減少它的含量，可以在冶煉時加鑄砂。所以當生鐵和鋼中錳的含量高時，硫的含量偏高一些是沒有妨礙的。因為這時候的硫可以成為硫化錳狀態，而硫化錳的熔點較硫化鐵為高。此外，錳還有使鐵增加硬度，減少紅脆性和展性的效能，一般說來，錳的含量高一些是對生鐵有利的。

磷：磷對生鐵和鋼的影響是使它們呈現冷脆性和降低鋼對衝擊力量的抵抗性，因此一般的生鐵中含磷不大於0.5%，在某些加工過程中，磷能增加生鐵和鋼對大氣侵蝕的安全性，使之便於加工，所以不受限制，在小高爐的冶煉過程中，一般並不控制，其含量主要決定於原料。

硅：硅可增加生鐵和鋼的硬度，富於流動性、彈性、耐酸性和

耐热性等，但含量过高，则硬而脆。因此，在生铁中硅的含量以4～5%较为适宜。

从上述情况来看，目前在生铁的分析工作中，主要是分析硫和锰的含量，其他元素一般情况下很少分析，或不必分析。而钢则需经常化验碳、硫和磷的含量。

然而，这些杂质都来自于原料——铁矿石、焦炭、石灰石等，因此这些原料的分析，除决定其品位外，对硫、磷等有害物质的分析，自不待言。

为了进一步了解各种原料和炉渣的技术条件，今作简单的说明如下：

一、铁矿石：铁矿石的种类很多，就其主要的可分以下几种：

| 矿 名 | 色 涣 | 主要的化学组成 | Fe(%) |
|-------|-----------|---|-------|
| 磁 铁 矿 | 深灰色至黑色带光泽 | Fe_3O_4 | 72.4% |
| 赤 铁 矿 | 铁 灰 色 | Fe_2O_3 | 70.0% |
| 褐 铁 矿 | 深灰色~黑色 | $\text{Fe}_2\text{O}_3 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ | 60.0% |
| 硫 铁 矿 | 金 黄 色 | FeS_2 | 46.7% |

能作为冶炼生铁用的铁矿石的品位是其氧化铁(FeO)含量不少于30%，否则在经济价值上不合算；至于硫铁矿因含硫过多，不宜用作冶炼生铁的原料。

然而，决定铁矿好坏还应根据矿石中杂质的含量，主要的元素如硫、磷、锰和锌等。至于硫、磷、锰三元素对炼铁的关系已于前节述及。而锌虽不转入生铁，但锌及其氧化物都能渗入砖的缝隙内，引起衬砖的扩长，可能使炉壳破裂。在土法炼铁过程中，虽不宜过于挑剔，但仍不失其分析价值，尤其是硫和磷。

在铁矿石的杂质中，还须分析氯化硅和氯化铝。因为它们是炉渣的组成部分，它们的含量愈多，则消耗的熔剂量也要增加，因此氯化硅及氯化铝的含量不宜过高，为了控制炉渣的流动性，氯化

鋁的含量最好不大于18%，又不少于12~13%，而氧化矽和氧化鋁的比值不能超过正常成分。高炉炉渣中氧化矽和氧化鋁的比值。只有对矿石中氧化矽和氧化鋁的含量分析清楚后，才能正确地处理配料，特别是氧化矽的含量。

二、焦炭：判断焦炭质量的优劣，如以其化学组成来说，应该注意 i) 挥发分含量，ii) 灰分含量，iii) 硫和磷，iv) 水分。土法炼铁中虽无一定的规格，但对硫和磷的含量仍不可很高，下表说明一般焦炭化学组成的变化幅度：

| 水 分 | 揮發物 | 灰 分 | 硫 | 磷 |
|------|----------|-------|--------|------------|
| 2~6% | 0.9~1.5% | 8~14% | 0.5~2% | 0.01~0.05% |

冶炼过程中，为了简便起见，可只分析灰分、硫和磷三项以控制生产。分析数据可视焦炭干湿的程度，分别以干基、湿基表示都可以，但必须附加说明。

在冶炼过程中，焦炭灰分过高，不仅影响产量，往往还会发生冻结的事故，为此，最好还在化验焦炭的同时，进行煤的分析，若发现灰分过高时，可用洗煤的方法来降低煤的灰分，这样使之原料煤灰分为10%，焦炭的灰分则会在15%以下，同时经过洗煤，硫的含量也会相应降低。

