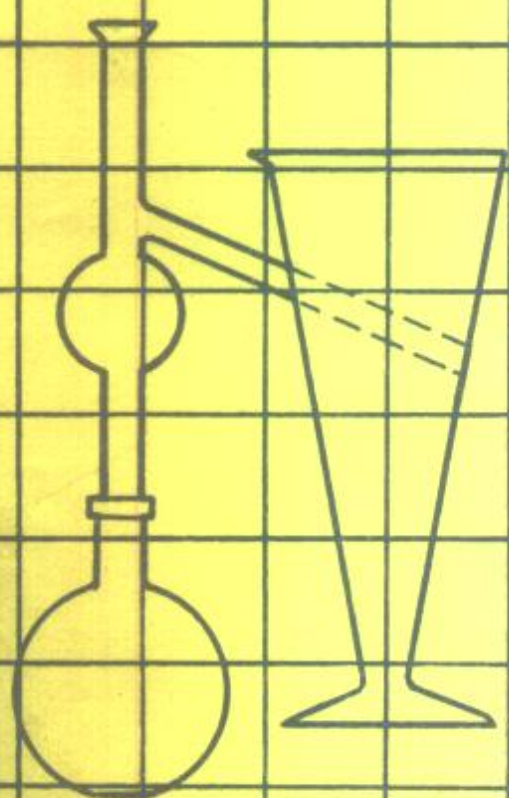


国外钢铁化学 分析标准方法



技 术 标 准 出 版 社

国外钢铁化学分析标准方法

冶金部钢铁研究总院

《国外钢铁化学分析标准方法》编译组 编译

技术标准出版社

国外钢铁化学分析标准方法

冶金部钢铁研究总院

〈国外钢铁化学分析标准方法〉编译组 编译

技术标准出版社出版

(北京复外三里河)

技术标准出版社秦皇岛印刷厂印刷

新华书店北京发行所发行 各地新华书店经售

开本 850×1168 1/32 印张 14⁵/8 插页 1 字数 405,000

1981年3月第一版 1981年3月第一次印刷

印数 1—6,500

书号: 15169·3-142 定价 2.15 元

前 言

为加速我国钢铁化学分析标准化工作；为制、修订国家标准及部标准提供必要的参考，我们选编了这本《国外钢铁化学分析标准方法》。

在选编过程中，我们重点收集了现行国际标准（ISO）及美国标准（ASTM）、日本标准（JIS）、英国标准（BS）、苏联标准（ГОСТ）中钢铁化学分析标准方法。由于内容较多，要一一译出，篇幅太大。经过仔细分析、比较，决定将国际标准全部译出，其他各国以日本标准及美国标准为主，不同者均一一译出，对未选入的方法，则在附记中加以简单介绍。

—国
，因

者指

目 录

第一章 铝

§ 1. 冰晶石分离-8-羟基喹啉重量法 (ГОСТ 12357—66)	1
§ 2. 汞阴极电解分离-EDTA 容量法 (JIS G 1224—1969)	6
§ 3. 8-羟基喹啉分离-硫代硫酸钠滴定法 (JIS G 1224—1969)	11
§ 4. 铬天青 S 分光光度法 (JIS G 1224—1969)	15
§ 5. 8-羟基喹啉萃取光度法 (ASTM E 350—76)	18
§ 6. 铝试剂分光光度法 (JIS G 1224—1969)	23

第二章 砷

§ 1. 金属砷分离亚砷酸滴定法 (JIS G 1225—1969)	27
§ 2. 蒸馏分离电位滴定法 (ГОСТ 12358—66)	32
§ 3. 碘化砷萃取钼蓝分光光度法 (JIS G 1225—1969)	36

第三章 硼

§ 1. 蒸馏分离-酒石酸钡重量法 (JIS G 1227—1969)	39
§ 2. 蒸馏分离-酸碱中和滴定法 (JIS G 1227—1969)	43
§ 3. 离子交换分离-氢氧化钠滴定法 (BS 手册 No. 19—1976)	46
§ 4. 氢氧化钠分离-电位滴定法 (ГОСТ 12360—66)	49
§ 5. 蒸馏分离-姜黄素光度法 (JIS G 1227—1969)	53
§ 6. 次甲基蓝萃取光度法 (JIS G 1227—1969)	55

