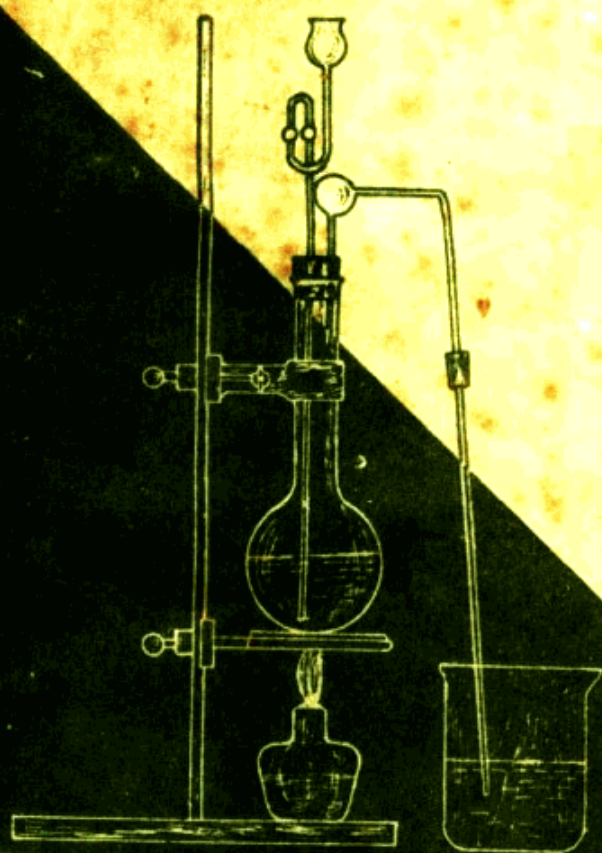


土法化验设备及操作法

河南省工業厅工礦試驗所編



前 言

根据全党全民大办工业的方针，目前我省钢铁、煤炭、水泥、化肥等工业已经在各专（市）县、乡、社星罗棋布，遍地开花的建立起来。为了适应这种新的形势，担负着鉴定地下地上资源和指导生产的化验工作也必须来一个大跃进，首先是根据工业发展的需要，将化验机构迅速地大量地在全省范围内建立起来。但是在目前县级工业资金有限，对建立洋设备的化验室，在投资上还有一定困难，特别在没有电源和设备供应不能保证的情况下，使化验室的建立受到了极大的影响。为此，工矿试验所根据化验原理不变，设备简单，操作简便，因地制宜，以土代洋的方针，研究设计试验出了一套适合县以下工业企业举办的中小型综合性及专业性的土法化验室定型设计，供各县、乡、社、厂在建立化验室时参考选用。

为了使化验室能够在各专、市、县、乡、社、厂普遍地建立起来，我们设计的原则是：因陋就简，少花钱，多办事，以土代洋，土洋结合，由小到大，从低级到高级，就地取材，就地制造，适合县县举办，遍地开花。

目的与要求是：只要求化验各生产过程及在各种产品中，能判断生产情况好坏及产品质量优劣的主要项目，而不要求作不太必要的全分析，在准确度方面，只要求一般的能指导生产、说明问题就行，不要求象一般科学研究单位所要求的那样精确。根据上述原则与目的要求，在化验设备方面的选择准则是：以尽量利用代用品和有劣不用优，用贱不用贵，以土代洋的办法，来考虑化验设备与相应的化验方法。虽在设计中已考虑了节

約原則，但各地在建立中还可“因地制宜”进一步注意节约。

这本书中包括：銅鉄、矿石及冶煉原料、水泥及水泥原料、肥料、水、煤、焦炭、矿物油等主要項目的化学分析，及所需的設備与投資。在类型上分为綜合性及專業性两种，其中綜合性是供县里建立化驗室用的，專業性是供各專業生产厂用的，因考虑到一般水、煤、矿物油的化驗不論煤矿或电厂都不可缺少，故又將这三类合在一起；又考虑到各地条件不同，譬如有些地方有电源，經济基础比較优越，又能購到电热設備，就可采用常法化驗。因此在編制上法化驗設備的同时又編制了常法化驗所需的設備与估价，列于附录中，供各單位根据实际情况选用。关于第四章操作方法部分，由于矿物油、植物油、烟、酒等化学分析变动不大，故未編入。

