

全国化工防腐蝕會議經驗交流資料汇編

第六冊

耐腐蝕的金屬材料及其他

全國化工防腐蝕會議秘書組 編

化学工业出版社

全国化工防腐蝕會議經驗交流資料匯編

第六冊

耐腐蝕的金屬材料及其他

全國化工防腐蝕會議秘書組 編

化學工業出版社出版 北京安定門外和平北路

北京市書刊出版業營業許可証出字第092號

崇文印刷廠印刷 新華書店發行

開本： 850×1168 毫米 1/32 1960年4月第1版

印張： 5  $\frac{16}{32}$  1960年4月第1版第1次印刷

字數： 140 千字 印數： 1—5,500

定價： (10) 0.88 元 書號： 15063·0656

## 目 录

前言 .....	( 3 )
1. 防护性化学镀镍被复层和使用情况.....	錦西化工厂 ( 4 )
2. 鋼鐵表面滲硅.....	錦西化工厂 ( 15 )
3. 金属喷镀在防腐蚀上的应用.....	太原化工厂 ( 24 )
4. 碳酸氢铵母液循环泵耐腐蚀試驗報告.....	上海化工研究院 ( 38 )
5. 防止鋁焊縫腐蝕試驗報告.....	大連化工設計研究分院 ( 44 )
6. 鋁線陽極氧化.....	中国科学院应用化学研究所 ( 55 )
7. 气相緩蝕剂的研究初步总结.....	沈阳化工研究分院 ( 58 )
8. 海水冷却器阴极保护試驗報告.....	沈阳化工研究分院 ( 96 )
9. 在硝酸、硝銨介質下，不銹鋼代用材料的腐蝕試 驗研究.....	吉林化工設計研究分院 ( 112 )
10. 用于水煤气合成工业中耐腐蚀材料的选择报告	中国科学院石油研究所 ( 119 )
11. 几种金属材料在氢氟酸中的腐蝕.....	中国科学院应用化学研究所 ( 126 )
12. 几种国产不銹鋼在鉀氯混肥溶液中的腐蝕試驗	中国科学院应用化学研究所 ( 130 )
13. 几种不銹鋼在含 $H_2O_2$ 的硫酸与硫酸氢鉀混合液 中的腐蝕試驗.....	中国科学院应用化学研究所 ( 132 )

14.  $\text{Ag}^+$ ,  $\text{Hg}^{++}$ ,  $\text{Fe}^{++}$ ,  $\text{Cu}^{++}$ ,  $\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-}$ - $\text{VO}_5^-$  等离子对  
于18-8钢在硫酸中的缓蚀作用 ..... 沈阳化工研究院 (138)
15. 金属腐蚀试件去膜试验 ..... 沈阳化工研究院 (142)
16. 酸洗锅爐总结 ..... 锦西化工厂 (154)
17. 用煤气代替氢气焊 ..... 吉林化工机械厂 (169)

## 前　　言

全国化工防腐蚀會議由化工部于11月16日至11月23日在沈阳召开，到会者除部直属各单位外，有各省市的化工厅（局）、化工厂、及各大专院校，研究单位等。

防腐工作在化工部門是很重要的，这一工作做得好，不仅可以延长設備的使用寿命，降低了消耗定額，保証了安全生产，而且更可以为国家节约大批鋼鐵，以便更多更快的建設新工厂，多快好省地建設社会主义。

因此化工部召集了各有关单位将几年来的防腐工作經驗进行交流与推广。为了更广泛的开展这一工作，故将此次會議資料汇編成七冊出版，其內容第一冊为綜合性的經驗介紹，第二冊为不透性石墨，第三冊为塑料及橡胶，第四冊为涂料，第五冊为硅酸盐类，第六冊为金属及其他，第七冊为漆酚。其中前六冊公开发行，第七冊漆酚为内部发行。