第四章 铍

§ 1. 重量法 (ASTM E 30—76)	61
-------------------------------	----

第五章 碳

§ 1. 燃烧-重量法 (ISO R 437—1965)	65
§ 2. 气体容量法 (JIS G 1211—1976)	70
§ 3. 非水滴定法 (BS 手册 No. 19—1976)	80
§ 4. 电导法 (JIS G 1211—1976)	86

§ 5. 库仑法 (JIS G 1211—1976)	90
§ 6. 低压真空法 (BS 手册 No.19—1976)	94

第六章 铈

§ 1. 柠檬酸铈比色法 (ГОСТ 12364—66)	98
------------------------------------	----

第七章 钴

§ 1. α -亚硝基- β -萘酚重量法 (JIS G 1222—1969)	103
§ 2. 离子交换-电位滴定法 (ASTM E 351—76)	107
§ 3. 亚硝基-R盐吸光光度法 (JIS G 1222—1969)	112
§ 4. β -亚硝基- α -萘酚萃取比色法 (JIS G 1222—1969)	114

第八章 铬

§ 1. 高锰酸钾氧化高锰酸钾滴定法 (JIS G 1217—1969)	118
§ 2. 电位滴定法 (ГОСТ 12350—66)	122
§ 3. 二苯卡巴肼吸光光度法 (JIS G 1217—1969)	127

第九章 铜

§ 1. 硫化物沉淀-电解重量法 (ASTM E 350—76)	131
§ 2. 硫代硫酸钠容量法 (JIS G 1219—1969)	137
§ 3. 新铜试剂萃取比色法 (ASTM E 350—76)	142
§ 4. 2,2'-双喹啉萃取比色法 (BS 手册 No.19—1976)	145
§ 5. 双环己酮草酰二脲比色法 (JIS G 1219—1969)	147
§ 6. 极谱法 (ГОСТ 12355—66)	151

第十章 镁

§ 1. 原子吸收法 (ASTM E 351—76a)	154
§ 2. EDTA 滴定法 (JIS G 1230—1969)	160

第十一章 锰

§ 1. 过硫酸铵氧化、亚砷酸钠滴定法 (JIS G 1213—1969)	164
§ 2. 高锰酸钾容量法 (ГОСТ 12348—66)	169
§ 3. 电位滴定法 (ГОСТ 12348—66)	173

§ 4. 亚铁-重铬酸钾容量法 (BS 手册 No.19—1976).....	176
§ 5. 高碘酸钠分光光度法 (ISO R 629—1967)	179

第十二章 钼

§ 1. α -安息香肟重量法 (JIS G 1218—1969)	184
§ 2. 钼酸铅重量法 (ГОСТ 12354—66)	188
§ 3. 硫氰酸盐光度法 (ISO 4941—1978).....	192
§ 4. 硫氰酸盐直接分光光度法 (JIS G 1218—1969)	197
§ 5. 硫氰酸盐-乙酸丁酯萃取光度法 (ASTM E 350—76)	202

第十三章 氮

§ 1. 蒸馏-中和滴定法 (JIS G 1228—1969)	208
§ 2. 蒸馏-靛酚蓝光度法 (ISO 4945—1977)	214
§ 3. 蒸馏-奈氏勒光度法 (JIS G 1228—1969)	220
§ 4. 蒸馏-靛酚蓝光度法 (BS 手册 No.19—1976)	223
§ 5. 熔融气相色谱法 (ASTM E 350—76b)	231

第十四章 铌

§ 1. 丹宁-水解重量法 (JIS G 1231—1969)	235
§ 2. 硫氰酸铵光度法 (JIS G 1231—1969)	240
§ 3. 连苯三酚光度法 (JIS G 1231—1969)	244
§ 4. 偶氮胂 I 比色法 (ГОСТ 12361—66)	246

