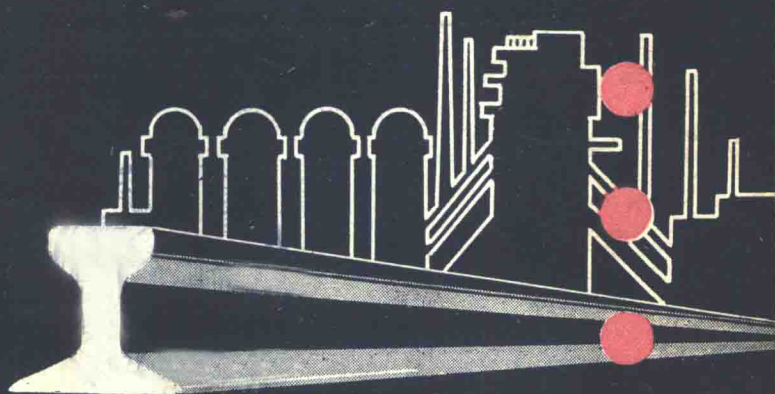


钢铁元素点滴法

周南兴编著



科技卫生出版社

目前关于这方面的書籍或杂志,虽有多种,对專門供鋼鉄鉴定的則尚不多見,为了响应当前生产大跃进,貫徹多、快、好、省勤儉建国的方針,因而笔者以个人工作經驗,現場滴析操作,摘要詳述,供有关鋼鉄元素分析工作者参考应用。本書編写由于時間侷促难免有很多缺点,希讀者随时指正。

周南兴 1958年6月

写于无錫机床厂

目 錄

序	1
一、概略	1
二、应用范围	2
三、滴点前应注意事項	3
四、应用工具及藥物設備	4
五、元素的藥剂配制	11
六、碳、硅兩元素的色泽样品制法	24
七、元素滴点分析方法	28
八、結語	46
附录：火花鑒別法	47

一、概 略

早在 1804 年英国的賈克用砂輪研磨各种不同的鋼鉄材料时,发现它們爆烈的火花,各自有不同的形狀,引起世界各国研究鋼鉄的火花鉴别方法来鉴定鋼鉄元素成分。这方法虽然历年已久,各工矿企业都应用火花鉴别法分析元素成分,但是尚有多种元素不能以观察火花来辨别鉴定其成分,往往仍須理化試驗法才能得出結果,这样反复鉴定,尤其理化試驗的时间很長,所需支出費用相当可觀。假如理化試驗沒有完善的分析仪器等設備,要进行复杂元素的分析就有困难。因此,再不能不去研究比較迅速并准确的方法。

近年来由理化試驗工作中积聚了元素可以用滴点法来分析的經驗,开始采用了藥剂滴点鋼鉄的表面,依据不同的反应,就能迅速确定元素的成分。

这种鉴定方法的正确率可与电力火花測探器、极譜分析器有同样的正确。因此滴点分析鋼鉄元素逐漸成为有关企业中經常适合采用的方法之一。

鋼鉄元素滴点的反应,能够帮助化驗員在极短的时间內应用藥剂滴点鋼鉄表面使它产生腐蝕反应作用,从而得知鋼鉄中的元素成分,此法适用任何場地,操作过程很簡單,容易掌握。滴析时间迅速。滴析一次能得知一种到四种元素的含量。所需費用很微少而鉴定的結果准确性尚高。并能促使理化試驗工作效力

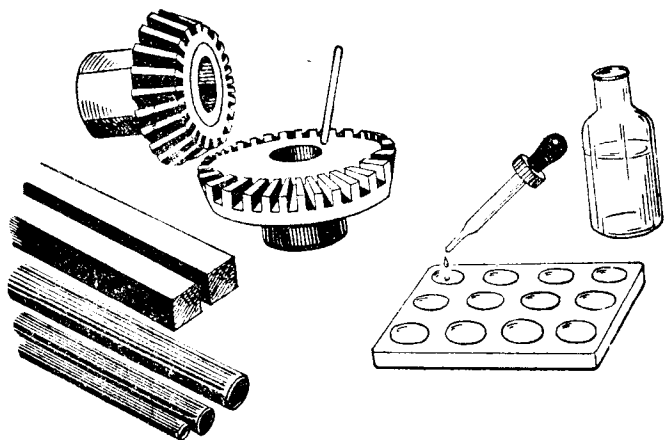


图 1 鋼鉄滴点狀況

純潔的鋼鉄表面以溶化剂腐蝕后蘸取少許溶液，投入十二眼的瓷板中，滴入标准藥剂，立刻显呈顏色，即知鋼鉄是何元素成分。

有显著提高，对于热处理方面的效用很大。如果掌握了滴点法，能够立即解决热处理过程中因材料产生的疑問，所以滴点結果同样是理化試驗及热处理工作中有相当作用的参考資料。

我們在鋼鉄技术监督方面，不仅工作效率提高，技术方面能丰富科学知識，尤其可貴的能从廢鋼廢鉄堆中揀得稀貴金屬及不銹鋼、高速鋼，讓它們再次發揮作用，为国家积累更多的稀貴鋼鉄金屬。