目 录

前 言

第一章 化驗室工作概述	(1)
第一节 化学分析的意义	(1)
第二节 常用的分析方法	(2)
第三节 化学分析的基本操作	(5)
(一) 使用分析天平的規則	(5)
(二) 試样的准备	(6)
(三) 器皿的洗滌	(7)
(四) 工作記錄	(8)
(五) 容量分析进行滴定时的事项	(9)
第四节 化驗室安全守則	(9)
第二章 土法化驗室設計規模	(12)
第一节 專業性化驗室設備能量	(12)
第二节 綜合性化驗室設備能量	(13)
第三节 化驗室位置的選擇及室內布置	(14)
第三章 土法化驗設備的設計說明	(19)
第一节 設計的根据	(19)
第二节 碎样篩分及称量設備	(19)
第三节 高温的熔样及灼燒設備	(20)
(一) 高温爐	(20)
(二) 管式燃燒爐	(21)
(三) 小型炭爐	(21)
第四节 一般低温加热及烘干設備	(27)

(一) 炭热板.....	(27)
(二) 烘干设备及蒸馏水器.....	(28)
第五节 其他设备仪器及试剂.....	(30)
第六节 土法设备的使用说明.....	(33)
第四章 土洋化验操作方法.....	(36)
第一节 炼铁原料及普通钢铁主要成分的化学 分析.....	(36)
(一) 铁矿石的分析.....	(36)
一 水分的测定.....	(36)
二 二氧化硅的测定.....	(36)
三 全铁的测定.....	(38)
四 可溶铁的测定.....	(38)
五 硫和磷的测定.....	(39)
(二) 石灰石的分析.....	(48)
(三) 焦炭分析(及焦炭灰的分析).....	(48)
(四) 钢铁的分析.....	(48)
一 关于钢铁的概述.....	(48)
二 一般规定.....	(50)
三 普通钢铁化学分析法.....	(52)
(1) 总炭量之测定	
(2) 锰量之测定	
(3) 硅量之测定	
(4) 硫量之测定	
(5) 磷量之测定	
第二节 水泥及水泥原料分析.....	(79)
(一) 粘土(及硅酸鹽)的分析.....	(79)
一 水分的测定.....	(79)

二	灼燒減量的測定	(80)
三	二氧化硅的測定	(81)
四	三氧化二鉄的測定	(82)
五	三氧化二鋁的測定	(84)
六	氧化鈣氧化鎂的測定	(87)
七	硫之測定	(91)
(二)	石灰石(白堊土)的分析	(91)
一	水分之測定	(91)
二	灼燒減量之測定	(91)
三	二氧化硅之測定	(92)
四	二三氧化物之測定	(93)
五	三氧化二鉄的測定	(94)
六	鈣、鎂之測定	(95)
七	硫之測定	(95)
(三)	石灰的分析	(96)
一	灼燒減量之測定	(96)
二	氧化鈣含量之測定	(96)
(四)	煤及煤灰的分析	(97)
(五)	水泥半成品及成品分析	(97)
第三节	鍋爐用水、煤、焦炭的分析	(97)
(一)	鍋爐用水的分析	(97)
一	全固形物之測定	(97)
二	溶解固形物之測定	(98)
三	懸浮物之測定	(98)
四	總碱量或暫硬之測定	(98)
五	總硬($\text{Ca}^{++} + \text{Mg}^{++}$)之測定	(99)
六	鈣之測定	(101)

七	鎂之測定	(103)
八	永硬、負硬和暫硬之換算法	(103)
九	硫酸鹽之測定	(104)
十	氯化物之測定	(108)
(二)	煤的分析	(110)
一	分析試樣的準備	(110)
二	分析項目	(111)
(1)	水分	
(2)	灰分	
(3)	揮發物	
(4)	硫分之測定	
(5)	固定炭	
(6)	發熱量	
(7)	磷的測定	
(三)	焦炭的分析	(120)
(四)	煤及焦炭灰分成分的分析	(121)
第四節	土制化肥及磷礦石的分析	(121)
(一)	土制化肥的分析	(121)
一	水分的測定	(121)
二	有機質之測定	(121)
三	PH 值測定	(124)
四	總鹼度之測定	(124)
五	游离酸之測定	(125)
六	全五氧化二磷的測定	(125)
七	有效五氧化二磷的測定	(128)
八	全氮量的測定	(129)
九	全鉀量的測定	(134)