此汇編中所收进的資料，有些是在生产中經過考驗已有成效的，有些是在試驗室得到良好結果，而未經生产考驗或在生产中应用不久的，但为了促进这一工作的发展，我們都把它容納进来。有一点必需在这里特別提出的是，各单位吸取采納此中經驗时，要注意結合当地的具体情况，或預先得到有成效的試驗后，再应用到生产上去；避免生搬硬套而造成生产中的損失，这是值得我們注意的一个問題。

全国化工防腐蝕會議秘書組

1959年11月

# 防护性化学鍍鎳被复层和使用情况

锦西化工厂

## 一、前 言

化学鍍鎳是近年来才应用到工业上的一种新的鍍鎳技术。在1956年化学工业部沈阳化工研究院曾系統地进行了这项专题研究工作，至1957年在锦西化工厂进行了扩大試驗，并自此而較广泛的應用到生产上，解决了一些化工器械遭受腐蝕性介質的腐蝕問題和保證对一些有机产品質量的高純度指标。

化学鍍鎳的方法是以在含有鎳盐、次磷酸盐以及其他附加物的弱酸性水溶液中利用化学还原作用使金属鎳沉积为基础的。它比电鍍鎳具有很多不同而优越的地方。除了鍍鎳工艺过程特征的优异和技术經濟指标的优越外，化学鍍鎳更突出的优点是适合于不能及不易应用电鍍的物件（如金属大管的内壁或大型設備以及非金属制品等），都可以获得一层均匀的金属鎳膜，并且可滿足防护性鍍鎳层所提出的沒有气孔的基本要求。

鍍鎳层具有光泽的外貌。它在干燥及潮湿的大气中完全耐蝕，对中等浓度的碱类特別耐蝕，同时它能很好地抵抗大多数有机酸及其他有机化合物和燃料燃烧产物的作用；但对无机酸則不稳定。鎳是鋼制器械的阴极鍍层。

防护性化学鍍鎳复盖层除了主要应用在碱的生产器械方面外，在铁离子对反应过程发生催化的影响致不能使用不锈钢的有机合成生产中，应用化学鍍鎳具有特別重大的意义的。由于鎳的盐类是无毒的，所以它可应用到食品工业和医疗器械生产上。

化学鍍鎳所特有的优点，已受到工业上日益广泛的注意。本文仅将锦西化工厂近年来化学鍍鎳在生产上使用的情况，加以整理介紹，俾供参考。

## 二、化学镀镍的工艺过程

化工器械表面上进行防护性化学镀镍过程的工序，可分为：

(I) 表面的处理；(II) 化学镀镍；(III) 镀层的最后加工。

### I. 镀件表面的处理和要求

铁、镍、铂、钯、德银和银最易进行化学镀镍。黄铜、紫铜、锡、青铜和磷青铜等材质进行化学镀镍时则须在镀液中预先用铁或镍等金属与镀件经过短时间的接触。硅、铅、镉、铅青铜及锰青铜则不能进行化学镀镍。铅黄铜特别是含铅1.5%以上的铅黄铜的化学镀镍较难，仅在这类黄铜制品表面经过磨光后才可能进行。

镀件要求无砂眼和裂缝，表面光洁。

镀件在镀前的表面处理与电镀前处理相同。为了镀层与基体金属的紧密结合，必须将金属表面进行机械加工、去脂、酸洗等仔细清理工作。

金属表面的机械加工可采用喷砂清理。当制件的表面上粘附较多的油垢和铁磷的厚层时，在喷砂清理之前应用化学方法进行去脂和腐蚀。

喷砂清理是借压缩空气的压力将干燥适度的砂子通过橡皮管喷射在镀件上，除去铁锈。它的操作规范决定于被加工镀件的特征和要求的。一般使用的压缩空气的压力范围可由0.5公斤/厘米<sup>2</sup>至6公斤/厘米<sup>2</sup>。砂粒的大小为0.5~1.5毫米。经喷砂处理后的镀件表面，必须是无光泽的，并且呈均匀的淡灰色。同时还不允许有油斑、手印、锈迹、黑斑，黑垢残痕和没有喷砂到的（光滑或光亮的表面）部分等缺陷。