际此祖国的社会主义工业建設，介紹鋼鉄元素滴点法具有其多快好省的政治意义。

二、应用范围

鋼鉄元素滴点法，适用下列工作范围：

1. 鋼鉄金屬採購后, 复核不同元素、不同含量的規格型号时。

2. 鋼鉄金屬在倉庫管理不妥而致混亂情況下, 应用滴点法来鉴别不同元素、不同含量或同元素含量不同的型材时。

3. 滴点法最适于煉鋼爐側現場分析元素成分, 既准确而又快速, 不致影响出爐時間。

4. 鋼的制成品及机械零件等將进行热处理前, 作現場滴点分析, 核对型材是否正确, 保証热处理品不致损坏开裂或变形等等。

5. 制品零件, 例如主軸齒輪不詳其成分, 或者同样外形但材料不同的进气活塞与排气活塞混淆情況下, 可用滴点法一一鉴别分类, 不致因化驗损坏零件或影响零件的質量。

三、滴点前应注意事項

滴点法鉴定分析元素的特点, 迅速而簡單, 因此滴点分析操作过程的任何动作, 必須迅速灵活进行操作, 并且应及时观察鋼鉄金屬表面受到藥剂的腐蝕反应情况。在滴点分析操作之前, 必須具有以下条件及熟悉事項, 才能进行分析。

1. 未曾熟悉滴点法的学者, 首先选择經過化学分析元素成分的标准試样(标准試样上, 写明元素成分)按照后述元素滴点法作多次实习。

2. 通过元素滴点法之操作实习后, 应牢記各种元素受到藥剂滴点后所产生顏色变化的情况。实习時間, 一般应 20 天~30 天即能分析鉴定。

实习之初, 先將同元素而成分差距較远的試样进行滴点实

习,然后漸次將成分差距較近的試样进行滴点实习,培养分析鉴定技能。

为积累滴点法的經驗,学者应尽量收集各种不同元素的鋼鉄金屬,便于实习滴点操作。

3. 操作时使用的器皿工具,用前必須用蒸餾水洗洁,防止尘污摻入藥剂内,影响分析的准确性。

4. 滴点分析的試样断面或表皮須經修整光洁,修整方法,用电动砂輪机或銼刀磨削,一般須有 2 平方毫米的面积容納藥剂,以便腐蝕反应及滴点操作。

5. 試料的表皮如有氧化层、脫炭层等,必須磨削清除,否則滴点分析之結論会不准确的。

6. 配制試剂的瓶上,注明元素名称,并熟悉存放箱内的位置,便于操作时迅速取用。

7. 齐备各种鋼鉄材料化学成分表的書籍或資料,便于滴点分析鉴定。

8. 实习滴点法学者,应首先学习滴析鎳素,对鎳素鉴定已达准确后,再进行实习鉻素滴析的鉴定,对鉻素鉴定已达准确,再进行滴析錳、鉬、碳、硅、硫、磷、鈷、鎢、銅、鈳元素,按次有規律地进行实习,才会获得滴点法的实际經驗。

四、应用工具及藥物設備

应用的工具方面:

1. 12眼瓷板四块(图2)。

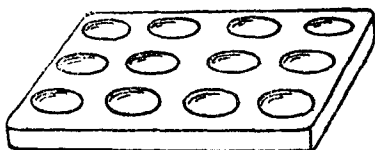


图 2 白磁底板(染色板)