- 十 有效鉀的測定……………(136)
- 十一 水溶性鉀的測定……………(138)
- (二) 磷矿石分析……………(138)
- 第五节 土法与常法化驗对照試驗記錄……………(143)
- (一) 用煤爐加热与电爐加热分析結果比較……………(143)
- (二) 用 $\frac{1}{10}$ 托盤天平与 $\frac{2}{万}$ 天平称量比較……………(145)

附录一 土法烘箱用水处理及定氮用氫氧化

- 鈉的制备……………(147)

附录二 土法化驗設備与估价……………(149)

第一节 綜合性化驗室土法化驗所需仪器藥

- 品及估价……………(149)

第二节 專業性化驗室土法化驗所需仪器藥

- 品及估价……………(162)

第三节 土法加热設備砌造所需材料人工估价……………(200)

附录三 常法化驗室設備及估价……………(203)

第一节 綜合性化驗室常法化驗仪器藥品估价……………(204)

第二节 煉鉄原料及普通鋼鉄常法化驗仪器藥品

- 估价……………(217)

第三节 水泥及水泥原料常法化驗仪器藥品

- 估价……………(225)

第四节 鍋爐用水、煤、焦炭、矿物油、常法化

- 驗仪器藥品估价……………(230)

第五节 化肥及磷矿石常法化驗仪器藥品估价……………(237)

第六节 白酒、原料、半成品常法化驗仪器藥品

- 估价……………(242)

第七节 植物油、原料、籽餅常法化驗仪器藥品

估价.....(246)

第八节 烟叶水分常法化验仪器藥品估价.....(250)

第一章 化驗室工作概述

第一节 化学分析的意义

化学分析的任务是研究分析各种物質（如鋼鐵、煤炭、肥料等）或其混合物的組成成份，通过化学分析我們可以达到两个目的：第一、可以知道某一物質是由那些东西所組成；第二、可以知道組成該物質的各种东西在数量上的比例如何。解决前一个問題的方法叫做定性分析，解决后一个問題的方法叫做定量分析（在工業上一般采用的化学分析多屬定量分析，定性分析使用較少）。例如：我們在某地發現一种矿石，不知它是否有利用价值，就可以采用定性的方法来檢驗它所含的各种成分，然后再用定量的方法檢驗其有用成分的含量，这是在發現資源方面的应用。其次，在工業生产方面我們也可根据化学分析結果来指导生产，現在以鋼鐵、冶煉和机器制造工業为例：如从矿山和采石場所采掘来的冶金原料或机器制造工厂所消耗和制造的許多材料（如矿石、助熔剂、耐火材料、矿渣、焦炭、鋼鐵、鉄合金等）都必須合乎一定的質量标准才能夠使用，也就是說它們必須达到一定的工業規格，否則就要出現廢品，造成严重的浪費。这就需要用化学分析的方法来鉴定它們的規格。所以化学分析不論是建厂設計或正常生产都是一个必不可少的組成部分。因为，在整个生产过程中它可以及时預告所必須采取的某种措施，因此它就和国民經济各部門之間紧密的联系着，对工农業的發展也起着重要的作用。

第二节 常用的分析方法

在这里只是輪廓的介紹一下化学分析的概念，目的是使大家对化学分析有一个粗略的了解，并不是詳細具体的介紹各种东西如鋼鉄、煤炭、肥料、水泥及水泥原料等主要化学分析的操作（詳細操作手續請參看第五章），現仅將化学分析的方法概括介紹如下：

定性分析是根据每种东西（元素）都有它自己的特性（譬如磁鉄矿具有磁性能被吸鉄石吸引，含水硫酸銅呈天藍色等），根据这些特性人們就可以加以識別。在这个过程中所采用的使每种东西（元素）呈現出其特性的方法叫做定性分析，一般說来有干法与湿法两种：

