

小钢铁的

快速化学分析

湖南省湘潭地区酒埠江钢铁厂

科学出版社

小钢铁的快速化学分析

湖南省湘潭地区酒埠江钢铁厂

科学出版社

1972

小钢铁的快速化学分析

科学出版社出版

北京朝阳门内大街 137 号

中国科学院印刷厂印刷

新华书店北京发行所发行 各地新华书店经售

*

1972 年 6 月第一版 1972 年 6 月第一次印刷

定 价: 0.15 元

毛主席语录

政治工作是一切经济工作的生命线。在社会经济制度发生根本变革的时期,尤其是这样。

鼓足干劲,力争上游,多快好省地建设社会主义。

在生产斗争和科学实验范围内,人类总是不断发展的,自然界也总是不断发展的,永远不会停止在一个水平上。因此,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。

说 明

我国钢铁工业的飞速发展对化学分析提出了新的要求。化学分析的任务是测定材料、金属、炉渣等组分的含量,配合生产进行选料、配料和控制冶炼过程的操作条件,决定材料的质量、用途等,是钢铁生产不可缺少的一个重要环节。

为了适应发展小钢铁生产的需要,结合我厂具体情况,我们组织工人、技术人员编写了这本小册子,着重介绍了一些土洋结合,简单易行的快速分析方法。但由于我们经验不足,水平有限,编写中难免有不妥之处,希望广大读者批评指正。

湖南省湘潭地区酒埠江钢铁厂

一九七一年七月

目 录

一、让化学分析准确及时地为钢铁生产服务·····	(1)
(一) 化学分析对钢铁生产的作用 ·····	(1)
(二) 实现化学分析快速法 ·····	(2)
二、快速分析在钢铁分析中的应用	
——钢铁中五元素的测定·····	(7)
(一) 钢铁试样的采取与制备 ·····	(7)
(二) 钢铁中碳的测定 ·····	(10)
(三) 钢铁中硫的测定 ·····	(24)
(四) 钢铁中硅的测定 ·····	(30)
(五) 钢铁中锰的测定 ·····	(32)
(六) 钢铁中磷的测定 ·····	(36)
三、钢铁的原材料分析·····	(39)
(一) 试样的制备 ·····	(39)
(二) EDTA 的基本原理·····	(39)
(三) EDTA 在原材料中的应用·····	(43)
1. 铁矿石的分析 ·····	(43)
2. 白云石、石灰石的分析 ·····	(52)
3. 炉渣的分析 ·····	(56)
4. 煤焦的分析 ·····	(59)
5. 高炉煤气的分析 ·····	(62)
四、自力更生搞革命 土洋结合破难关·····	(66)

一、讓化学分析准确及时地 为钢铁生产服务

(一) 化学分析对鋼鐵生产的作用

在伟大领袖毛主席“一个粮食、一个钢铁，有了这两个东西就什么都好办了”的伟大号召下，在党的建设社会主义总路线的指引下，我国钢铁生产有了很大发展，特别是经过伟大的无产阶级文化大革命的战斗洗礼，钢铁战线的广大工人群众，高举毛泽东思想伟大红旗，以“鞍钢宪法”为指针，以大庆为榜样，坚持“自力更生”、“艰苦奋斗”的方针，彻底批判了叛徒、内奸、工贼刘少奇及其在工业战线上的代理人疯狂推行的反革命修正主义路线，掀起了大办钢铁的群众运动，迅速改变了我国钢铁工业的局面，老的钢铁基地焕发出了革命的青春，获得了突飞猛进的发展；新的钢铁企业，尤其是地方办的“土洋结合”的小而全的联合企业，象雨后春笋，遍布于全国各地。形势大好。到处是一派生气勃勃，热气腾腾的崭新气象。我国钢铁工业正沿着毛主席的无产阶级革命路线胜利前进。

钢铁工业的飞速发展，对化学分析提出了新的要求。化学分析的任务是测定原材料、金属、炉渣等组分的含量，配合生产进行选料、配料和控制冶炼过程的操作条件，决定材料的质量用途等等；是钢铁生产上不可缺少的一个重要环节。化学分析能达到准确、及时，则对钢铁生产的数量、质量、成本等

方面起很大的促进作用。

化学分析是钢铁生产的眼睛，是提高钢铁产品数量质量的前哨；作为一个革命的化验人员，必须高举毛泽东思想伟大红旗，坚持无产阶级政治挂帅，努力学习马列主义、毛泽东思想，不断改造世界观，搞好思想革命化，永远保持旺盛的革命精神，使化学分析更好地为社会主义革命和社会主义建设服务。

在工作中，对待化验结果应该特别谨慎而严肃，不能有丝毫的马虎大意。操作中应细心地对待每一个分析结果；以防因分析结果做错、算错或报错，给生产、给社会主义建设事业造成不可估量的损失。

因此，每个化验工作人员必须提高思想认识，加强革命责任感，高标准、高质量、高速度地做好化验分析工作，为发展我国的钢铁工业，支援世界革命贡献力量。

(二) 实现化学分析快速法

快速分析是我国化学分析工作者遵照毛主席“**独立自主、自力更生**”的伟大教导，土洋结合，大胆革新，实现化学分析在几十秒钟内完成的分析方法，它具有准、快、简、省的优点，已成为我国目前化学分析比较适用的化学分析方法。随着我国钢铁工业的迅猛发展，对化学分析提出了更高的要求，化验结果能否做到准确、及时，是对钢铁生产有无实际指导意义的重要问题，如电炉、侧吹转炉以及氧气顶吹转炉炼钢等，都是要求在数分钟内能够提出可靠的化验数据，而一般的重量法，容量法以及比色法都不能满足这一点。要使化学分析跟上生产的发展，就必须分析原方法的矛盾和研究解决矛盾的方法，如化学反应速度，为了达到高速反应，就不得不取消

预热、冷却、放置等费时工序，必须探索适应的新条件。高速反应就是基于在沸腾或适宜的温度下，使化学反应在瞬时内完成。

快速分析一般说来是建立在加速化学反应和改革操作工序基础上而形成的，其主要特点是：

1. 試样的处理

(1) 快速熔样

常规分析方法一般是称取数百毫克样品，用大体积的溶液进行溶解，然后进行冷却、移液、稀释、分液等，这样花费的时间很长，是快速分析的主要矛盾之一。常规分析方法采取多称量，多加酸溶解，然后进行分液，则本来就是同一事物对立着的矛盾，而快速分析是从研究这一矛盾中采取少称样、少加酸、不分液的方法正确地解决了这一矛盾，有效地提高了工效 5~6 倍。

(2) 快速燃烧熔样

过去古今中外燃烧试样的方法全部采用卧式电炉，它须将试样用磁舟推入电炉的加热部分，通过预热阶段，才能与试样燃烧，国外虽采用高频电炉燃烧，但仍不能达到瞬时燃烧的目的。如果将卧式电炉改为立式电炉，把试样直接投入导氧管的有底瓷管中即可在瞬时内达到热能传导的目的，使样品的燃烧反应即能于瞬间进行完毕。这样不但取消了预热阶段，同时还节省了磁舟，缩短了分析时间，减少了空白影响，有效地提高了分析质量。

2. 快速加液

在快速加液器未采用以前，一般常用加试剂的器具有两种，即量筒和量杯；前者虽然比较准确，但操作相当费工，后者虽然容易，但往往由于表面液面大，溶液加入量不够准确。上述两种，无论何种均需倒进倒出的费时工序。为了使加液过程方便快捷准确，则快速分析根据液面平衡原理，试制了定量加液器（图 1），这样不但加快了加液速度，而且还保证了加液量的一致，避免了看错，倒乱等人为差错，进一步保证了分析质量。

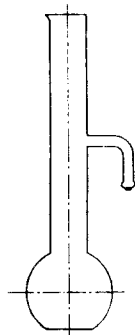


图 1 定量加液器

3. 取消、合并操作工序

操作工序在化学分析过程中占有一定的时间；取消和合并一些操作工序是缩短分析时间的有效措施，因此，快速分析从分析操作过程中改革操作工序。

(1) 溶液的冷却

在常规分析中，溶液的冷却一般是皿外冷却，这样所需时间较长，而高速分析则采用溶液的最终体积增大，取消了冷却的费时工序。如定硅，溶解样品的沸腾体积只有 10 毫升，而最后体积为 100 毫升，这样就达到了冷却目的。

(2) 取消“驱除氮氧化物”的工序

在测定磷的试液中，滴加高锰酸钾溶液进行氧化，把氧化

和驱除氮的氧化物的工序合并在一起,从而缩短了分析时间。

(3) 试剂混合加入

在非矛盾的试剂加入时,为了简化操作工序,则采用混合配制,同时加入;如测定磷时,钼酸铵和酒石酸钾钠、氟化钠和氯化亚锡都采用混合配制同时加入,这样减少了工序,缩短了分析时间。

(4) 加速反应速度

化学反应一般说来在常温下需要一定的时间才能进行完毕,如硅钼黄的生成,需要预热 30 秒或放置 5 分钟,这样就不可能达到化学分析高速的目的。化学反应的速度(即分子运动的速度)是随着条件的改变而变化。高速分析化学反应的快速化是借溶解后的沸腾溶液,加入试剂后,强制反应在瞬间完成。如:硅钼黄的生成和硅钼蓝的还原均是采取沸腾溶液和热溶液进行的,从而代替了烦琐的水浴预热和放置数分钟的费时工序。

4. 天平的改革

由于高速分析采用分固分析方法少取样不分液,因此在天平方面,应根据高速分析的特点,载重小,感量高,称量速度快等进行改革,根据上述原则采用廉价的扭力天平稍加改制(由挂钩改为称盘)就能担负精确度较高的称量工作,同时还采用电磁吸铁棒作为移样工具,这样就大大地加快了称样速度。

5. 比色計的改裝

为了适应快速分析的要求,同样亦须在比色时减少擦拭比色皿、溶液倒进倒出等费时工序,经过数年来的实际应用,采用 581 型光电比色计改装较为适合,它既经济,又容易,一般都可以自己动手,改装其方法:将 581 型光电比色计在比色皿处开 110×55 的方口(将光源向左移动,保持滤光片与光源不动)在方口加一盖板,避免光的扩散,防止比色皿沾污,

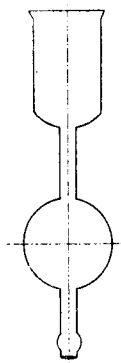


图 2 异形比色皿

将异形比色皿固定如方口上,若使用 1 厘米以下异形比色皿可直接在比色皿处下方开一小孔,将异形比色皿固定在比色皿处。在异形比色皿下部接上一胶皮管以放出溶液之用。

改装后的比色计具有以下两个优点:

一是着色溶液倾注方便,放掉也容易,从而减少了擦拭比色皿倒进倒出溶液的麻烦工序(图 2 是异形比色皿);二是由于固定专用,标样与试样同在一比色皿内进行,因此对比色皿不需在光学和几何上有特殊要求,简单适用。快速分析就是客观实际工作中探索试验、推广、总结出来的现代湿式化学分析的比较先进的方法,很适用大、中、小企业试验室推广。

二、快速分析在钢铁分析中的应用——钢铁中五元素的测定

我们从钢铁五元素测定的实践中，着重介绍一些土洋结合的快速分析方法。

（一）钢铁试样的采取与制备

要使化学分析准确及时地为钢铁生产服务，就要掌握好化学分析的原理，各操作中的主要关键，以及它和它事物以外的关联。

化验室试样的制备，看来好象与化学分析无关，其实是化学分析最基本最重要的工作。不论分析工作做得如何精确，但如试样制备不当，往往会给分析质量带来很大的误差，如果指导生产甚至会造成极大的损失，因此试样的制备对保证分析结果有着极为重要的意义。下面我们就钢铁试样的采取与制备分述如下。

1. 生铁试样的采取与制备

（1）生铁试样的采取

生铁取样能否有代表性，则对判定生铁质量有极大的影响；我们曾做过试验，发现初期、中期与末期出的铁水，硫的结

果有很大的差别,故生铁试样的采取应高度重视认真对待,并设专人负责。一般钢铁厂生铁取样有炉前和成品取样。

炉前取样: 是在炼铁过程中每隔一定时间当铁水从熔渣下面流注于铁槽中时,用长柄铁勺伸于铁槽中在铁水表面,逆流接取,然后注于铸模中稍凝固后,急送交化验室化验。

成品取样:

1) 铁水取样: 在铁水流出后分别在出铁的初、中、末三期用长柄铁勺伸入铁水表面,逆流方向各取样一次注入铸模中待冷后,倾出标记炉号、日期及所需化验成分送交化验室;

2) 生铁堆取样: 一般应根据生铁的重量进行取样,20吨以下者则每5吨为一重量单位;20吨以上者以10吨为一重量单位,由各重量单位中在不同地方各取生铁一条,然后在每一条上各取样一块,注明标志,然后送交化验室进行分析。

(2) 生铁试样的制备

生铁一般分为两种:一是炼钢生铁;二是铸造生铁。前者色浅,有细粒组织,边缘带有白色斑点,断面成白色片状,较硬,称为白口铁。后者为深灰色,近于黑色,有粗粒组织,随着含硅量减少,断面逐渐发光而颗粒变小,称灰口铁,其性质较软。由于两者硬度不同,其试样的制备亦有所差异。

灰口铁: 采用钻孔法,将送来的试样先用砂轮磨去表面杂质(或在钻孔时抛去表面部分的钻屑)。然后用12毫米的钻头钻取其所需要的样品混匀后,装入口袋及时送交化验。

白口铁: 采用轧碎法,将送来的试样先用砂轮磨去表面,放在钢板上,用大锤将试样轧碎,根据样品重量的要求选择若干个有代表性的试样小块放入冲击钵中轧碎,使其全部通过100目筛子,最后用磁铁吸出试样与杂质分离,装入口袋,及时送交化验。也可采用钻孔法,不过钻头应采用硬质合金钻

头(其自制方法见 67 页)。

2. 鋼样的采取与制备

(1) 钢样的采取

钢样亦和生铁一样, 能否正确地采取有代表性的平均成分的试样, 是对掌握炉前操作和产品质量上均有着极为重要的作用。根据实践经验证明, 要使试样具有代表性就应该做到如下几点: ① 取样人员要有认真负责的态度; ② 取样前金属必须搅拌均匀; ③ 金属和加入的追加料必须完全熔化; ④ 炉底上没有凝结物。

钢样的采取有炉前和炉后两种。

炉前取样: 是用搅拌耙将钢液周密地搅拌均匀, 然后用特制的长柄铁勺(勺壁沾上一层炉渣), 拨开渣子, 深下提取钢液注入铸模中或倾铸在洁净的铁板上, 急送化验室化验。

炉后取样: 炉后取样即成品取样, 是在钢液脱氧后, 从盛钢桶下当钢液自盛钢桶流出一半时, 用洁净的长柄铁勺从钢液边处接取, 注入铸模中, 稍冷后, 速送化验室进行分析。

(2) 钢样的制备

钢样的制备有炉前和炉后两种。

炉前试样的制备: 炉前分析一般要求越快越好, 故对试样的制备亦要求迅速; 炉前的试样一般分为薄片取样和铸模取样, 前者对分析结果有所影响, 但前者冷却快, 后者冷却慢。