2. 馬蹄形磁鐵(图 3)。
3. 白金絲玻璃棒 2 根(图 4)。

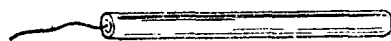


图 4 白金絲玻璃棒

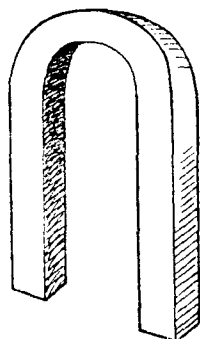


图 3 馬蹄形磁鐵

4. 滴点藥剂箱——(箱內可容 100 毫升小口瓶 36 只, 儲放各种元素的藥剂, 150 毫升大口瓶 1 只)。藥剂箱的設計及物品的放置, 見图 5 所示。

5. 100 克天平秤(包括 0~100 克砝碼)。
6. 直徑 15 毫米、長 150 毫米試管 40 支(图 6)。
7. 木試管架 2 只(图 7)。



图 6 試管

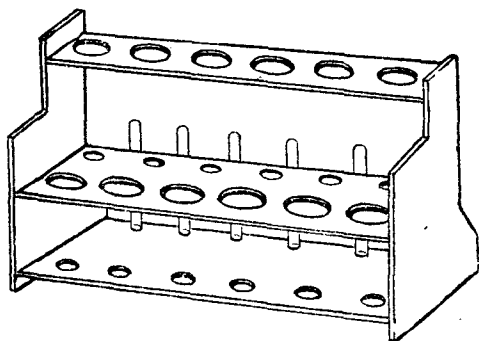


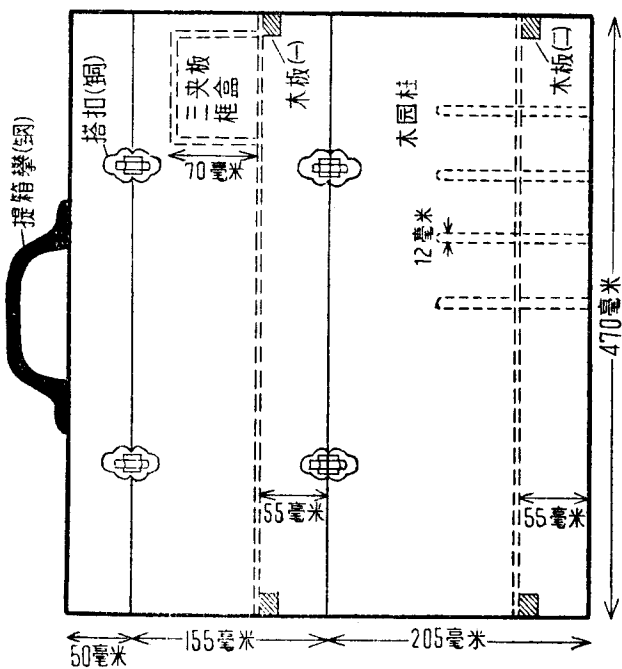
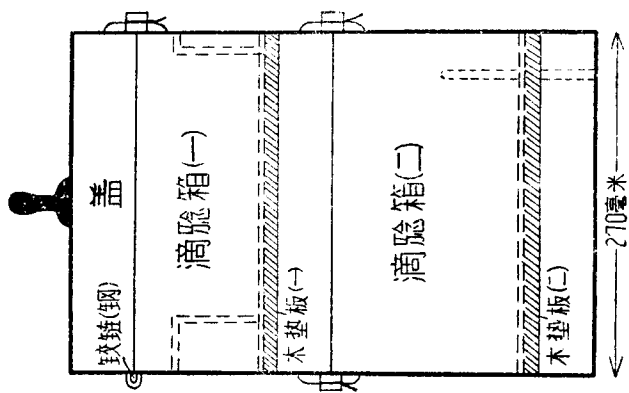
图 7 試管架

8. 直徑 20 毫米, 長 75 毫米比色管, 又名标本管 40 支(图 8)并制木架放置。

9. 高 70 毫米, 闊 65 毫米, 長 130 毫米封閉盒一只, 內放攝片 (攝片应事先在暗室內剪成小



图 8 比色管(标本管)



滴驗箱(一)試剂的排列次序

錳 Mn 1号	錳 Mn 2号	錳 W 1号	錳 W 2号	蒸馏水 H ₂ O	白磁底板
溶化剂 1号	溶化剂 2号	鉬 Mo 1号	鉬 Mo 2号	镍液 Ni	吸铁石 小号剪刀
铬 Cr 1号	铬 Cr 2号	铬 Cr 3号	铬 Cr 4号	烧杯内 放玻璃 棒白金 丝棒	大口试 剂瓶
铜 Cu 1号	铜 Cu 2号	铜 Cu 3号	铜 Cu 4号		吸水纸