一、干法：是利用各种物質燒到高温时所呈現的不同顏色而加以判断的，例如：鋇的矿石当強烈鍛燒时火焰呈黃綠色，鉀的火焰呈紫色，鈉的火焰呈黃色等。

二、湿法：把需要檢驗的物質，預先用水、鹽酸、硝酸、王水（3 体积濃鹽酸和 1 体积濃硝酸的混合物）或其他試藥进行溶化（溶解），然后加入一定的藥品，使被檢驗的物質呈現特殊現象，而能夠加以識別的方法叫做湿法。例如：硫酸鹽的酸性溶液遇到鋇鹽就發生硫酸鋇的白色沉淀，鉄鹽的溶液加入硫氰化鉀就生成鮮艳的深紅色，銅鹽的溶液加入氫氧化銨即呈深藍色等。

根据以上这些特殊現象，我們就可檢查出在不同的东西（物質）中都含有什么。不过在这里需要說明的是有不少物質在加入某一种藥品时都会呈現同一种現象，这时就需要再加入另一种藥品来檢驗它。

定量分析的原理是和定性分析一样的，其不同点是它不但

在欲檢驗的物質溶液中加入某種試藥使呈現某種特殊現象，而還要更進一步的知道究竟其中含有多少此種物質（表示的方法通常是以百分數表示），如在前面說的硫酸鹽的酸性溶液遇到鋇鹽就要發生白色沉淀，那我們就可以利用硫酸根的此種特性加入過量的鋇鹽溶液，使所有的硫酸根都生成硫酸鋇的沉淀，然後將此沉淀過濾在濾紙上放在高溫爐中灼燒，最後在天平上稱出硫酸鋇的重量，即可計算出硫酸根的含量。通常定量分析多採用以下幾類方法：

一、重量法：這類方法是利用由被測定的物質，在加入某種藥品時，能夠生成不溶化的化合物的特性（如銀的溶液加入氯化鈉能生成氯化銀的沉淀，硫酸鹽的酸性溶液加入鋇鹽溶液能生成硫酸鋇的沉淀）使其與其他物質分離而在分析天平上稱得其重量，重量分析法一般有以下几个步驟：

稱取均勻的粉碎試樣 $\xrightarrow[\text{有時亦用熔劑}]{\text{加鹽酸硝酸等}}$ 溶解 $\xrightarrow[\text{藥品}]{\text{加入能與測定的物質生成沉淀的}}$

沉淀 $\xrightarrow[\text{水或其他溶液洗滌}]{\text{過濾用蒸餾}}$ 過濾洗滌 $\xrightarrow[\text{燒到重量不變}]{\text{在高溫}}$ 灼燒沉

淀 $\rightarrow$ 冷卻 $\xrightarrow[\text{稱}]{\text{在分析天平上}}$ 稱出沉淀的重量 $\xrightarrow[\text{組成}]{\text{根據沉淀}}$ 計算測

定物質百分含量。

例如我們要測定石灰石中氧化鈣（石灰）的含量，首先把它磨碎過羅（篩）稱取一定重量（0.5~1克），在燒杯中加鹽酸溶解過濾除去不溶雜質，加氨水使濾液成鹼性後，加入過量的草酸銨溶液，使鈣生成草酸鈣而沉淀，將此沉淀在定量濾紙上過濾并用稀氨水洗滌，最後將濾紙上的沉淀在900~1,000°C的高溫爐中燒到重量不變（約1~1.5小時），取出放冷在天平上

称其重量，即可求得氧化鈣的含量。

二、容量法：这类方法是在被測定物質的溶液中，加入某种試藥，使其相互發生作用，并且在有指示剂存在或有色試剂的情况下，当被測定物質与加入的試藥作用完了时，指示剂就会呈現不同的顏色，这样就表示欲測定的物質已完全与加入的試藥起了作用，这时就可停止加入試藥，然后，根据已知濃度試藥的用量即可計算出被測物質的含量。例如：用已知濃度的高錳酸鉀溶液測定鉄，当逐滴加入高錳酸鉀溶液时，亞鉄离子就逐步的被高錳酸鉀氧化，当所有的亞鉄都被氧化成高鉄时，在滴定的溶液中就呈現出鮮明的紫色，这表明已經作用完畢，即可停止加入高錳酸鉀，然后根据高錳酸鉀的用量就可計算出鉄的百分含量。又如欲測定石灰中有効石灰的含量，就是称取一定量（2~5克）石灰在容量瓶中加蒸餾水將其溶解，吸取上部澄清溶液加入酚酞指示剂，此时因有石灰存在，就呈現鮮明的紅色，然后用已知濃度的鹽酸滴定，当石灰被滴完后，紅色就完全退去，这时根据鹽酸的用量就可計算出有效石灰的含量。容量分析法一般分为中和（酸碱滴定）法与氧化还原（电子得失）法兩大类。其大致步驟如下：

称取試样→制备基本溶液→用已知濃度的标准溶液进行滴定→根据标准溶液消耗量进行計算百分含量。

在制备基本溶液的步驟中，一般采用的手續与重量法基本相同，有时还要濾除不需要的雜質，不过这时要的不是濾紙上的沉淀物而是通过濾紙的溶液，并且在这一过程中都要經過將濾液濃縮或冲稀到一定体积再吸取一部分来进行滴定等手續。另外，标准溶液系某种試藥配成溶液后利用純試藥进行标定而求出一定濃度的溶液。

三、比色法：此法的原理是在被測定物質的溶液中加入一

定量的試藥，使被測定的物質與加入的試藥產生顏色，然後根據顏色的深淺與已知含量的標準色進行比較，即可求得被測物質的含量。這類方法的根據是被測物質的含量愈高，它所呈現的顏色也愈深，反過來含量愈低，所呈的顏色也愈淺，如一點沒有則根本不顯顏色。

例如：在含鐵的溶液中加入硫氰化鉍即呈現硫氰化鐵的深紅色，此時與已知鐵含量而顏色深度相似的標準色進行比較，即可求得鐵的百分含量。

一般來說，以上三類分析方法中以比色法為最快，容量法次之，重量法又次之。除此之外還有電化學分析法，氣體容量分析法，光譜分析法，因在目前縣以下的化驗室中還不能普遍應用，故暫不介紹。

第三節 化學分析的基本操作

（一）使用分析天平的規則

一、在安裝天平時，必須預先仔細閱讀天平的說明書。天平零件小心用干燥、清潔的軟布擦淨。

二、在每次稱量前要檢查天平的狀況，要用軟毛刷拭去盤上的塵埃並確定未載重時天平的平衡位置（即確定零點）。

三、不允許對未休止的天平作任何接觸，要預先休止天平，然後，將被稱物品和砝碼放在天平盤上或自盤上取下。

四、放下升降樞紐應緩慢小心，並且不要移動天平的位置。

五、不要把濕的或髒的物品放在天平中，不要把任何東西撒在或倒在天平內部。

六、不准將被稱的試藥或其他物品直接放在天平盤上，同時也尽量不要在一張紙上稱物品，而必須放在坩鍋、稱瓶、表玻璃上。

七、吸湿性物質以及流体，特別是能放出腐蝕性蒸汽的流体，必須在密蓋的器皿中稱量。

八、不要把热的或过冷的物品在天平內稱，被稱物品應該接近天平的溫度，為此要將它們在天平旁的干燥器中放置二十分鐘。

九、勿用手指接觸天平，砝碼或游碼應該用特別的有角質尖頭的鑷子放置或取下。

十、不要弄亂砝碼，必須將每一砝碼放在專門放它的匣孔中。

十一、在整个分析过程中，要用同一架天平稱量，同时在稱量時要用同一套砝碼。

十二、在稱量時一定要避免天平盤的擺動。

十三、稱量結果的記錄應根據匣中空位求出來，然後當砝碼放回原位時再把所記錄的數字校對一遍。

十四、稱量完畢後，應當檢驗天平是否托住，門是否關好，游碼是否自梁上取去而掛在鈎上。

(二) 試樣的準備

在分析時，我們所要求得的通常是很大量的物質（例如幾十噸或幾百噸）的平均組成，但我們通常分析時所取的試樣只是十分之幾克，使這樣一點試樣的組成，恰好代表全部的大量物質的平均組成，是絕對必要的。因此，在試驗之先，必須把試樣仔細混合均勻，使所採取的少量平均試樣真正具有所分析的大量物質的代表性，否則，分析結果是沒有意義的，故必須作好採取試樣工作。