第十五章 镍

§ 1. 丁二酮肟重量法 (JIS G 1216—1969).....	251
§ 2. EDTA 容量法 (JIS G 1216—1969)	255
§ 3. 氢氧化铁分离丁二酮肟光度法 (JIS G 1216—1969)	261
§ 4. 丁二酮肟光度法 (JIS G 1216—1969)	263
§ 5. 离子交换-原子吸收光度法 (ASTM E 351—77)	265

第十六章 铅

§ 1. 钼酸铅重量法 (BS 手册 No.19—1976)	272
§ 2. 打萨腺萃取光度法 (JIS G 1229—1969)	274

§ 3. 离子交换-原子吸收法 (ASTM E 350—76)	279
---------------------------------------	-----

第十七章 磷

§ 1. 磷酸铵重量法 (ASTM E 30—76)	285
§ 2. 磷钼酸铵容量法 (JIS G 1214—1969)	290
§ 3. 磷钒钼黄萃取光度法 (ISO 2732—1973E)	296
§ 4. 磷钼蓝光度法 (JIS G 1214—1969)	299

第十八章 锑

§ 1. 亮绿光度法 (ASTM E 350—76)	305
§ 2. 甲基紫比色法 (ГОСТ 12362—66)	308

第十九章 硒

§ 1. 二氧化硫还原重量法 (ГОСТ 12363—66)	312
§ 2. 亚硫酸-碘量法 (ASTM E 30—76)	314
§ 3. 2,3-二氨基萘萃取光度法 (JIS G 1233—1973)	316

第二十章 硅

§ 1. 二氧化硅重量法 (ISO R 439—1969E)	320
§ 2. 二氧化硅重量法 (JIS G 1212—1969)	323
§ 3. 硅钼蓝光度法 (JIS G 1212—1969)	328
§ 4. 硅钼蓝光度法 (Si 0.002—0.05%) (BS 手册 No.19—1976) ..	331
§ 5. 硅钼蓝光度法 (Si > 0.05%) (BS 手册 No.19—1976)	334

第二十一章 锡

§ 1. 二氧化锰共沉淀分离-碘量法 (JIS G 1226—1969)	339
§ 2. 碘化锡萃取-苯茚酮吸光光度法 (JIS G 1226—1969)	344
§ 3. 邻苯二酚紫比色法 (ГОСТ 12362—66)	347
§ 4. 溶剂萃取-原子吸收法 (ASTM E 350—77)	350

第二十二章 硫

§ 1. 硫酸钡重量法 (JIS G 1215—1969)	355
§ 2. 燃烧-硼酸钠滴定法 (ISO R 671—1968)	361

§ 3. 燃烧-碘量法 (JIS G 1215—1969)	366
§ 4. 副品红碱光度法 (JIS G 1215—1969)	372

第二十三章 钽

§ 1. 连苯三酚光度法 (JIS G 1231—1969)	375
§ 2. 孔雀绿萃取光度法 (ГОСТ 17051—71)	377

第二十四章 钛

§ 1. 锌汞齐还原-高铁滴定法 (JIS G 1223—1969)	382
§ 2. 二安替比林甲烷光度法 (ГОСТ 12356—66)	385
§ 3. 过氧化氢吸光光度法 (JIS G 1223—1969)	388
§ 4. 硫氰酸盐-TOPO 萃取吸光光度法 (JIS G 1223—1969)	391
§ 5. 铬变酸光度法 (ГОСТ 12356—66)	393

第二十五章 钒

§ 1. 硫酸亚铁铵滴定法 (JIS G 1221—1969)	401
§ 2. 电位滴定法 (ГОСТ 12351—66)	405
§ 3. 钽试剂萃取分光光度法 (JIS G 1221—1969)	409

第二十六章 钨

§ 1. 辛可宁重量法 (JIS G 1220—1969)	413
§ 2. 硫氰酸铵吸光光度法 (JIS G 1220—1969)	419

第二十七章 锆

§ 1. 铜铁试剂-磷酸盐重量法 (ГОСТ 12365—66)	423
§ 2. 二甲酚橙吸光光度法 (JIS G 1232—1969)	427

第二十八章 锌、镉

极谱法 (ГОСТ 12362—66)	431
---------------------------	-----

附录一 实验室之间金属化学分析方法允许差

的研究——推荐标准	435
(ASTM E 173—68, 1974 年再次认可)	