镀件表面的去脂根据工件的大小、油垢的性质和数量而定，可以用维也纳石灰研磨，在煤油和汽油中洗涤以及在碱溶液中化学或电化学处理等方法来进行的。一般化学法去脂是在50克/升苛性钠，25克/升碳酸钠和25/升磷酸钠所组成的，加热到95~100°C的溶液中进行；其持续时间为25~40分钟。

酸洗是清除薄的氧化物薄膜的过程，借以保证镀层坚固而均匀

地与基体金属结合在一起。钢制件和生铁镀件的化学酸洗是在3~5%的硫酸或盐酸溶液中进行的。酸洗后随即装入镀槽中进行化学镀镍。

## I. 化学镀镍工艺

### 1. 镀液的组成和工作规范:

硫酸镍 0.12克分子/升

次磷酸钠 0.3 克分子/升

琥珀酸 0.06克分子/升

柠檬酸钠 0.06克分子/升

氯化钠 0.01克分子/升

注: ①硫酸镍可改用氯化镍;

②次磷酸钠也可改用次磷酸的钙、钾或镁等盐类;

③柠檬酸钠可用柠檬酸, 但须先将柠檬酸与稀的苛性钠配成近中性的溶液。

镀液使用中的pH值应保持在4.5~5.5之间(可用1%NaOH溶液来调节)。溶液的温度为85~97°C。镀液的装载密度一般可为120~200厘米<sup>3</sup>/升。镀镍过程的时间为3~12小时。

### 2. 化学镀镍的操作方法主要可分为二种:

(1) 浸镀法 适用于小的零件及简单形状的设备(如贮槽, 计量槽等)。它是将镀液配好后, 调节pH值在5.0~5.5范围内(开始时镀液pH值应高一些), 放在搪瓷桶或玻璃容器内(或以设备本体为镀槽, 如被镀的表面是设备的内壁; 若设备某些部位不需镀镍则可用生漆或其他适宜的防腐漆涂敷一层薄的保护层便可), 用蒸汽或电气间接加热至80~90°C, 然后将处理好的镀件浸没在镀液中(如在设备内壁进行镀镍, 则可将镀液放满, 然后利用夹套或辅助盘管进行蒸汽间接加热)。由于这种方法简单, 而不需机械设备, 故为我们所广泛采用。

(2) 循环镀法 适用于管子及形状复杂的大设备(如热交换器等)。其法是配好镀液及调节pH值在5.0~5.5之间, 使镀液通过加热器(必须使镀液温度达到90°C), 然后流入被镀器械中, 进行镀镍反应, 再由管路将镍液慢慢导经中和器(加入1%NaOH溶

液，調節pH值在4.5~5.5之間）和過濾器（用多層濾布製成，以除去機械雜質及亞磷酸鹽），而以泵將鍍液送至高位槽內，這樣又經加熱器周而復始的循環進行，直至厚度達到要求為止。

### 3. 化學鍍鎳過程中應注意事項：

- ① 在配制鍍液時必須保持器皿及工具的清潔。配方所用藥品經稱量後應分別用蒸餾水溶解和稀釋，最好過濾後混合。
- ② 鍍液中必須避免有金屬離子的溶入，尤其是不能含有鉛或銅離子，若其離子濃度在鍍液中達到0.01~0.02克/升時，則鍍鎳過程即不能進行。
- ③ 鍍液的溫度必須保持在85~97°C之間，溫度过高，反應加速，沉積太快，析出的金屬粗而致鍍層疏松多孔；若溫度过低，則反應不能進行。
- ④ 鍍液pH值必須保持在4.5~5.5之間，pH值過大，則會發生氫氧化鎳的沉淀；若過小則反應不易進行。pH值可用在攪拌下緩緩加入1% NaOH溶液或2% HCl溶液的辦法來調節。鍍鎳過程中，應每隔半小時測定pH值一次。
- ⑤ 鍍件最好是當鍍液溫度達到70°C以上時放入，因在鍍液達到60°C時即有含雜質較多的金屬沉淀而析出，這樣，可以使鍍件的鍍層純度提高和結合力增強。
- ⑥ 鍍液配制後不宜久放，最好隨用隨配。
- ⑦ 鍍層的厚度取決於反應時間。一般按上述配方及條件，如經6~8小時的反應，則可得到約60微米厚的復蓋層。
- ⑧ 采用循環鍍法時，鍍液流速不宜過快，鍍液通過鍍件的空間最好調整到3~5分鐘。同時必須設法使鍍液在反應過程中所發生的氫氣能很快的放出，不然會嚴重影響到鍍層的完整性。
- ⑨ 鍍液的濃度應保持恆定，一般是採用補加的方法來解決。鍍鎳過程中應每隔一小時檢驗鍍液Ni<sup>++</sup>和H<sub>2</sub>PO<sub>4</sub><sup>-</sup>含量各一次。依據分析結果進行補加（使鍍液經常保持含鎳0.07克分子/升，和次磷酸0.2~0.23克分子/升的濃度）。施工中一般在反應過程每隔三小時後加入次磷酸鈉及硫酸鎳各為3~5克/升。但須視裝載密度而定。

- (10) 如鍍液發現有混濁或沉淀時，必須過濾後再用。
- (11) 在進行大型設備鍍鎳時，可採用輔助工具（如已去油的木材或塗有護膜的金屬桶）放入設備中，以減少容積而達到裝載密度的要求，降低成本。
- (12) 若鍍件進行間斷多次浸鍍時，最好用3%硫酸溶液將鍍件酸洗一分鐘，然後進行下次鍍鎳操作。
- (13) 鍍鎳過程中析出大量氫氣及氟化氫，故應注意安全與勞動保護。
- (14) 鍍鎳過程終了，鍍件取出後隨即用清水進行多次的沖洗。

### III. 鍍層的最後加工和檢驗

#### 1. 防護性鍍層評定質量的一般條件與方法。

評定鍍層質量的一般條件：

- (1) 用外觀檢查方法，判斷鍍件表面的情況；鍍層表面必須光亮完整，並無起泡及脫落現象；
- (2) 鍍層的完整性與氣孔率；
- (3) 鍍層與主體金屬的結合強度；
- (4) 鍍層厚度。

測定鍍層氣孔率時，可使用鐵氰化鉀溶液，但此時必須使室內、鍍件表面上以及用來浸濕溶液的濾紙上沒有金屬粉屑。測定鋼件上的鍍鎳層的氣孔率時，採用下列成份的溶液（用蒸餾水配制）：

赤血鹽 ( $K_3Fe(CN)_6$ )	.....	10克/升
氯化鈉 $NaCl$	.....	15克/升
動物膠	.....	3~5克/升

用溶液將 $20 \times 50$ 毫米的濾紙浸濕，然後將它緊密地貼在已除油的鍍層上，在 $18\sim25^{\circ}C$ 的溫度下，經10分鐘。當出現騰氏藍的藍色斑點時，就表現鍍層不完全而有孔隙。另一方法是將鍍件在潮濕處放置24小時，觀察鍍層表面情況，以無鐵銹出現者為佳。

鍍層的結合強度測定可用划痕，折斷或剝離等方法進行。

鍍層厚度的測定要用以適當的溶劑滴或溶劑流的作用為基礎的

9  
化学方法，或放入試件用間接量測法（如將試件用測微計直接量得或由重量法計算）来进行的。

## 2. 鍍层的最后加工

器械鍍好后，用清水冲洗，并进行必要的检查和加工处理。

若是細小的鍍件最好經過抛光和热处理。

由于化学鍍鎳所获得的鍍层含有 8 % 左右的磷，为了提高鍍层的質量，可将已鍍好的器械在 200~400°C 的溫度下进行热处理，这样就可得到結合良好的鍍层。若是多次鍍鎳的鍍件則更須經過热处理。

## 三、化学鍍鎳現場应用情况

自从1957年化学鍍鎳扩大試驗掌握了这项新技术以来，已逐步地应用到生产上。目前它已是錦西化工厂防腐車間的一項正常的防腐方法了。在此，仅将两年来在錦西化工厂主要生产設備上的試用概况，介紹如下：

### I. 烧碱生产器械方面

1957年5月便开始了化学鍍鎳层在烧減二效蒸发器的生产条件下进行試驗。試件是用普通鋼板制成規格为  $53 \times 22 \times 3$  毫米的矩形片。用浸鍍法得到厚80微米的鍍鎳层。經過試前准备工作（如去油，称重等）用銅絲将之悬吊在二效碱液蒸发器的人孔內（在蒸发管附近）。蒸发器中液碱浓度是由 24.89% 浓縮为 45.57%，真空度为 560 毫米水銀柱；溫度为 115°C 左右；經過 265~585 小时后，試件鍍层仍很完正与光亮，腐蝕失重很小。而在同样情况下，沒有鍍鎳的試件，腐蝕失重极大，損失重量为原重的 45% 以上。

直到該年七月中旬便进行二效碱液蒸发器无縫钢管表面化学鍍鎳扩大試驗的工作。这次試驗是选取生产設備所用管子（規格为內径43毫米，外径52毫米，长1500毫米）共21根。在試驗室采用循环鍍法（鍍液配方及条件如前述：裝載密度是 150 厘米<sup>2</sup>/升；时间为 8~12 小时）获得鍍层厚度为 60、80、120 微米各 7 根。鍍层質量很好。由于当时不能采用焊接法使管与花板联接，只能用漲管法接

合。經過按裝因所鍍之管子外徑比花板孔徑過小，所以只裝上二根進行試驗。在三組二效碱液蒸發器的生產條件下，從1957年11月7日直到寫這報告為止，試驗管子仍未損壞（此設備曾經停止運轉約半年）。

最近準備生產新產品苛性鉀。曾用浸鍍法鍍好二台2噸碱泵，將要使用。

### I. 乙二醇生產器械方面

1958年二月曾用浸鍍法進行了下列設備的化學鍍鎳試驗：粗乙二醇貯槽（容積100升；乙二醇含量約15%；常溫常壓）一台、乙二醇蒸溜釜（容積100升；溫度20~160°C，夾套蒸汽加熱；真空度為100毫米水銀柱；介質中乙二醇含量為15~80%，間斷法蒸溜）一台、蒸溜柱和列管式冷凝器各一台及乙二醇成品受槽（容積為100升；溫度20~40°C；真空度為100毫米水銀柱；乙二醇純度為96%）三台。第一次生產試車的制品質量就符合要求。最近檢查了一台成品受槽；鍍層大部份仍完整光亮。槽中在水綫以上的鍍層全部完好，靠近槽底及溶液浸泡所及的個別地方出現銹斑現象。

### II. 有機產品生產方面

在我廠中小型有機產品生產中有一些大小設備或部件已採用了化學鍍鎳其中主要的計有：

1. 聚氯乙烯生產中氯乙烯聚合釜的4寸閘板開關三個及3寸閘板開關一個已使用一年，仍未損壞。
2. 环氧樹脂中間生產試驗中縮合釜（又作蒸溜釜用）的框式攪拌器一套，從56年3月使用後發現有銹斑。
3. 錦綸1號單體結片機的轉鼓，已進行鍍鎳，正在運轉使用。
4. 錦綸2號實驗室用聚合釜部件及攪拌器等已鍍鎳，正在使用。
5. 聚乙稀醇縮丁醛的貯缸液面計，使用良好。