滴驗箱(二)試剂的排列次序

钒 V 1号	钒 V 2号	钒 V 3号	钒 V 4号	钒 V 5号	钒 V 6号	照相 纸
碳 C 1号	碳 C 2号	磷 P 1号	磷 P 2号	硫 S 1号	硫 S 2号	板盒
硅 Si 1号	硅 Si 2号	硅 Si 3号	硅 Si 4号	硅 Si 5号	蒸馏水 H ₂ O	試管架
酒精灯	Si 1号 比色	Si 2号 比色	試管 量筒	比色 管	量筒	小型过滤 漏斗滴管

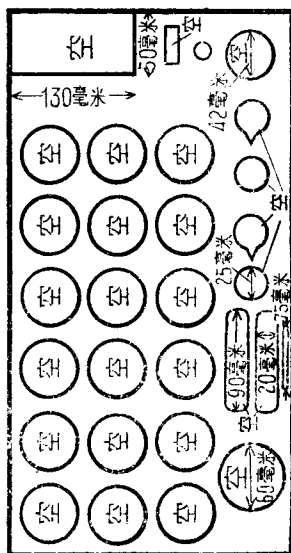
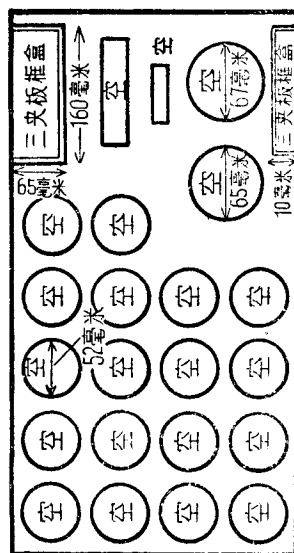


图 5 銅铁元素滴点藥剂箱

块, 见图 9 將剪好的攝片放在封閉盒內)。

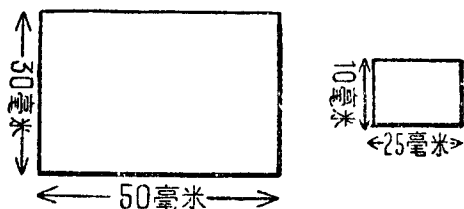


图 9 在暗室內剪成小块照相紙

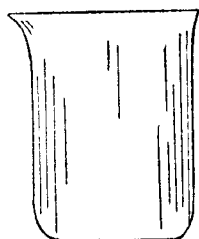


图 10 燒杯

10. $\frac{1}{2}$ 公斤手椎一把。
11. 0~9 鋼號碼一副。
12. 8" 細板銼一支。
13. 150 毫升燒杯 1 只 (图 10)。
14. 直徑 8 毫米, 長 80 毫米滴管 2 支 (图 11)。
15. 直徑 80 毫米培養皿 2 只 (图 12)。
16. 酒精燈 2 只 (图 13)。



图 11 滴管

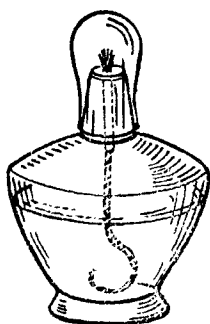


图 13 酒精燈

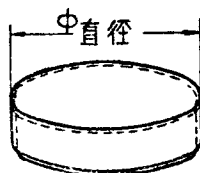


图 12 培養皿

17. 試管木夾 3 只(图 14)。

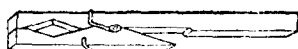


图 14 試管木夾

18. 100毫升量筒 2 只及 50 毫升量筒 2 只(图 15)。

19. 玻璃棒 30 根(图 16)。

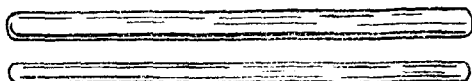


图 16 粗或細玻璃試棒

20. 試管刷 5 只(图 17)。

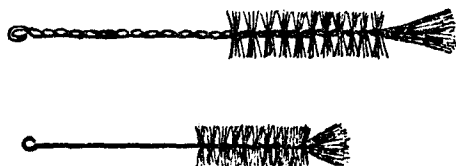


图 17 試管刷(瓶刷)