三、熔剂：主要的碱性熔剂是石灰石，石灰石中含有二氧化矽和氧化鋁过多是不好的。较好的石灰石内的氧化矽+氧化鋁的总量不超过1%，在通常的石灰石内为3%，较坏的石灰石内达到5%，虽然石灰石中的硫、磷都是有害的，但一般含量极微，可不作分析。有时为了增加炉渣内的含镁量起见，可采用白云石。

四、炉渣：炉渣是由矿石中的杂质、焦炭中的灰分和熔剂熔化后所造成的。分析炉渣的化学成分除了可以判断冶炼情况外，而更重要的是掌握配料的依据，主要分析项目为氧化矽、氧化鋁、氧化

鈣、硫及磷，而判断炉渣好坏的特征是 $\text{CaO}/\text{SiO}_2 + \text{Al}_2\text{O}_3$ ，如此比值高于 1 时，表示碱性炉渣，一般地說明除去硫、磷較好，炉內溫度較高，可得出紫生鐵(灰生鐵)。

参考資料

- 1) 生铁冶金学(上册)。
- 2) 金属冶炼及合金工业。
- 3) 本校无机物工法教研室講义。
- 4) 高級中学課本化学第三册。

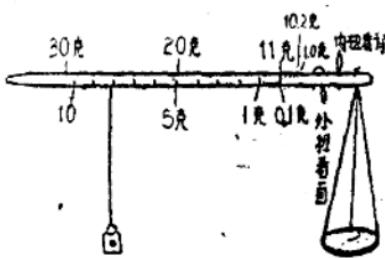
第二章 化驗的一般技术及仪器使用

§ 1. 化驗的一般技术及仪器使用

一、手秤使用 化驗所用的手秤与中药店称药的秤相同，不过单位不同，中药店的秤是“两、錢、分”作单位的，而化驗用的秤是以“克”做单位的，手秤有二个扭、内扭看背，10 克起称，最多可称 30 克，外扭看面，可称 10 克。

称量时，可以用右手拿住秤扭，用左手稍稍旋动秤尾，使秤锤悬挂在秤杆上的位置前后移动，从而調节秤杆成水平，根据秤锤悬挂位置，就可以讀出称物量。

称样时，要先在手秤盘上放一张干净的小紙片，称出它的重量，然后用角匙加一些样品于紙片上，此时秤锤应悬挂在所需要重量并加上紙的重量的位置上，如果所加样品太少或太多时，可以用角匙添加或取出，但需注意，不能把样品直接放在秤盘上称，以免秤盤损坏。



手 秤

图 1

二、刻度試管的使用 刻度試管是一个具有刻度的小玻璃管，上部比底部較大，其刻度单位为毫升（常用符号 ml表示），一大格为1毫升，一小格为0.2毫升，它是用来量取溶液或水的体积的。

量取时，溶液应沿管壁慢慢倒入，眼睛要看刻度（如量5毫升，就看在5毫升的刻度上），当溶液弯月面与刻度綫相重时，就不要倒溶液，看刻度时眼睛应与刻度綫在同一水平面。

使用完毕，要立即用水冲洗刻度試管，再用毛刷刷一下，經清水冲洗后，才能把它倒轉來放好，以便下次使用。

三、毛細滴管的使用 毛細滴管为一根一端拉細的玻管，其另一端套有橡皮帽，必須注意：毛細滴管出口有一定大小，應該特別小心地保护，不註它损坏，如果损坏了，就不能再用。

用毛細滴管吸取溶液时，应用手指捏住橡皮帽垂直的把毛細滴管伸入溶液液面下稍許，然后放松手指溶液則自动吸入毛細滴管中，然后把毛細滴管拿出，垂直的对住承受溶液的試管口、用手指輕輕地捏一下再放一下橡皮帽，則毛細滴管中的溶液就会一滴一滴的、大小均匀的滴进試管中去。