一、原始平均試樣的選取：

原始平均試樣的選取，可以在原料或成品半成品裝卸或出鑪時進行，在不同的部位（四角、中心、上層、底部）各取一

部分以便能代表大批的样品。至于原始试样之选取量与被测物质的大小有关。如矿石的块愈大，分析的材料成分愈不均匀，则欲测成份分布不均匀，而含量愈高时，则原始平均试料的数量，也必须愈大，这些因素的关系，可以下式表示：

$$Q = K \cdot d^2$$

式中：Q = 试料公斤数 d = 颗粒直径（毫米） K = 系数（根据矿石中有效成分含量，富矿K = 22，贫矿K = 0.25）

二、试料的缩分：

将较大的块砸碎堆成金字塔形，再将顶尖摊平，成半截金字塔形体，然后以交叉对角线，将样体分为四等分，棄去对顶角的两份。如此将试料缩分到5公斤左右，再继续砸碎，继续如前法缩分到约100~200克。

三、实验室样品的磨细：

将上述缩分后之样品在磁或铁乳钵中研细，全部通过细铜丝罗底（如有铜筛可通过100~150筛目，如硬锰矿可通过150，铁矿、软锰矿可通过120，一般水泥原料可通过100）或者用手指捻磨感不到粗粒的存在，即表示已达要求细度（因为不论酸溶或碱溶都与样品细度有极大关系，如在熔融样品时时间过长或熔融不好，这表示样品细度不够，需再磨细）。装入小广口瓶或纸袋中以备分析。

（三）器皿的洗涤

器皿一定要保持清洁，最好是每次作完试验时，立刻洗净。一般都是先用井水和刷子刷洗，或者把几片剪碎的纸屑放在器皿内的水里摇动，然后用井水和少量蒸馏水先后洗几遍，在器皿沾有油污不易洗净的情况下，可用下面任何一种溶液来洗涤。

一、热肥皂溶液。

二、含有少量高錳酸鉀的濃硫酸。

三、鹼性高錳酸鉀溶液。

四、熱的濃氫氧化鈉溶液（主要洗滌油污設備）。

五、鉻酸混合液（50克工業重鉻酸鉀溶于100毫升熱水中，冷卻後以濃硫酸稀釋至一升，如有細小粉末狀重鉻酸鉀，可以一開始就溶解于硫酸里）。

大多數不溶于水的無機物質都可以用少量粗鹽酸洗去。其他的溶液並不常用。灼燒過沉淀的瓷坩堝，可用熱鹽酸（1：1）洗滌，然後用鉻酸混合液和水洗滌，此時常常不能除去塗于坩堝底部的沉淀（例如、三氧化二鐵、氧化銅），因為他們已與瓷釉熔合，但這些坩堝在分析上仍舊可以使用。

需要特別注意的是，像鎳坩堝或鐵坩堝一定不要在鉻酸混合液內洗滌，而鎳坩堝通常也只是在稀鹽酸中洗滌少許時間，（因稀鹽酸也能腐蝕鎳坩堝）一般洗滌以後，容器的內壁應當均勻的被水濕潤，而不帶有水珠。

（四）工作記錄

工作記錄是工作結果的最終表現，所以必須對紀錄加以最大的注意，絕對不許可記錄在紙片或紙條上，而應該有專門的筆記本，並且要記詳細，使別人一看就一目了然。現將煤中含硫的重量測定記錄示范如下：

煤中含硫量的測定：

一、分析提要：以碳酸鈉、氧化鎂熔融，浸取液過濾酸化後以二氯化鉍沉淀，過濾、灼燒、冷卻、稱重。

二、數據：煤樣 + 坩堝重……………7.2437克

空 坩 堝 重……………6.2284克

煤 樣 重 量……………1.0153克

坩堝加硫酸鉍重……………5.5241克