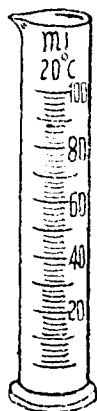


图 15 量筒

21. 竹夾 4 只(图 18)。

22. 200 毫升、300 毫升、500 毫升依氏燒瓶各 1 只 (见图 19)。

23. 小型過濾漏斗 1 只(图 20)。

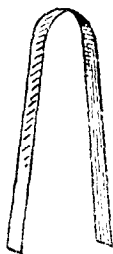


图 18 竹夾

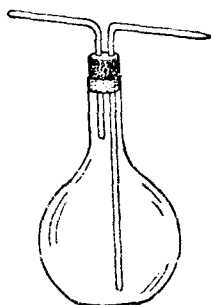


图 19 依氏燒瓶

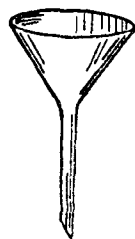


图 20 小型過濾漏斗

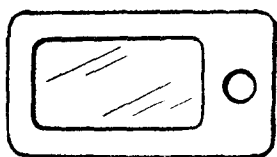


图 21 比色用鏡子

24. 鏡子一面, 式样如图 21 所示。

25. 停表 1 只 (图 22)。

26. 鉛皮套筒 10 只 (其規格如图 23)。

27. 150 毫升大口試剂瓶 1 只 (图 24)。

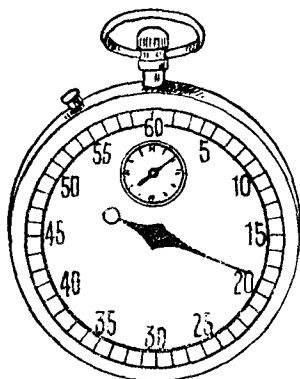


图 22 停表

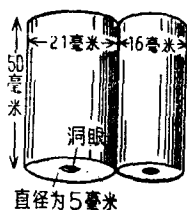


图 23 比色用鉛皮筒



图 24 大口試剂瓶

28. 100 毫升小口藥剂瓶連滴管 36 只 (图 25)。

29. 將 100 磅濾水紙剪成如图 26 的格式。



图 25 小口試剂瓶

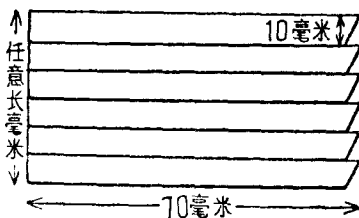


图 26 已剪开濾水紙

滴点室内的设备方面

1. 室内设有工作枱，可以放置上述用品，在工作枱附近设有洗刷池并备有去污粉、软毛刷、毛巾等洗涤用品。
2. 装置电动砂轮机一台，以便磨削试件表面。
3. 装置鑽床一台，3~9毫米高速鋼鑽头各1只，以便鑽削试件或鋼鉄小块，并且鑽台上备有五号枱鉗1只。
4. 置备木箱一只，在箱内儲放不同元素或不同成分的标准试样。
5. 玻璃窗附近設木架一座，架上能放鉴定碳素及鉴定硅素标准成分样品的木盒（木盒的構造及样品的安放見图27与图28）。

