

钢铁化学分析

(内部资料)

湖南省涟源钢铁厂

一九七一年

钢铁化学分析

· 内部资料 ·

连钢中心试验室编

毛主席语录

鼓足干劲，力争上游，多快好省地建设社会主义。

坚持政治挂帅，加强党的领导，大搞群众运动，实行两参一改三结合，大搞技术革新和技术革命。

我们不能走世界各国技术发展的老路，跟在别人后面一步一步地爬行。我们必须打破常规，尽量采用先进技术，在一个不太长的历史时期内，把我国建设成为一个社会主义的现代化的强国。

要认真总结经验。

前 言

遵照伟大领袖毛主席关于“**要认真总结经验**”的教导。我们以1967年编写的《化学分析操作规程》为基础，吸取了几年来实际工作的经验和兄弟厂矿的先进技术，编成了“钢铁化学分析”及“钢铁厂原材料化学分析法”(后者将在另一册中予以介绍)，以适应我厂生产发展的需要。

本规程分三章及一附录。第一章总则：叙述了钢铁的基本知识、取样、制样和基本操作法。第二章钢铁分析法：叙述了钢中碳、硅、锰、磷、硫、硼、钛、稀土等十七个元素的分析原理、方法。第三章溶液的配制：叙述了标准溶液的配制及标定方法。在附录中我们收集了原子量表、定碳系数表、换算因数表等，以供参考。

本规程是集体汇总编成的。在编写时，虽然注意到增加基本知识和联系实际，但由于水平所限，谬误之处在所难免，我们诚恳地希望分析工作者，随时提出批评和指正。

连 钢 中 心 试 验 室

1 9 7 1 年 3 月

目 录

第一章 总 则	1
一、概 论	1
二、试样的采取	3
三、试样的制备	4
四、操作基础	4
五、试验室安全 规 程	13
六、仪器使用	18
第二章 钢铁分析	21
一、碳的测定	21
I 总碳量的测定	
气体容量法	22
II 游离碳的测定	37
二、硫的测定	38
燃烧碘量法	39
三、低碳钢碳硫联合测定	45
I 气体容量法定碳——碘量法定硫	45
II 电导法定碳——碘量法定硫	47
III 非水滴定法定碳——碘量法定硫	52
四、硅的测定	56
I 硫酸——硝酸重量法	56
II 硅钼兰比色法	62
III 生铁中硅的测定	
硅钼兰比色法	69

IV 硅的高速测定	71
五、锰的测定	73
I 过硫酸铵银盐	
亚砷酸钠——亚硝酸钠容量法	73
II 过硫酸铵银盐	
亚砷酸钠法	81
III 高锰钢中锰的测定	
氯酸钾三价锰法	86
六、磷的测定	90
I 酸碱中和容量法	90
II 目视比色法	98
III 低合金钢中间磷的高速测定	
氟化钠——氯化亚锡比色法	106
七、硅、锰、磷高速测定	109
I 普碳钢中磷、硅、锰三元素高速分析	109
II 生铁中硅、锰、磷快速分析	112
III 生铁中硅、锰、磷高速分析	114
八、镍的测定	116
I 氰化钾容量法	116
II 丁二肟比色法	121
甲 碘作氧化剂	121
乙 过硫酸铵作氧化剂	125
III 高速法	128
甲 残余镍高速分析	128
乙 低镍高速测定	131
丙 高镍高速测定	132
九、铬的测定	133
I 过硫酸铵银盐法	134

II	高锰酸钾氧化法	141
III	过氯酸法	144
IV	钢中残余铬的测定	
	二苯偕肼比色法	147
十、	普通钢中锰铬连续测定	150
	过硫酸铵——亚砷酸钠法	150
十一、	铜的测定	154
I	铜试剂比色法	154
II	铜的高速分析	
	琥珀乙酮乙二酰双脘比色法	157
十二、	普碳钢及低合金钢中镍铬铜高速分析	159
十三、	钼的测定	162
I	硫氰酸盐比色法	163
II	钼的高速分析	167
十四、	钨的测定	168
I	辛可宁重量法	168
II	碱滴定容量法	174
III	硫氰酸盐比色法	178
十五、	钒的测定	182
I	高锰酸钾容量法	182
II	钒的快速测定	
	过氯酸法	189
十六、	硼的测定	191
I	1,2-二氯乙烷萃取比色法	192
II	结晶紫苯萃取比色法	197
十七、	钛的测定	200
I	变色酸法	200
II	钛的高速分析	204