使用完毕，要立刻挤出毛細滴管中剩余溶液，并把滴管伸入清水中，借手指一紧一松的捏橡皮帽，使清水吸进放出，把滴管洗干净，如果放着不洗，以后就很难把滴管洗干净。

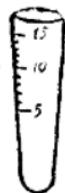


图 2 刻度試管



图 3 毛細滴管

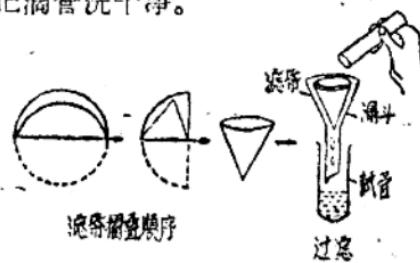


图 4 过滤

四、过滤 通过滤纸把溶液和不溶物质分开的操作叫做过滤。过滤的方法，就是用一张折好的毛边纸放在玻璃漏斗上，毛边紙的

折法是这样，先裁一张比漏斗口大一倍的毛边紙，再剪成圓形，然后把紙对折一次、再对折一次，如图所示，最后把紙分开（一边一层，一边三层）使成圓錐形，放入漏斗中，漏斗下放一試管，用手拿住，此时就可以把要过滤的溶液連同沉淀一起分次地倒入漏斗中（每次倒入漏斗的溶液不要超过滤紙的邊緣）清液即会流入試管中。

五、比色及比沉淀的方法 快速化驗法中，磷、錳、硅等都要用比色法測定的，而硫是用比沉淀多少来測定的。

所謂比色就是比溶液顏色的深浅，并根据顏色的深浅来决定呈色物質的含量。比如有二个試管各放 10 毫升水，再在一个試管中加 1 滴蓝墨水在另一試管中加 2 滴，分別搖匀后，那末第一根試管的蓝色一定比第二根試管的浅，如果現在有一个放有蓝墨水 10 毫升的試管，其顏色与上面第二根試管的顏色相同，那末这根試管中蓝墨水的含量一定与上面第二根試管的一样，已知含量的第一、二根試管叫做标准色阶，不知浓度的試管叫做未知溶液，因此未知溶液的浓度可以根据顏色相同的标准来决定，这种方法叫做比色。必須注意只有呈色物質的多少与顏色深浅成比例时，才能用比色法。

在比色法时，可以取顏色深浅与未知溶液相近的标准色阶平列在一起，試管底部可以斜的衬托一块白色瓷板或白色紙板，这样就容易分辨顏色的深浅，有时候可以把标准色阶和未知溶液的位置相互調換，还可以分辨的更清楚些。比色时未知溶液的試管大小應該与标准試管大小相同，因为同一深浅的顏色，如果試管有大小也就会使溶液厚薄不同，看起来深浅就会不同。

六、加热 烧杯、三角烧瓶、瓷器等都可以用来加热，加热时，应在炉上垫有石棉网，并不时搅拌，在烧杯或蒸发皿口上，須以适当大小的表面皿复盖。

七、容量仪器

1. 容量瓶是一个有細頸的圓瓶，頸上的刻度表示瓶上所注明的体积——250 毫升，使用时先称一定量的試剂置于瓶内，并以少

量水溶解，然后小心地稀释至恰到标记为止（不可过头），并以干燥滤纸吸去壁上的水珠，盖好盖子倒复，大力振摇15分钟。

2. 移液管是用以放一定的固定体积液体的器皿，用嘴（或橡皮球）吸移液管的上口，液体就会从下面装入，紧闭上口，液体就会被大气压力保持在移液管里面。打开上口以后，液体就流出来。待流完后，停留15秒，然后以下口碰一下器壁，在放液体时，应注意持移液管的垂直。

使用前须充分洗净移液管的内外，洗净后用少量蒸馏水和拟装溶液反复冲洗，使用完毕后，应立即洗净。

3. 量筒是为了大略量取各种不同体积之液体用的，倾注液体时，应小心慢慢倒入，以免过量太多；过量的试剂，不能倒入原瓶。

4. 滴定管，基本的测量器皿，是上面刻有刻度线的容量25~50毫升的细长玻璃管。

刻度用来指示从节门流出去液体的体积毫升数。

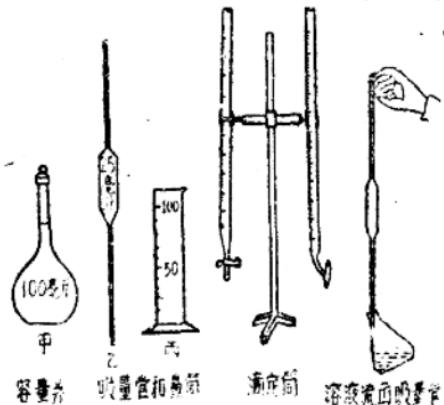


图 5

使用前，须用清洁剂充分洗涤并以少量蒸馏水及所装溶液冲洗数次，然后装入溶液，架于滴定架上。以左手调节节门，右手摇动（或搅拌）容器内溶液。滴加时，不可以直线注入。直到指示剂变色为止。记下消耗体积。