附录二 日本钢与铁的化学分析方法允许 差 通 则.....441

附录三 钢与铁中碳含量值校正系 数 表.....453

附录四 实验室安全注意事项.....455

第一章 铝

国际及四国现行钢铁化学分析标准方法中,测定铝的方法有:
重量法:

1. 冰晶石分离-8-羟基喹啉重量法 (ГОСТ 12357—66) ;
2. 汞阴极电解分离-8-羟基喹啉重量法 (ГОСТ 12357—66);
3. 汞阴极电解分离-8-羟基喹啉重量法 (ASTM E 350、E 353、E354—76) 。

容量法:

1. 汞阴极电解分离-EDTA 容量法 (JIS G 1224—1969) ;
2. 8-羟基喹啉分离-硫代硫酸钠滴定法 (JIS G 1224—1969) ;
3. 汞阴极电解分离-硫代硫酸钠滴定法 (BS 手册 No.19—1976) 。

比色法:

1. 铬天青 S 分光光度法 (JIS G 1224—1969) ;
2. 8-羟基喹啉萃取光度法 (ASTM E 350—76) ;
3. 铝试剂分光光度法 (JIS G 1224—1969) ;
4. 羊毛铬菁光度法 (BS 手册 No.19—1973) 。

现将部分方法详细介绍如下:

§ 1. 冰晶石分离-8-羟基喹啉重量法 (ГОСТ 12357—66)

1. 适用范围

本法适用于合金和高合金钢中 0.1—7.0% 铝的测定。

2. 方法要点

于微酸性溶液中,借氟化钠使铝与干扰元素分离。将冰晶石沉淀溶解于盐酸和硼酸混合液中,用 8-羟基喹啉沉淀铝,以重量法完成测定。

3. 试 剂

(1) 盐酸。

(2) 硝酸。

(3) 硫酸。

(4) 氢氟酸。

(5) 氨水。

(6) 柠檬酸氢二铵溶液 (40%)。

(7) 草酸铵。

(8) 络合剂溶液：于 1 升柠檬酸氢二铵溶液 (40%) 中加入 1 升室温下饱和的草酸铵溶液，混匀。

(9) 氟化钠溶液 (3.5%)，(0.5%)。

(10) 硼酸。

(11) 硼酸和盐酸混合液：于 300 毫升室温下饱和的硼酸溶液中，加入 500 毫升盐酸和 1.2 升水，混匀。

(12) 甲基红-乙醇溶液 (0.1%)。

(13) 8-羟基喹啉溶液 (2.5%)：将 25 克 8-羟基喹啉溶解于 50 毫升冰乙酸 (78%) 中。将此溶液倒入 950 毫升 60°C 的水中，搅匀，冷却后过滤。

(14) 乙酸铵溶液 (20%)。

(15) 洗涤液：于 1 升温水中加入 10 毫升乙酸铵溶液 (25%) 和 2 滴氨水。

(16) 草酸。

4. 试样称量

根据含铝量，按表 1—1—1 称取试样。

表1—1—1

铝 含 量 (%)	试 样 称 量 (克)
0.1—0.5	2
0.5—1.0	1
1.0—2.0	0.5
2.0—7.0	0.2

5. 分 析 步 骤

(1) 称取适量试样于 250—300 毫升烧杯中,加入 25 毫升盐酸,盖上表皿,缓慢加热至试样溶解。然后稍稍打开表皿,小心滴加硝酸至溶液无泡沫发生后,再过量 5—10 毫升,继续加热至氮氧化物完全除去。将溶液冷却,小心加入 80—100 毫升水,加热溶解盐类。

(2) 用水洗涤表皿,以双层快速滤纸过滤析出的硅酸(及钨、铌等),用热的稀硫酸(1:100)洗涤滤纸和沉淀 4—5 次,将滤液和洗涤液收集于 400 毫升烧杯中,保存(主液)。而滤纸和沉淀放于铂坩埚内,烘干、灰化,于 900—1000°C 灼烧,冷却,用 2—3 滴水润湿残渣,加入 2—3 毫升稀硫酸(1:4)(若残渣中含有钨、铌和钽的氧化物时,则加入 5—6 毫升硫酸)和 3—5 毫升氢氟酸,小心加热蒸发至硫酸白烟完全除去,在 900—1000°C 下灼烧,冷却,用 2—3 克焦硫酸钾熔融残渣,用 20—30 毫升稀硫酸(1:9)浸取熔块,并入主液。有钨或铌存在时,用稀硫酸(1:9)浸取后,以快速滤纸过滤,用稀硫酸(1:100)洗涤沉淀 4—5 次,将滤液和洗液并入主液内。

(3) 往溶液中加入氨水至出现氢氧化物沉淀不消失止,然后小心滴加硫酸至沉淀恰好溶解,并过量 4—5 滴,冷却。

(4) 再于溶液中加入 25 毫升络合剂和 60—80 毫升氟化钠溶液(3.5%),搅拌。20 分钟后,用双层中速滤纸过滤冰晶石沉淀(铝含量低时,在溶液中几乎看不见此种沉淀,这是由于该沉淀的晶体和溶

液的折光率相近的缘故)，用氟化钠溶液（0.5%）洗涤沉淀 10—15 次，用 50—70 毫升煮沸的硼酸—盐酸混合液从滤纸上溶下沉淀，将溶液收集于原进行沉淀的烧杯中，以热水洗涤滤纸 5—6 次，将洗涤水并入同一烧杯中。

（5）于得到的溶液中加入 2—3 滴甲基红溶液（0.1%），加入氨水至指示剂由红变为黄色，然后滴加盐酸至指示剂变为粉红色，并过量 4—5 滴。

（6）加入 20 毫升 8-羟基喹啉溶液（2.5%）和 10 毫升乙酸铵溶液（20%），然后再加入 25 毫升乙酸铵溶液和 5 毫升氨水（每种试剂加入后均要充分混匀），加热至 60—70℃，并于此温度下保持 10—15 分钟，直至 8-羟基喹啉铝沉淀凝聚。

（7）沉淀于室温下放置 30 分钟。

（8）以双层快速滤纸过滤 8-羟基喹啉铝沉淀，用洗涤液洗涤沉淀 8—10 次，将滤纸和沉淀置于预先灼烧至恒重并称重的瓷坩埚中，于滤纸和沉淀上铺上 2—3 克无水草酸，烘干，在不超过 400℃ 的温度下灰化，于 1000—1100℃ 下灼烧至恒重。

同时进行试剂空白试验。

铝的百分含量按下式计算：

$$\text{Al}(\%) = \frac{[(m_1 - m_2) - (m_3 - m_4)] \times 0.5292}{m} \times 100$$

式中： m_1 ——坩埚与氧化铝的重量（克）；

m_2 ——不含氧化铝的坩埚重（克）；

m_3 ——空白试验得到的沉淀和坩埚重（克）；

m_4 ——空白试验中不含沉淀的坩埚重（克）；

m ——试样称量（克）。

6. 方法允许差

表 1—1—2

铝 含 量 (%)	允 许 差 (%)
0.1—0.5	0.02
0.5—1.0	0.04
1.0—3.0	0.06
3.0—5.0	0.10
5.0—7.0	0.20

附 记

1. ГОСТ 12357—66 汞阴极电解分离-重量法测定：试样以酸溶解，残渣去硅后，用焦硫酸钾熔融并入主液，调节溶液 pH 为 1—2，用汞阴极电解（电解电流 3—3.5A、电压 5—7 伏）至无铁(II)离子（以铁氰化钾检查）。当试样含钛、钒和锆时，则还需以铜铁试剂沉淀分离除去，以下完全照 § 1 中 5(5) 及以后步骤操作。

2. ASTM E 350、353、354—76 汞阴极电解分离，对于含钛、钒等试样以铜铁试剂分离，但羟基喹啉铝的沉淀条件及称重形式不一样。方法要点为：试样以酸溶解，残渣去硅后用硫酸氢钠熔融并入主液。用汞阴极电解、铜铁试剂和氢氧化钠分离干扰元素，最后在含过氧化氢的 pH8.0 的 50—55°C 溶液中，边搅拌边加入 8-羟基喹啉后，再加入 5 毫升氨水，继续搅拌 1 分钟，在以后 9 分钟内，每分钟搅拌 5—10 秒钟。羟基喹啉铝的沉淀于 135°C 下烘干 1.5 小时至恒重。此法适用于碳钢、低合金钢、电工用硅钢、不锈钢、耐热钢、高温合金、生铁、熟铁、铬—镍—铁合金、磁性材料及其它类似铁、镍及钴基合金中 0.20—7.0% 铝的测定。