十八、铝的测定	205
I 铝试剂比色法	205
II EDTA容量法	207
甲 铜试剂分离法	207
乙 苯甲酸铵分离法 (适用含锰量大于2%)	211
III 钢中低铝的测定	
铬天青 S 比色法	214
十九、砷的测定	216
卑磷酸盐比色法	217
二十、钴的测定	221
亚硝基红盐比色法	221
二十一、铸铁、球墨铸铁、普通钢中稀土总量的测定	225
偶氮胂 III 比色法	225

第三章 标准溶液的配制

一、标准溶液的配制及标定	230
(一) 配制标准溶液须知	230
(二) 配制标准溶液的计算	231
1. 配制计算公式	231
2. 浓度标定计算公式	234
(三) 配制和标定方法	238
1. 高锰酸钾	238
2. 重铬酸钾	339
3. 碘酸钾	241
4. 碘	243
5. 硫代硫酸钠	246
6. 亚砷酸钠——亚硝酸钠	249
7. 硫酸亚铁铵	251

8. 硫酸铜	253
9. 硫酸、盐酸、硝酸	254
10. 氢氧化钾	256
11. 氰化钾	258
12. 硝酸银	259
13. EDTA	260
二、比色溶液的配制	261
(一)配制的计算公式	261
(二)换算公式	262
(三)配制方法	263
1. 硅标准溶液	263
2. 镍标准溶液	264
3. 铬标准溶液	264
4. 铜标准溶液	264
5. 钨标准溶液	265
6. 硼标准溶液	265
7. 钛标准溶液	265
8. 铝标准溶液	266
9. 钼标准溶液	266
10. 钴标准溶液	266
11. 砷标准溶液	266
三、其他试剂的配制	267
1. 钼酸铵溶液:(容量法定磷用)	267
2. 重铬酸钾、硫酸洗涤液(洗涤玻璃仪器用)	267
3. 淀粉溶液:(标定 $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 用)	268
4. N—苯代邻(位)氨基苯甲酸指示剂	268
5. 甲基橙指示剂	268

6. 二苯胺磺酸钠指示剂	268
7. 甲基红指示剂	268

附 录

附录1. 国际原子量表	269
附录2—1. 气体容量法定碳气压温度校正系数表 (水银柱高以毫米为单位)	273
附录2—2. 气体容量法定碳气压温度校正系数表 (水银柱高以毫巴为单位)	279
附录3. 毫米(mm)化为毫巴(mb)换算表	280
附录4. 毫巴(mb)化为毫米(mm)换算表	286
附录5. 各种温度时的水蒸气压	290
附录6. 常用酸和碱的近似当量浓度	290
附录7. 重量分析换算因数表	291
附录8. 容量分析的当量	292
附录9. 容量分析中标准溶液的相当量	294
附录10—1. 炉中分析误差范围表	299
附录10—2. 成品分析误差范围表	300
附录11. 常用物质及其干燥条件	302
附录12. 各种干燥剂的干燥能力	306

第一章 总 则

一 概 论

(一)钢铁冶炼的原料和钢铁中的杂质

生铁是由铁矿石、焦炭及熔剂冶炼而得，主要铁矿石为：

赤铁矿 Fe_2O_3

褐铁矿 $2\text{Fe}_2\text{O}_3 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$

磁铁矿 Fe_3O_4

菱铁矿 FeCO_3 等

冶炼后留在铁中的杂质有冶炼时所用的炭及铁矿中残留的硅、锰、磷及硫，前三个元素在一定限度以内是有益的元素，后两者是有害的元素。

钢则为熔化的炼钢生铁，在炼钢炉内，以空气或氧气、矿石在高温氧化，并加入熔剂造渣，降低硫、磷、硅等杂质，并控制碳在适当的程度，加入脱氧剂（锰铁、铝）和合金元素（如铬、镍、钼等）而成普通钢或合金钢。