八 仪器的洗涤 所有仪器用过以后，就要洗涤干净，

如果放置不洗，时间一长，就很难洗净的。

洗涤时，一般可以先用水冲洗，再用涂有肥皂或去污粉的毛刷（或用研细的稻草灰）刷几下，再用清水一起刷，最后用雨水或澄清的溪水冲洗干净（最好用蒸馏水冲洗），绝对干净的器皿应内外不挂

水珠。洗净的仪器应倒转来放好。这样做的好处，就是在第二次用时，仪器是干燥而清洁的。

对于一些细口的器皿如移液管、容量瓶、滴定管等的洗涤工作，往往须要用清洁剂（重铬酸钾和粗制硫酸的混合液）来洗涤，使用时当心眼睛和衣服，因为它具有强力的腐蚀性，使用过的清洁剂要好好的回收，以作第二次再用，但若发现它颜色变绿时，表示已失去性能，在倒去无用的清洁剂时，应该稀释，倒在荒蕪的地田上，切不可任意地倒入农田、河水或水槽、水沟中，前者会使植物、动物死亡，后者则腐蚀铁管、损坏建筑物。

至于清洁剂的配制，可用10克重铬酸钾溶于50毫升水中，然后渐渐加入175毫升工业用浓硫酸即得（注意：绝对不能把水倒入硫酸内，而要把硫酸沿着器壁小心地倒入水内，并不时地摇动）。

§ 2. 实验室的一般安全技术知識

一、为了保障分析数据的精确性，实验室內必須經常保持清洁。

二、防止措施 实验室內应备有太平桶（内装沙泥），有条件者，备灭火机更为合适，在工作过程中，应谨慎防止起火，如炭炉安放的位置、酒精喷灯的安全检查，操作中不擅自离开等。但是万一不幸有起火现象、不必慌张，应立即移去周围可燃物，并以沙泥盖上，对于一些油类、酒精等着火，切不可以水浇灌。

三、实验室中的药品，都应贴好明显的标签，对于毒物要专人保管，建立领用制度，未经管理人员的同意，不得擅自带出，绝对不允许将化学药品私自带回家中，以防发生意外，储藏硫酸、盐酸、硝酸、液氯、乙醚、汽油、酒精等腐蚀或易燃物时，应放在阴暗的地方。

四、在操作时，应严格遵守操作规程进行，否则往往会发生人身伤害事故，今将化驗室中常遇的事故說明如下：

1. 不可嘗試溶液或气体的滋味。

2. 加热时应将器口向身外放置，或盖好表面皿。
3. 将溶液从一容器转倒至另一容器内时，必须要沿着搅拌棒渐渐倾倒，同时不可弯身，将眼部靠近容器。
4. 配制硫酸时，应以浓硫酸加入水中，否则会发生爆炸。使用浓硝酸时，应带有橡皮手套和口罩。在开启浓液氮时，应缓缓打开塞子，否则会全部冲出，发生危险。
5. 高温碱液的腐蚀性极大，故在进行氢氧化钾熔融时，应带有手套、面具或眼镜。
6. 有电器设备的实验室还应注意触电，为此，必须经常检查电线、插头或电器设备的漏电情况，管理人员应经常帮助和督促使用人员遵守操作规程。

五、实验室应备有保健箱，其中应有包扎使用的绷带、药布、药棉和碘酒；治疗酸伤、碱伤和火伤的硼酸、食盐水和其他药物。但是，更重要的是在于受伤者当时立即的解救，例如：当浓硫酸侵入人体后，应立即用冷水冲洗，即使一时无法找到药物，也不致发生严重的問題，否则，是极其危险的。

第三章 取样与制样

§ 1. 取 样

在大堆的試样中取出小部分的且具有代表性的分析試样，是极为重要的工作，假使忽视了这一点，往往会使分析数据完全失去价值，造成了冶炼技术上不应该发生的事故。为了避免这情况，从事分析的人员，必须要有准确的取样技术。

取样的方法一般在矿石堆的各部分每隔一定的距离以小铲选取一小部分的試样，然后合成一个样品①，经粗细拌和后，取其一定

① 如样品潮湿，应烘干后，再行試样的粉碎。

量再行粉碎❶，最后在均匀的粉样中，取出所需的进行分析。

§ 2. 制 样

作为分析用的粉样最好是通过100~120目的筛❷，但在无筛的化验室中可用手指捻磨、无粒状的感觉后，即可作为分析试样。加工时，可先以铁锤击成小块，然后在铁钵中捣成粒状，并再以研钵或研船（中药铺中有）等工具研成粉末。对于生铁和钢，则一般用钻和刨刀，钻成铁屑后，进行化验，但在无机床设备时，可以用铁锤击断或打成片状（必要时加热）。再弄成断面，以锉刀磨其断面，所得铁屑，即为分析试样。在加工时，必须耐心、仔细，应尽量保证原样的成分和代表性，因此在未至细粒前，中途不可弃去任何碎样，否则会使试样在加工时的处理中变质或失去代表性；如果在加工铁矿时，尤须注意铁器本身的铁屑的落入，以致增加铁矿的含铁量。在同一器皿中需继续处理第二个样品时，必须要把工具充分整理清洁后才可进行粉样。

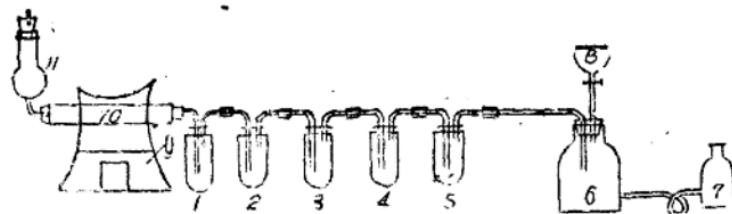
第四章 生铁及钢的分析

§ 1. 生铁和钢中碳、硫的联合测定

一、称取样品0.5克于小磁盘或锡箔、铝箔中，然后平稳地送入烘炉预热2分钟。

二、在第1、2个大试管内各加20毫升3% H_2O_2 （双氧水）在第3、4个大试管各加饱和石灰水30毫升装好、塞紧，注意漏气。

- ❶ 在磨细的试样中，需要取其一部分以进行下一步工作时，可按四分法取样，就是将全部碎样，上下前后任意捣和混合堆积，均匀混和；在中央划一个“十”字，取其任意的一角，作为下一工序的全部材料，其余部分可以弃去。在一般的情况下，以四分法取样最有代表性。但在进行四分法时样品应已很细时才可进行。
- ❷ 若粉样不合要求，往往会使分析工作带来许多困难和不应有的误差。



1, 2—管內裝3%雙氧水；3, 4, 5—管內裝鈣和石灰水；6—為抽氣裝置、裝滿水；7—為放水裝置，調節氣流；8—加水用漏斗；9—碳風爐；10—燃燒磁管；11—吸收CO₂裝置、碱石棉。

注：若用噴燈燒，則燒的地方蓋一片鐵片，增加火力。

控制圖中小瓶的高低位置，調節空氣量，使氣泡每秒中3~4個，這樣不斷地通空氣約30分鐘（炭爐內火力最旺時）就可以停止。開放安全閥，拆下裝置。

三、把盛有20毫升3%H₂O₂的二只大試管內的溶液傾入250毫升三角燒瓶內，用少量的水洗淨大試管，洗液一并傾入三角燒瓶，加10滴混合指示劑（0.1%甲基紅和0.1%甲基藍混合物）用標準NaOH滴定，溶液由紫色變為綠色為終點，讀下用量A。

$$\text{計算} S\% = \frac{N \times A \times S}{2000 \times W} \times 100$$

其中：
N = 標準NaOH濃液，配法下注；

A = 標準NaOH的用量（毫升數）；

S = 硫的原子量（32）；

W = 称取樣品重。上式簡化按樣品0.5克計得：

$$S\% = \frac{N \times A \times S}{2000 \times W} \times 100 = 3.2 \times A \times N$$

四、把盛有30毫升飽和石灰水的二只大試管內的溶液，傾入250毫升三角瓶內用少量水洗大試管，洗液一起傾入三角瓶，加3滴1%麝香草酚酞作指示劑，用標準醋酸滴定，溶液由深蘭色變為