§ 2 汞阴极电解分离—EDTA容量法 (JIS G 1224—1969)

1. 适用范围

本法适用于钢铁中 0.01% 以上铝的测定。

2. 方法要点

以高氯酸分解试样，用汞阴极电解分离铁等后，以铜铁试剂萃取分离干扰元素，加入过量 EDTA 标准溶液，调节 pH，加热使 EDTA 与铝反应完全，冷却后以二甲酚橙作指示剂，用钍标准溶液返滴定。

3. 试剂

- (1) 高氯酸 (60%)。
- (2) 高氯酸 (1+10); (1+50)。
- (3) 氢氟酸 (46%)。
- (4) 硫酸 (1+1)。
- (5) 氨水 (1+1)。
- (6) 无水碳酸钠。
- (7) 硼酸钠。
- (8) 硫氰酸钾溶液 (10%)。
- (9) 乙酸。
- (10) 铜铁试剂溶液 (6%): 用时配制。
- (11) 三氯甲烷。
- (12) 异戊醇。
- (13) 苯。

(14) EDTA 标准溶液(M/269.8): 称取 1.38 克乙二胺四乙酸二钠盐 (含两个结晶水)，用水溶解后稀释至 1000 毫升。此溶液的滴定系数按以下操作标定。

取 20.00 毫升铝标准溶液 (M/269.8) 于 300 毫升烧杯中, 加约 100 毫升水、3 毫升乙酸和氨水 (1+1), 调节 pH 值为 2.9 ± 0.1 。将溶液加热煮沸, 加 Cu-PAN 指示剂溶液 5 滴, 用 EDTA 标准溶液 (M/269.8) 滴定, 溶液由红紫色变为黄色后, 再加热煮沸, 当又出现红紫色时, 再继续用 EDTA 标准溶液 (M/269.8) 滴定, 如此反复操作, 直至滴定后煮沸不再出现红紫色为终点。由下式求出 EDTA 标准溶液 (M/269.8) 对铝标准溶液 (M/269.8) 的滴定系数。

$$F = \frac{V_1}{V_2}$$

式中: F ——EDTA 标准溶液 (M/269.8) 对铝标准溶液 (M/269.8) 的滴定系数;

V_1 ——铝标准溶液 (M/269.8) 的用量 (毫升);

V_2 ——滴定时消耗 EDTA 标准溶液 (M/269.8) 的量 (毫升)。

(15) 钍标准溶液: M/269.8, 称取 2.05 克硝酸钍 (含 4 个结晶水), 以水溶解后稀释至 1000 毫升。此溶液之滴定系数按以下操作标定:

取 20.00 毫升 EDTA 标准溶液 (M/269.8) 于 300 毫升烧杯中, 加约 100 毫升水、3 毫升乙酸及氨水 (1+1), 调节 pH 值为 2.9 ± 0.1 , 加入约 5 滴二甲酚橙溶液 (0.1%) 作指示剂, 用钍标准溶液 (M/269.8) 滴定。按下式求出钍标准溶液 (M/269.8) 对 EDTA 标准溶液 (M/269.8) 的滴定系数。

$$F = \frac{V_1}{V_2} \times F_1$$

式中: F ——钍标准溶液 (M/269.8) 对 EDTA 标准溶液 (M/269.8) 的滴定系数;

F_1 ——EDTA 标准溶液 (M/269.8) 对铝标准溶液 (M/269.8) 的滴定系数;

V_1 ——EDTA 标准溶液 (M/269.8) 的用量 (毫升);

V_2 ——滴定消耗钍标准溶液 (M/269.8) 的量 (毫升)。

(16) 铝标准溶液: M/269.8, 称取 0.1000 克铝 (99.9% 以