钢铁中需测元素，随钢铁的种类而异，一般均需测定碳、硅、锰、磷、硫。

(二)钢铁的区别

钢铁主要的区别在于他们含碳的多少，通常含碳在 1.7% 以上称为生铁，含碳在 1.7~0.05% 者称为钢，含碳在 0.05%

以下，杂质极低的钢，常称为纯铁。

(三) 生铁与钢的种类

生铁的种类：

1. 白口生铁：或称制钢生铁，其成份特点是含硫低含硅也较低，全部碳元素都和铁化合成为碳化铁 (Fe_3C) 它有暗白的破断面，性质极硬且脆，主要用于炼钢和冷铸产品。

2. 灰口生铁：或称铸造生铁，其特点是含硅高，且其中碳大部份呈游离状态的石墨碳存在，破断面带灰色，故称灰口铁，因其硬度低，便于车削，主要用于铸件。

3. 可锻铸铁：将白口生铁进行一定方式的热处理，使它具有粒状的石墨，有比较好的塑性强度，具有延展性和韧性，可用于制造复杂强硬的铸件，表面硬化后，又可作为工具，名为可锻铸铁。

4. 球墨铸铁：在铁水中加入球化剂，使铁水浇铸后，直接得出球状石墨的铸铁，性能比可锻铸铁还好，名球墨铸铁。

钢的种类：

1. 碳素钢：其性质主要依含碳量来决定，碳含量增高时钢的硬度和强度增高，可塑性降低，难于加工。

根据含碳量又分为：

(I) 低碳钢：含碳0.05~0.15%

(II) 中碳钢：含碳0.15~0.3%

(III) 中高碳钢：含碳0.3~0.6%

(IV) 高碳钢：含碳0.6~1.4%

2. 合金钢：它的特点主要是除了普通钢中所含元素外，还含有一种或几种其他合金元素，如镍、铬、钨、钒等或含有较多的锰、硅，根据合金元素总量可分为：

(I) 低合金钢：合金元素总量 $\leq 3.0\%$

(II) 中合金钢：合金元素总量 $= 3\sim 5\%$

(III) 高合金钢：合金元素总量 $\geq 5.5\%$

二 试 样 的 采 取

(一) 液体铁水、钢水的采取

铁水流入沟中时，用长柄铁勺在流出铁水量达 $1/4$ 、 $1/2$ 、 $3/4$ 时，在铁水流中各取一次，分别倒入样模中，记上炉号，冷却后，制备分析试样。

炼钢炉炉前取样是用长柄勺直接从炉中取样，去渣后倒入特制可脱开的铸铁模中冷却制备。勺在用前必须先沾上一层炉渣，否则会熔化，取样前应将炉中钢水搅匀，因各杂质在炉中分布情况不同，上层含碳和硫较多，下层含锰较多。

取成品样是在浇注时用长柄勺将从钢包流出的钢水接取，倒入特制的铁模中冷凝取出，打上炉号、钢种送化验室。

(二) 炉前快速取样

为加速炉前取样和简化制样手续，采取手甩法制片：用长柄勺将钢水或铁水取出，立即以细流倒下，同时用一块稍烘热之钢板迅速悬空横切过去，钢板上铺一层薄片，将薄片在片样

机上直接切成小块，即可作分析试样。

三 试 样 的 制 备

将送来的试样迅速流水冷却后，必要时用砂轮除尽表面的氧化铁皮，可用高速切削钢制的，直径约为13~18毫米的麻花钻头来钻取细屑，最初5毫米深处的钻屑弃去，取其试样中间部位的钻屑。钢屑即可用作分析试样，铁屑则需把同炉号的三次取样等量混合起来，全部通过120目筛才可作分析试样(如试样发现有气孔，则应另取)。

将试样尽可能磨细的意义不仅在于试样愈细愈均匀，且试样愈细则在分析时试样就愈能迅速完全地被分解。

分析试样应装于专制的试样袋中，并注明炉号、时间。

四 操 作 基 础

(一) 操 作 须 知

1. 工作中必须集中精力，全神贯注地进行操作，仔细观察反应过程中的现象是否正常，从而保证分析结果之准确。
2. 在操作时必须严格遵守操作规程，使分析结果准确，以便正确地反映出钢的质量和保证冶炼与研究的顺利进行。
3. 试验台和室内各处应保持清洁、整齐，试剂瓶和仪器应放置一定地点，有条不紊。
4. 试剂应存放在专门的具有磨口的试剂瓶中，并应有标签，注明药品名称、浓度。受时间限制的应注明配制日期。