五、元素的藥剂配制

滴点法所分析鎳、鉻、鉬、錳、碳等元素，規定了应用不同的藥剂。所以滴点分析之前，应先將藥剂配齐，始能进行滴点分析。現將各种元素，使用不同藥剂的配制，詳述如下：

1. 配制各种元素滴析藥剂，首先备購化学藥品与配制时应用量具。

化学藥品方面：

过氧化鈉 (Na_2O_2) —— 500 克

高錳酸鉀 (KMnO_4) —— 500 克

二甲基乙二醛肟 (音握) ($(\text{CH}_3)_2\text{C}_2(\text{NOH})_2$) —— 25 克

鉬酸銨 ($(\text{NH}_4)_2\text{MoO}_4$) —— 500 克

亞硝酸鈉 (NaNO_2) —— 25 克

氫氧化銨 (氨水) (NH_4OH) (化学純淨) —— 1 瓶

α -安息香脒, 或称 α -苯脒 [$\text{C}_6\text{H}_5\text{CHC}(\text{OH})\text{C}(:\text{NOH})\text{C}_6\text{H}_5$] (化学純淨) —— 25 克
 磷酸 (H_3PO_4) (化学純淨) —— 1 瓶
 醋酸銨 $\text{NH}_4(\text{C}_2\text{H}_3\text{O}_2)$ —— 500 克
 硫代硫酸鈉 (大苏打) ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$) —— 500 克
 冰醋酸 (无水) (CH_3COOH) —— 1 瓶
 尿素 (結晶体) $\text{CO}(\text{NH}_2)_2$ —— 500 克
 苯胺 ($\text{C}_6\text{H}_5\text{CH}_2\text{NH}_2$) —— 1 瓶
 溴 (Br_2) —— 1 瓶
 硫酸 (H_2SO_4) (化学純淨) —— 3 瓶
 酚 (石炭酸) ($\text{C}_6\text{H}_5\text{OH}$) —— 1 瓶
 (对) 二苯基二氮脒 ($\text{C}_6\text{H}_5\text{NHNH})_2\text{CO}$ —— 25 克
 酒精 (无水乙醇) (化学純淨) —— 1 瓶
 硝酸 (HNO_3) (化学純淨) —— 2 瓶
 鉍酸鈉 (NaBiO_3) —— 1 瓶
 氫氧化鈉 (NaOH) —— 25 克
 氯化亞錫 (二氯化亞錫) (SnCl_2) —— 500 克
 鹽酸 (HCl) (化学純淨) —— 2 瓶
 硫氰酸鈉 (NaSCN) —— 25 克
 鋅片 (Zn) —— 100 克
 丙酮 (CH_3COCH_3) —— 1 瓶
 檸檬酸 $\text{C}_3\text{H}_4(\text{OH})(\text{COOH})_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$ —— 1 瓶
 高硫酸銨 ($\text{NH}_4)_2\text{S}_2\text{O}_8$ —— 1 瓶
 氯化銅銨 $\text{CuCl}_2 \cdot 2\text{NH}_4\text{Cl}$ (化学純淨) —— 50 克
 草酸 $\text{COOH} \cdot \text{COOH} \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ —— 1 瓶
 醋酸 (CH_3COOH) —— 1 瓶

四氯化碳 (CCl_4)——1 瓶

氯化高汞 (HgCl_2)——25 克

硝酸銀 (AgNO_3)——50 克

氯化銅 (CuCl_2)——25 克

重鉻酸鉀 ($\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$)——25 克

硫酸銅 ($\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$)——25 克

15 当量 (N) 氫氧化銨 (NH_4OH) (化学純淨)——1 瓶

蒸餾水……若干

量具方面:

250 毫升低型燒杯——8 只

50 毫升量杯——2 只

10 毫升量杯——2 只

100 毫升量筒——2 只

100 毫升量瓶——2 只

微量滴定筒(本氏)——2 只

2. 元素使用藥剂的配制

(甲) 試件溶化藥剂的配制, 根据需用, 可配制二种藥剂。

1 号溶化剂——4 : 5 : 1 稀硝酸、磷酸溶液

配法:

(1) 量容 40 毫升硝酸 (HNO_3) (化学純淨)。

(2) 量容 50 毫升蒸餾水。

(3) 量容 10 毫升磷酸 (H_3PO_4) (化学純淨)。

(4) 將硝酸倒入蒸餾水中成混合液后, 再倒入磷酸內, 三者混合液, 即成 1 号溶化藥剂。

2 号溶化剂——鹽酸溶液

配法:

(1) 量容 50 毫升鹽酸(HCl) (化学純淨)。

(2) 將鹽酸灌入小口試剂瓶, 即是 2 号溶化藥剂。

(乙) 分析鎳素藥剂的配制, 根据需用, 只配制一种藥剂。

鎳素藥剂——二甲基乙二醛肟、冰醋酸、氫氧化銨、醋酸銨混合剂。

配法:

(1) 称衡 0.5 克二甲基乙二醛肟($(CH_3)_2C_2(NO_2)_2$)

(2) 量容 30 毫升冰醋酸(CH_3COOH)

(3) 量容 15 毫升氫氧化銨(NH_4OH)

(4) 称衡 5 克醋酸銨($NH_4C_2H_3O_2$)

(5) 將二甲基乙二醛肟放入冰醋酸溶化后倒入氫氧化銨內成混合液, 然后再將醋酸銨放入混合液內溶化, 四者的混合物, 即成鎳素藥剂 (气候寒冷, 鎳素藥剂中会产生白色沉淀, 这种沉淀对于藥剂的性質毫无影响)。

(丙) 分析鉻素藥剂的配制, 根据需用, 应配制四种藥剂。

鉻素 1 号藥剂——溴化鈉溶液

配法:

(1) 量容 50 毫升蒸餾水。

(2) 称衡 2.5 克氫氧化鈉($NaOH$)。

(3) 量容 1.30 毫升溴水(Br_2)。

(4) 將氫氧化鈉放入蒸餾水溶化成混合液, 再將溴水放入混合液內混和, 三者的混合物即成鉻素 1 号藥剂 (此剂配成后是黃色, 若配后不用, 時間長久, 其黃色褪去, 則此剂已失效用, 应重新配制)。

鉻素 2 号藥剂——1:5 稀硫酸溶液。

配法: