

鋼鐵及鋼渣 迅速分析法



耀 天 譯

東北工業出版社出版

鋼鐵及鋼渣迅速分析法

日本振興學會 原著

王 耀 天 譯

邵 象 華 審校
劉 榮 藻

撫順礦務局編譯委員會 編印

東北工業出版社 出版

譯 者 的 話

原書是條文式的章程，其中有些章條是不必要的，在譯文裏已經把它刪掉。

原書以每種成分的分析法爲一章，在譯文裏略加歸納，分成上下兩篇，並以「普通元素」「鹼性鋼渣」「酸性鋼渣」爲界分成四章，每種元素的分析法作爲一節，外加熔鋼及熔渣的取樣法各一章，共六章二十九節。又原書排列在最後的鋼鐵中矽第二分析法，爲便於查閱起見，移到第二章中，即矽第一分析法之後。再者原書鹼性鋼渣矽酸分析法共載兩法，譯文中乃將此兩法分作兩節。

少數稀見元素或化學藥品名稱，及在國內尚無統一譯名的化學藥品或儀器名稱等均加註原文或分子式以資識別。

爲便於閱讀起見，度量衡數字統一用公制。原書中的各分析法決定年月，也附在每節之前，供作參攷。

譯者是不懂化學的，譯起化學分析的書籍是吃力不討好的，幸經劉榮藻，邵象華兩工程師細心審校後免於大錯，還請讀者們予以指導或批評。

1950年7月 王耀天

上 篇

鋼 鐵 成 分 分 析

下 篇

鋼 渣 分 析

鋼鐵及鋼渣迅速分析法

目 錄

上篇 鋼鐵成分分析

第一章 取 樣

第一節 迅速分析用熔鋼取樣法	(1)
----------------------	-----

第二章 普通元素迅速分析法

第二節 碳	(2)
-------------	-----

第三節 矽 (第一法)	(5)
-------------------	-----

第四節 矽 (第二法)	(8)
-------------------	-----

第五節 錳	(10)
-------------	------

第六節 磷	(12)
-------------	------

第七節 硫	(14)
-------------	------

第八節 氧	(17)
-------------	------

第三章 合金元素迅速分析法

第九節 銅	(20)
-------------	------

第十節 鋁	(22)
-------------	------

第十一節 鉻	(25)
--------------	------

第十二節 鎢	(27)
--------------	------

第十三節 鉬	(29)
--------------	------

下篇 鋼渣分析

第四章 取 樣

第十四節 迅速分析用熔渣的取樣法	(31)
------------------------	------

第十五節 分析試樣之準備(31)

第五章 鹼性鋼渣迅速分析法

第十六節 總鐵量(33)

第十七節 氧化低鐵(34)

第十八節 氧化高鐵(35)

第十九節 二氧化矽(矽酸)(第一法)(35)

第二十節 二化氧矽(矽酸)(第二法)(37)

第二十一節 氧化錳(38)

第二十二節 氧化鈣(生石灰)(39)

第二十三節 氧化鎂(41)

第二十四節 氟化鈣(42)

第二十五節 磷化鈣(44)

第六章 酸性鋼渣迅速分析法

第二十六節 氧化鐵(47)

第二十七節 二氧化矽(矽酸)(48)

第二十八節 氧化錳(50)

第二十九節 氧化鈣(生石灰)(52)

第一章 取樣 (1943. 5. 1決定)

第一節 迅速分析用熔鋼取樣法

用適當的取樣杓汲出熔鋼一杓，立即從高約一公尺處滴進鐵製容器（參看第 2 頁附圖一）中，拾取容器中飛散冷却的小片作為試樣。

附註：

1. 試樣應選擇不附有鋼渣，或用適當法除掉鋼渣的小片。
2. 用此法採取試樣所需時間約一分鐘。

第二章 普通元素迅速分析法

第二節 碳 (1942. 5. 27決定)

甲 分析要領：

將試樣在氧氣氣流中加熱燃燒，使之變成二氧化碳 (CO_2)，和氧氣一同吸收在氣體量管 (Gas burette) 測量全部氣體的容積，然後將二氧化碳吸收出去，再測量所餘氣體的容積，根據前後容積之差，求出碳量。

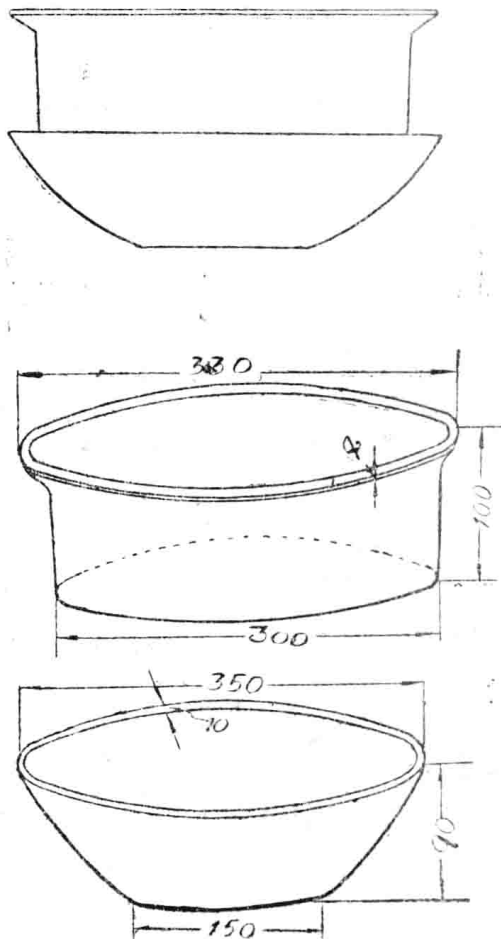
乙 裝置 (參看第 4 頁附圖 2)

1. 氧氣清淨裝置及二氧化碳 (CO_2) 吸收液

這個裝置用以除去氧氣中所含的二氧化碳及有機氣體，並使他潔淨，適宜的使用鉻酸飽和硫酸（硫酸比重 1.82），苛性鉀溶液（33%），蘇打石灰 (Sodalime) 等作清淨劑。

2. 燃燒爐：

附圖1. 採取熔鋼試樣用的鐵製容器 (單位mm)



燃燒爐使用直徑約3cm，長20~25cm的管狀電爐，在中部約10cm處，須保持一定溫度。在爐中插入一磁製燃燒管（直徑約2cm），兩端突出爐外約10cm，又在插入管中的磁製坩堝後方，相當於爐端附近地方用石棉填塞數公分。

3. 氣體分析裝置，由下列各器組成。

冷却燃燒爐放出的氧氣及二氧化碳用的冷却管(C)；裝有微酸性（混有硫酸）食鹽溶液(26%)的量管(D)；水準瓶(E)；測定量管內氣體溫度的溫度計(F)；及裝有苛性鉀溶液(83%)的二氧化碳吸收瓶(G)。

丙 操作方法；

將上述各部裝置連結起來後，通電使燃燒管溫度昇到 $1000^{\circ}\text{C}\sim 1100^{\circ}\text{C}$ ，除掉量管及二氧化碳吸收瓶中的氣體，使溶液上昇到標線處，閉好開閉栓(A)。

稱試料1g於磁製坩堝中（但坩堝須先經灼燒，除去所含有機物等。），加紅鉛（Red lead）約1g充分混合後，插入已經高熱的燃燒管中部，立即嚴密加栓，通入氧氣放置1—2分鐘，燃燒管內的溫度達到一定程度後，打開開閉栓(A)和(B)，將從燃燒管中放出的二氧化碳及氧的混合氣體導入量管(D)中，這時須送出足以在9—10秒鐘捕集約20c.c.混合氣體的氧氣進入量管(D)中。待混合氣體接近量管(D)刻度的最下部時，停止送氧氣，閉上開閉栓(A)和(B)，放置約1分鐘測量混合氣體的容積。然後打開開閉栓(B)，把量管(D)內的混合氣體送進二氧化碳吸收瓶(G)內，吸收完二氧化碳後，再把所餘氣體送還量管(D)中，放置約1分鐘，測量所餘氣體的容積。這樣反覆操作兩三回，到確定二氧化碳全被吸收為止。所減去的容積即為二氧化碳，用下式求碳量：

$$V_0 = \frac{V(B-b)273}{760(273+t)}$$

$$\frac{V_0 \times 0.001977 - 27.27}{\text{試樣重(g)}} = \text{碳}\%$$

註：V = 所量得二氧化碳的容積(c.c.)；

B = 氣壓 (mm 水銀柱)；

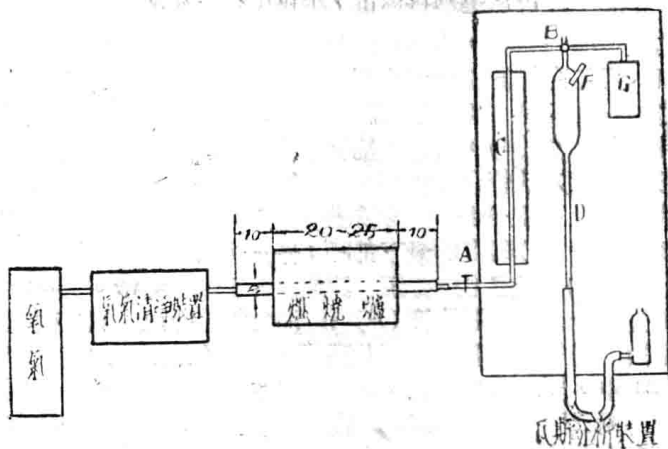
t = 量管內氣體的溫度 (°C)；

b = 在 t°C 時食鹽容液 (26%) 的蒸氣壓，約相當於在 t°C 時蒸氣壓的 4/5 (mm 水銀柱)。

附註：

1. 試樣上若附着油類時，須先用酒精及乙醚 (Ether) 洗淨後焙乾。
2. 分析含硫黃多的試樣時，向燃燒管中所填塞的石

附圖 2 鋼鐵中碳迅速分析裝置



棉，應以白金石棉或氧化鐵石棉代替。

3. 試樣中若不混合紅鉛，燃燒溫度須昇到 1100°C ~ 1200°C

4. 紅鉛1g的空白試驗，須在0.2cc以下。

5. 操作後須檢查試料是否已完全被氧化。

6. 往量管中所裝的食鹽溶液(26%)，須加甲基紅液(Methyl red liquor)，並滴加硫酸，直到呈酸性反應為止。

7. 因橡皮管有吸收二氧化碳的可能，所以各裝置的接合部均用玻璃管，使其兩端密接，外面用橡皮管保護。

8. 求碳量時，可利用附表 I 或附表 II

9. 用此法分析所需時間如下表：

操 作	所 需 時 間 (分)
秤 量 試 樣	1
燃 燒	3~5
吸收二 氧 化 碳	2~3
計 算	1
計	7—10

第三節 矽 (第一法) (1941.7.26決定)

甲 分析要領：

用鹽酸及少量硝酸加熱分解試樣，將溶液蒸發後稀釋，移裝遠心分離機的離心管中迴轉之。使矽酸沉澱，根據其容積推定矽量。

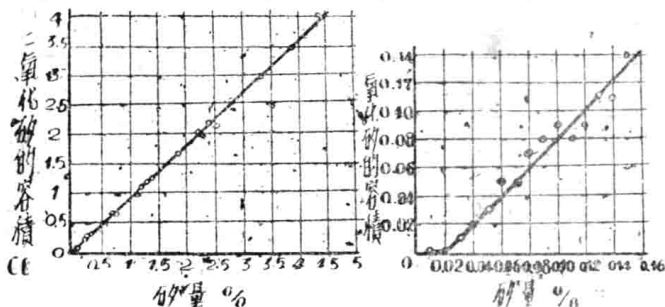
乙 試 樣

用適宜方法從鐵或鋼塊上，採取易溶於酸的小片作為試樣，取樣量為1g，

丙 操作方法；

用杓皿(Casserole)秤取試樣，加鹽酸(1:1)約10c.c. 加熱，待大部分分解時，加硝酸(比重1.24)約 1c.c. 使之完全分解，待充分發生鹽酸氣後，加鹽酸(比重1.18)約 5c.c. 蒸發到將近乾涸程度，再加鹽酸(1:1)約 5c.c. 及水約15c.c.，稍加熱溶解之。將此溶液裝入遠心分離機的離心管裡迴轉片刻，使矽酸沉澱測量其容積。根據矽酸容積與含矽量關係曲線(附圖3)判定矽量。

附圖3 二氧化矽容積與矽量的關係曲線。



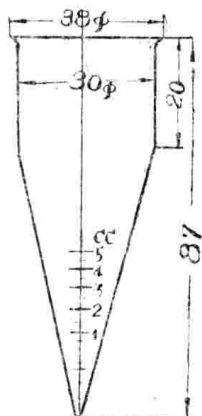
附註：

1. 分析前首先用已知含矽量的試料作一次實驗，將

用遠心分離機測量的結果，和已知砒量作成關係曲線圖（如附圖3），用此圖推定試樣的含砒量。所用的遠心分離機，最少須每分鐘轉1000次以上。

2. 離心管（如附圖4）須附有能量出沉澱容積的刻度。

附圖4 圓錐形容器（單位mm）



3. 用此法分析所需時間如下表：

操 作	所 需 時 間 (分)
秤 取 試 樣	0.5
從分解試樣蒸發溶解到裝進離心管	12~16

遠 心 分 離	從開動到1000迴轉	1
	保持 1000 迴轉	1
	從停止通電到靜止	1
看沉澱的容積，根據曲線推定矽量		0.5
計		16~20

4. 根據試樣的種類，也可用下法操作；

取試料放坩堝中，加過氯酸（60%）約 20c.c.，硝酸（比重1.24）約2c.c. 及鹽酸（比重1.18）約 2c.c. 加熱分解，蒸發到發生白煙，然後加少量水稀釋，將此稀釋液移裝遠心分離機的離心管中，以後按本節丙項操作法處理，判定矽量。所須時間約10—15分鐘。

第四節 矽（第二法）（1943.9.27定決）

甲 分析要領：

用硝酸處理分解試樣，加氯化氫酸及氯化鉀，使矽氯化鉀沉澱過濾後用苛性鈉標準液測定。

乙 操作方法：

秤試樣3g放坩堝中，加硝酸(1:1) 約60c.c. 加熱分解後，加氯化鉀約1g，煮沸約5分鐘，將膠狀分散的碳，氧化分解，用冷水使之冷卻後，用少許冷水將溶液洗在白金皿中，加氯化鉀約5g，及氯化氫酸(40%)約10c.c. 攪拌，使矽氯化鉀沉澱。加少許紙漿再攪拌後，用冷水冷卻數分鐘，使沉澱沉降。

用過濾圓錐施行吸引過濾，再用氯化鉀溶液(20%)洗滌約10回後，將沉澱物與濾紙同放入圓錐燒瓶中，加溫水

約50c.c.，劇烈振盪，使濾紙破壞，加酚酞 (Phenolphthalein) 溶液 3—4 滴，用N/5 苛性鉀標準液測定，用下式求矽量。

$$\frac{\text{N/5 苛性鉀標準液使用量 (cc)} \times 0.14}{\text{試樣重 (g)}} = \text{矽}\%$$

附註

1. 含矽量特多或特少的鋼鐵，所用分析試樣要適宜的增減其量。

2. 用硝酸(1:1)難以溶解的試樣，可在約60c.c. 硫酸(1:4)中溶解之，在生成沉澱時加入約 5c.c. 的酒精，使其徹底沉澱。

3. 用此法分析前，須用同法作一次空白試驗，校正所得結果。

4. 生成矽氟化鉀沉澱時，也可用電木 (Eahelite) 或硬橡皮 (Ebonite) 皿代替白金皿。

5. 氟化氫酸的調製法：

在氟化氫酸(40%) 約 100c.c. 中，加氯化鉀約10g，攪拌後靜置 1 夜過濾，使用其濾液。

6. 吸收過濾時，可用布片或硬質濾紙等代替過濾用圓錐。

7. N/5 苛性鉀標準液的調製法；

取苛性鉀8g溶解於約 500c.c. 的水中，加氫氧化鉀飽和溶液約 2c.c. 後加水，稀釋成 1 公升 (litre)。以標準液為N/5 以酚酞為指示劑，用安息香酸檢定之。

8. 酚酞溶液的調製法；

取酚酞約1g，溶於約500c.c. 酒精(90%)中。

9. 用此法分析所須時間如下表；

操 作	所 需 時 間 (分)
稱 量 試 樣	1
分 解	3
氧 化	5
冷 却、生 成 沉 澱	3
靜 置、冷 却	5
吸 引 過 濾	3
溶 解 沉 澱、測 定	3
計	23

第五節 錳 (1942. 5. 27 決定)

甲. 分析要領：

用硝酸分解試樣，加硝酸銀作觸媒，再加過硫酸銨煮沸，使錳成為過錳酸，冷卻後用亞砷酸鈉標準液滴定之。

乙. 操作方法

稱試樣0.2g於圓錐燒瓶中，加硝酸(1:1)約30c.c.加熱分解，並繼續加熱片刻，驅除亞硝酸的煙，加溫水約50c.c.稀釋之，加硝酸銀溶液(0.5%)約10c.c.然後加過硫酸銨溶液(20%)約10c.c.，繼續加熱煮沸約1分鐘，使錳成為過錳酸。

加冷水稀釋至約150c.c.後，用冷水使溶液溫度降至室溫以下，立即用亞砷酸鈉標準液迅速滴定，用下式求錳