5. 试剂配制好之后，应保证是澄清的，否则应该过滤后使用，倒出之试剂若用不完应弃去，而不应倒回原瓶中。

6. 盛碱液之容器不宜用磨口塞，可用经碱液处理后之胶塞。

7. 试剂除特殊规定者外，应采用分析纯品或化学纯品。

8. 方法中所载之溶液系水溶液，除指明溶剂外。如10%的氯化钠溶液系指100毫升水中含有氯化钠10克。

9. 方法中所载例如1:2溶液系指盐酸（比重1.19），硫酸（比重1.84），硝酸（比重1.42）或氨水（比重0.88）1份（指体积而言）与水2份之溶液。

10. 方法中所载热水或热溶液，系温度在70~80℃。温水或温溶液，系指其温度在50~60℃。

11. 所有化学分析所使用之水均为蒸馏水。

12. 规程中所示“滴”的体积，约相当于0.05毫升。

（二）洗 涤 器 皿

1. 分析所使用之玻璃器皿，应保证清洁，洗涤之后，器皿壁不应附有水珠。

2. 使用器皿时，应用蒸馏水洗2~3次，用完之后应该洗净。

3. 沾有油垢之器皿，应以有机溶剂如乙醇等洗净。

4. 沾有脏物之器皿应以洗液洗净，洗液一般是用重铬酸钾，浓硫酸溶液（重铬酸钾10克溶于20毫升水中热溶后，稍冷，向其中倾入硫酸180毫升。）

5. 容器所沾之污物用洗液洗不净, 可用去污粉或粘土泥擦洗净, 但定硅、铝之器皿不得使用去污粉、粘土泥。

6. 使用了乙醚及氯化亚锡之器皿, 用完后, 须用稀盐酸泡洗。

(三) 制 样

1. 制样之工具必须保证清洁, 不应沾油脂及其他杂质。

2. 试样块表面之氧化铁, 应该用砂轮磨去或钻除。

3. 试样之炉号必须保证清楚, 不得磨去或钻取, 并须将试样块保存一年以上(电炉钢成品样)。

4. 钻取试样应是细薄的屑, 不得在钻取中发高热使之氧化或脱碳。

5. 试样必须钻取足够的量, 一般应该有三次全分析以上的数量。

6. 沾有油垢之试样应以苯、乙醇, 乙醚、水洗净, 干燥后才取样。

7. 捣碎和研磨工具必须先以少许样品洗净。

8. 制好之试样最好先以磁铁吸取, 装于干净的试样袋中。

9. 须粉碎的试样, 应按四分法和规定筛孔选取。

(四) 称 样

1. 称样时应端正坐于天平之正前面。

2. 用毛刷或绸布擦去天平托盘表皿上附着物。

3. 每次称样前需校正天平零点。

4. 用骨制的砝码镊子夹砝码于表皿上。
5. 用试样镊子增减试样，此时应从侧门加入或取出，不应开天平中央之门，并应使天平托盘升起，不可在托盘未升起时增减试样。
6. 称好试样之后，应记录称样重量于记录本上，并对照称样数量是否正确。
7. 残留于表皿上之试样，以毛刷刷入盛试样之容器中。
8. 启闭天平时应轻开轻闭，在最后准确称量时，应将天平关闭，以免受空气流之影响，称完后应再校正一次零点。
9. 不能将称量之物撒于天平中，尤其对天平有害之物更应注意。
10. 天平之砝码应固定，以免在重量法分析时引起称样同称沉淀物重由于使用不同之砝码产生误差。
11. 称完后将天平清扫干净，罩上天平罩。
12. 同一物体需要两次或两次以上称量时应使用同一台天平和相同之砝码。

(五) 溶 样

1. 加酸时应沿容器壁缓慢加入，以免蹦溅或冲出。
2. 若系粉末试样应先以少许水浸润以免浮于酸之表面不易作用。
3. 溶剂之浓度及加入量以及先后次序，均应严格遵守规程所示，以免试样不溶或生成挥发性气体逸出，以至造成酸度无法控制而影响分析质量。