薄片试样的制备: 一般采用铣样机将试样切成微小片。但亦可采用冲击钵将试样轧碎。

铸模试样的制备: 一般采用钻孔法, 将送来的热红试样

用流水由底部慢慢使试样冷却至尚有余热时，用砂轮将表面磨去(或在钻孔时，抛去表面的钻屑)然后用 12 毫米的钻头钻取所需试样，装入口袋或倒入铁盒速交化验。

炉后试样的制备：炉后取样多数是铸模取样或成品钢材其制备均用钻孔法，操作如上所述。

(二) 钢铁中碳的测定

碳是钢铁中重要元素，它对钢铁的性能有决定性的作用，碳含量一般在 1.7% 以下称为钢；在 1.7% 以上称为铁。

碳在钢中大部分以化合状态存在，如碳化铁 (Fe_3C) 碳化锰 (Mn_3C) 等；在铁中大部分呈铁的固溶体、无定形碳、结晶形碳或石墨碳等。

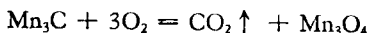
钢的硬度随碳含量增高而增强，但塑性降低而使钢难以加工。

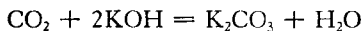
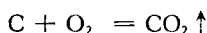
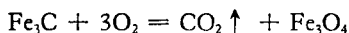
铁中的石墨碳，使生铁变脆，并减少抗拉力和耐压力，但易于切削，另外，因石墨碳比重小，容积大，在铸造方面可以减少其收缩性，因此铸造生铁中含有大量的游离碳。

现将其气体容量法和目视比色法介绍如下：

1. 气体容量法

气体容量法是测定钢铁中总碳量（化合碳和游离碳的总称）。它是基于将试样在 $1150\sim 1350^\circ\text{C}$ 的高温管式电炉中通氧燃烧，使试样中的碳全部氧化生成二氧化碳 (CO_2)，气体被氧气流带出来，然后用氢氧化钾 (KOH) 溶液吸收，使之生成安定的碳酸钾 (K_2CO_3)，其主要反应如下：





根据吸收前后所得二氧化碳体积之差，即可求得碳的含量。

所需试剂与仪器：

试剂：

- 1) 高锰酸钾和氢氧化钾混合液，将 24 克氢氧化钾溶于 80 毫升 4% 的高锰酸钾溶液中；
- 2) 硫酸洗涤液：比重 1.84（即浓硫酸）；
- 3) 氯化钙：固体颗粒；
- 4) 钠石棉：粒度为 1~2 毫米；
- 5) 氢氧化钾：40% 溶液；
- 6) 助熔剂：纯锡或纯钢；
- 7) 氯化钠溶液：25% 的氯化钠溶液 400~500 毫升加浓硫酸 5~6 滴，加 0.1% 甲基橙指示剂约 1 毫升。

仪器（图 3）：

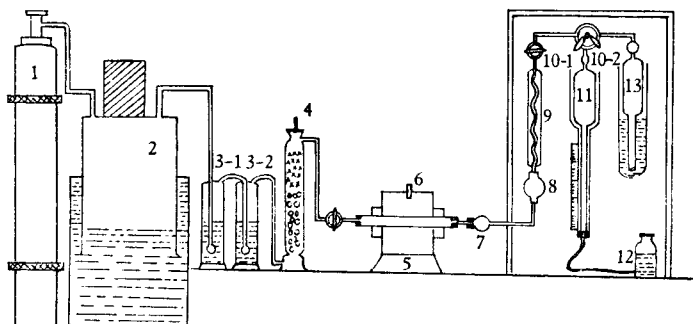


图 3 燃烧气体容量法定碳装置

- 1) 氧气瓶；
- 2) 安全氧气筒：用以将高压氧气变为合适的低压氧气。