

钢铁与原料分析

上册

《内部发行》

钢铁冶金研究所

冶金工业出版社

727.2
5
510

钢铁与原料分析

下 册

(内部资料)

18.10.10

鞍钢钢铁研究所

一九七五年

A 544070



毛主席语录

社会主义社会是一个相当长的历史阶段。在社会主义这个历史阶段中，还存在着阶级、阶级矛盾和阶级斗争，存在着社会主义同资本主义两条道路的斗争，存在着资本主义复辟的危险性。要认识这种斗争的长期性和复杂性。要提高警惕。要进行社会主义教育。要正确理解和处理阶级矛盾和阶级斗争问题，正确区别和处理敌我矛盾和人民内部矛盾。不然的话，我们这样的社会主义国家，就会走向反面，就会变质，就会出现复辟。我们从现在起，必须年年讲，月月讲，天天讲，使我们对这个问题，有比较清醒的认识，有一条马克思列宁主义的路线。

前 言

在毛主席的革命路线指引下，经过文化大革命和批林批孔运动的战斗洗礼，我国的无产阶级专政空前巩固，社会主义事业欣欣向荣。为了适应钢铁生产的要求，进一步发展社会主义革命和社会主义建设的大好形势，遵照毛主席关于“人类总得不断地总结经验，有所发现，有所发明，有所创造，有所前进”的伟大教导，我们对内部使用的化验规程和近年来的实践经验进行整理，吸取兄弟单位的一些先进经验，并收集一些实用资料，编写了这本《钢铁与原料分析》。

这次编写时，我们采用了“三结合”编写小组和发动群众相结合的办法。从拟订提纲到最后成稿，又反复征求了群众的意见。因而，这本书是广大职工共同劳动的成果。

在指导思想，遵照毛主席关于“千万不要忘记阶级斗争”的教导，我们力求全面贯彻毛主席亲自批示的“鞍钢宪法”的基本原则，努力宣传辩证唯物论，反对形而上学、唯心论和各种资产阶级思想。但是由于我们水平有限，这本书无论在思想性还是技术上都还难免存在一些缺点和错误，诚

恳希望同志们批评、指正。

本书在编写过程中，得到了鞍钢厂内许多化验室的支持和帮助，我们在此表示感谢。

编 者

一九七五年四月

说 明

一、本书上册的分析方法代作钢铁、原料及其他岗位操作规程，供内部选用。

二、凡 例

1. 文中盐酸、硫酸、氨水……，只写“浓”而未标出配比者，均指下列浓度而言：

盐酸	约35%	(比重约1.18)
硝酸	约65%	(比重约1.40)
硫酸	约95%	(比重约1.84)
磷酸	约85%	(比重约1.70)
氟氢酸	约40%	(比重约1.13)
高氯酸	约70%	(比重约1.70)
氨水	约28%	(比重约0.90)
过氧化氢	约30%	

2. 文中只写“水”处，均指分析用纯水而言，包括离子交换水。

3. 文中只写“××溶液”而未标明溶剂者，均指水溶液而言。

4. 试剂浓度的表示方法：液体试剂一般采用体积比表示，例如“1:2 盐酸”是表示1个体积浓盐酸与2个体积水混合；“硫酸(5:95)”表示5个体积浓硫酸与95个体积水混合，而并非为5%之意。

固体试剂配制的溶液，以重量对体积的百分比表示。例如20%过硫酸铵溶液，是指取20克过硫酸铵溶于水并以

水稀成 100 毫升，或将试剂直接溶于 100 毫升水中，前者在配制浓度要求较严情况下使用；后者在一般情况下使用。

凡在“试剂”栏中未注明浓度的固体试剂，均指直接使用固体，不需配制溶液。

三、对部分名词和术语统称如下：

1. 吸收光度法中“空白溶液”，是指由试剂、环境或其它操作等因素引入的被测元素发色所得的溶液而言；对于像硅的钼蓝吸收光度法中先加草酸不使硅发色用来作测量吸收光度时的参比溶液称之为“底色溶液”，而不称“空白溶液”。“底色溶液”是为抵消试样基体中有色离子颜色的干扰而制备的参比溶液。

2. 将比色法和分光光度法通称为“吸收光度法”而不以“比色法”作通称。

对“消光值”、“光密度”等不同提法，文中统称为“吸光度”；“工作曲线”或“标准曲线”统称为“标准曲线”。

3. 化学试剂的名称除个别者外一律采用中文书写，并力求保持名称的确切性，例如“醋酸”统称为“乙酸”；“酒精”统称为“乙醇”，“氢氧化铵”统称为“氨水”等等。

为了书写和记忆方便，对部分试剂标明了缩写或简称，例如“乙二胺四乙酸二钠”简称为“EDTA”。

四、对于同一元素（或成份）的测定有两个或两个以上不同方法者，在文中将常用的主要的方法列在前面，其他方法按次序列后。

五、本书中以“注解”形式介绍了有关该方法的注意事项、试验条件、参考方法或其他必要事宜，在采用某方法之前应将分析步骤连同注解一并看完，以利操作。

目 录

第一章 钢铁分析

§ 1. 五元素的分析	1
一、碳的测定	1
1. 气体容积法	2
2. 非水滴定法	12
3. 电导法	18
4. 库伦法	23
5. 重量法	35
6. 游离碳的测定	38
二、硅的测定	39
1. 亚铁钼蓝吸收光度法	40
I. 普碳钢及低合金钢中硅的测定	42
II. 硅钢、高锰钢、高速钢、生铁中硅的测定	44
III. 不锈钢及高铬钢中硅的测定	45
IV. 低含量硅的测定	46
V. 微量硅的测定	49
2. 氟硅酸钾容量法	52
3. 重量法	56
I. 硫酸脱水法	57

II. 高氯酸脱水法	60
三、锰的测定	62
1. 亚砷酸钠—亚硝酸钠容量法	63
I. 精确法	64
II. 例行法	66
i. 钢中锰的测定	67
ii. 铁中锰的测定	67
III. 合金钢中锰的测定	67
i. 高氯酸法	69
ii. 氧化锌分离法	70
2. 亚铁容量法	70
3. 高碘酸盐吸收光度法	71
4. 过硫酸铵吸收光度法	74
5. 三价锰容量法	77
6. 三乙醇胺吸收光度法	80
四、磷的测定	81
1. 正丁醇—三氯甲烷萃取钼蓝吸收光度法	82
2. 乙醚萃取钼蓝吸收光度法	87
I. 普通钢铁及低合金钢中磷的测定	88
II. 合金钢中磷的测定	91
3. 抗坏血酸吸收光度法	92
4. 磷钼酸铵容量法	93
I. 普通钢铁中磷的测定	95
II. 合金钢中磷的测定	98
五、硫的测定	101
1. 燃烧碘量法	102

I. 常量法	102
II. 微量法	107
2. 气体发生法	112
3. 硫酸钡重量法	115
§ 2. 合金元素的分析	118
一、铝的测定	118
1. 铬天青 S 吸收光度法	121
I. 铜铁试剂分离法	121
II. 甲基异丁基酮萃取分离法	125
III. Zn-EDTA 掩蔽铁直接法	128
IV. 抗坏血酸掩蔽铁直接法	131
2. 铬菁 R 吸收光度法	133
3. EDTA 容量法	136
I. 铜试剂分离法	136
II. 强碱分离法	140
二、铜的测定	142
1. BCO 吸收光度法	143
2. 新亚铜灵吸收光度法	147
3. 铜试剂萃取吸收光度法	150
4. 碘量法	154
三、镍的测定	159
1. 丁二肟吸收光度法	160
I. 直接法	160
II. 丁二肟—三氯甲烷萃取分离法	163
2. EDTA 容量法	165
3. 丁二肟重量法	169

四、铬的测定	173
1. 亚铁容量法	175
I. 过硫酸铵法	175
II. 高氯酸法	182
2. 二苯卡巴肼吸收光度法	184
I. 直接法	184
II. 分离法	187
3. 原子吸收光度法	191
五、钼的测定	193
1. 硫氰酸盐吸收光度法	194
I. 直接法	194
II. 乙酸丁酯萃取吸收光度法	200
2. 硫代乙酰胺重量法	203
3. 安息香肟重量法	206
4. 钼酸铅重量法	211
六、钒的测定	214
1. 钼试剂—三氯甲烷萃取吸收光度法	215
2. 亚铁容量法	219
七、钛的测定	224
1. 二安替比林甲烷吸收光度法	226
2. 钼试剂—三氯甲烷萃取吸收光度法	229
八、钨的测定	232
1. 硫氰酸盐吸收光度法	233
I. 直接法	233
II. 铜铁试剂—三氯甲烷萃取分离法	237
2. 四苯砷氯酸盐萃取吸收光度法	240

3. 对苯二酚吸收光度法	243
4. 三氧化钨重量法	245
九、钴的测定	251
1. 亚硝基 R 盐吸收光度法	251
I. 直接法	251
II. 氧化锌分离法	254
2. 1-亚硝基-2-萘酚萃取吸收光度法	257
3. 重量法	259
I. 精确法	260
II. 例行法	262
十、硼的测定	263
1. 次甲基蓝-二氯乙烷萃取吸收光度法	265
2. HPTA 吸收光度法	269
3. 结晶紫-苯萃取吸收光度法	272
十一、铋的测定	274
1. 酸性铬蓝 K 吸收光度法	275
2. 二甲酚橙吸收光度法	278
3. 硝基磺酚 S 吸收光度法	281
十二、锆的测定	284
1. 偶氮胂 III 吸收光度法	285
2. 对氯苦杏仁酸沉淀-偶氮胂 III 吸收光度法	287
3. 磷酸量盐重法	292
十三、稀土的测定	294
1. 稀土总量的测定 ——偶氮胂 III 吸收光度法	297

I. 直接法	297
II. 萃取分离法	299
III. 氟化物沉淀分离法	303
IV. 铜试剂沉淀分离法	307
2. 铈的测定——过氧化氢吸收光度法	313
§ 3. 其他元素的分析	315
一、镁的测定	315
1. 铬变酸 2 R 吸收光度法	316
2. 铬黑 T 吸收光度法	316
3. EDTA 容量法	321
4. 原子吸收光度法	324
二、砷的测定——碘化砷萃取钼蓝吸收光度法	326
三、硒的测定	329
1. 3,3'-二氨基联苯胺吸收光度法	329
2. 亚硫酸—碘量法	331
四、铈的测定	334
1. 孔雀绿—苯萃取吸收光度法	334
2. 结晶紫—甲苯萃取吸收光度法	337
五、锡的测定	340
1. 茜素紫—异戊醇萃取吸收光度法	340
2. 邻苯二酚紫—甲苯萃取吸收光度法	343
六、铋的测定——马钱子碱吸收光度法	346

第二章 炉前快速分析

§ 1. 试样的加工方法	351
--------------------	-----

一、对样品的要求	351
二、设备	351
三、试样加工步骤	352
1. 炉渣	352
2. 炉前片状钢样	353
3. 炉后成品钢样	353
§ 2. 五元素的分析	354
一、碳的测定	354
1. 高速燃烧气体容积法	354
2. 半自动法	358
二、硫的测定——燃烧碘量法	362
三、硅、锰、磷的联合测定——吸收光度法	366
1. 自动分析法	366
2. 半自动分析法	386
四、硅、锰、磷的单独测定	388
1. 硅的测定——亚铁钼蓝吸收光度法	388
I. 普通钢中硅的测定	388
II. 硅钢中硅的测定	389
2. 锰的测定——过硫酸铵吸收光度法	391
3. 磷的测定——磷钼蓝吸收光度法	392
§ 3. 合金元素的分析	393
一、镍的测定——丁二肟吸收光度法	393
1. 常量法	393
2. 微量法	395
二、钼的测定——硫氰酸盐吸收光度法	396
三、铜的测定——BCO 吸收光度法	399

四、铬的测定	401
1. 二苯卡巴肼吸收光度法	401
2. 硫酸亚铁容量法	402
五、钒的测定	
——钼试剂—三氯甲烷萃取吸收光度法	404
六、铌的测定	406
1. 硫氰酸盐吸收光度法	406
2. 二甲酚橙吸收光度法	407
七、钛的测定	409
1. 钼试剂—三氯甲烷萃取吸收光度法	409
2. 变色酸吸收光度法	411
八、钨的测定——硫氰酸盐吸收光度法	412
1. 分液法	412
2. 直接法	414
§ 4. 平炉渣的分析	415
一、氧化铁、氧化钙、二氧化硅的联合测定	415
二、氧化铁的测定——重铬酸钾容量法	421
三、氧化镁的测定——EDTA 容量法	423
§ 5. 汽化水的分析	425
一、总硬度的测定——EDTA 容量法	425
二、总碱度和氯离子的测定	
——中和—沉淀容量法	427

第三章 铁合金分析

§ 1. 五元素的分析	429
-------------------	-----

一、碳的测定——气体容积法	429
二、硅的测定——氟硅酸钾容量法	430
三、锰的测定	434
1. 亚砷酸钠—亚硝酸钠容量法	434
2. 磷酸氢二钠容量法	436
3. 三价锰容量法	437
I. 硝酸铵法	437
II. 高氯酸法	439
四、磷的测定	441
1. 磷钼酸铵容量法	441
2. 乙醚萃取钼蓝吸收光度法	443
五、硫的测定——燃烧碘量法	447
§ 2. 合金元素的分析	448
一、镍的测定——EDTA 容量法	448
二、铬的测定	451
1. 过硫酸铵容量法	451
2. 碱熔直接法	454
三、钼的测定	456
1. 钼酸铅重量法	456
2. 8-羟基喹啉重量法	458
四、钒的测定——亚铁容量法	460
五、钛的测定	463
1. 硫酸高铁铵容量法	463
2. 变色酸吸收光度法	466
3. 过氧化氢吸收光度法	467
六、铝的测定	469

1. EDTA 容量法	469
2. 甲基异丁基酮萃取-EDTA 容量法	474
七、铜的测定	475
1. BCO 吸收光度法	475
2. 铜试剂萃取吸收光度法	477
八、钨的测定	480
1. EDTA 容量法	480
2. 三氧化钨重量法	482
九、硼的测定	485
1. 酸碱容量法	485
2. HPTA 吸收光度法	489
十、稀土元素的测定	490
1. 稀土总量的测定	490
I. 草酸盐重量法	490
II. EDTA 容量法	494
2. 钪的测定——偶氮胂 III 吸收光度法	497
3. 铈的测定——硫酸亚铁容量法	500
十一、铈（铈）的测定	502
1. 氨三乙酸容量法	502
2. 丹宁酸水解重量法	506
3. 铈的测定	
——结晶紫—苯萃取吸收光度法	509
4. 铈（铈）中二氧化钛的测定	
——过氧化氢吸收光度法	512
十二、锆的测定	514
1. EDTA 容量法	514