除上列主要使用情况外，仍有一些較小的經化学鍍鎳器械另件尚在应用中。目前我厂在有机新产品的基本建設工作中，有不少工作量列入化学鍍鎳的施工，这些設備的使用情况，有待今后再行整理介紹。

#### 四、应用中尚存在的問題

I. 化学鍍鎳最主要的原材料是鎳的盐类。在我国鎳的資源是非常缺乏的，目前很难大量供应此項材料。次磷酸鈉在1958年沈阳化工学院已进行中間試驗生产，質量尚好；但目前該材料已不按排生产。因此化学鍍鎳技术的推广，首先应在原材料的供应上給予解决。

II. 目前废鍍液的回收利用方法，虽然已經研究出了几种，但未找到一个較好的工业化的簡易方法。尚須繼續进行研究。如果完善地将废鍍液中的鎳进行回收，和按照国产工业次磷酸鈉实际成本来核算，化学鍍鎳（鍍层以80微米計）則每平方米面积的鍍件費用仅需90元即可（此数字仍可降低）。

III. 在施工技术上尚須进一步研究以克服鍍层有时出現氣孔，以致使用后发生斑点锈触。

#### 五、主要参考文献

1. 沈阳化工研究院“化学鍍鎳总结报告”，1958.7。
2. 复旦大学：“金属腐蚀講习班經驗交流資料汇編”1958.9。
3. 叶鮑里斯基著：“防护性电鍍车间質量检查”机械工业出版社，1956年。
4. 季候凤譯：“化学工业中另件及制件的金属电鍍”化学工业出版社，1956年8月。
5. С. М. ПАНЧЕНКО, М. А. КРОХИНА. ВЕСТНИК МАШИНОСТРОЕНИЯ 1954, N.O. 2. P. 68~70.
6. ИВОНСКАЯ Н. Д. ХИМИЧЕСКОЕ НИКЕЛИРОВАНИЕ ВЫПУСК 35. ВПТИ. МОСКВА. 1955.
7. 錦西化工厂：“化学鍍鎳扩大試驗操作規程及原始記錄整理”1957。
8. G. Gntzeit Coxyston Technology. 3.1956.

9. A. W. Goldensotein and G. Gntzeit J. Electrochem. Soc. 104. (1957)
10. N. S. 269041 (Sept. 28. 1954), [C. A. 49. 146C].
11. N. S. 2694019 (Nov. 9. 1954), [C. A. 49. 2988G].

## 六、附錄（鎳液的主要分析法）

### I. 次磷酸的分析

次磷酸根在酸性或弱酸性溶液中能与鉬酸銨作用生成磷鉬酸盐。磷鉬酸盐溶液在加热的情况下，能被亚硫酸还原成蓝色五氧化二鉬。利用三价鉬呈蓝色，进行比色分析。

#### 1. 試劑

- ① 3% 硼酸溶液 称3克分析純硼酸，溶于100毫升的蒸溜水中。
- ② 亚硫酸鈉溶液 取20克分析純的亚硫酸鈉，溶于100毫升蒸溜水中。
- ③ 鉬酸銨一硫酸溶液 将20克鉬酸銨溶于200毫升水中，然后加入 100毫升浓硫酸，再用水稀释成800毫升。

#### 2. 仪器

- ① 科伟581型单臂光电比色計（可用别的光电比色計代替）。
- ② 50毫升容量瓶4~5个。
- ③ - 加热用的水浴。

#### 3. 操作手續

用50毫升容量瓶四个，其中两个加入3毫升含有次磷酸鈉的标准液（約共含 $\text{NaH}_2\text{PO}_2$  0.1~0.4毫克）。另外两个加入3毫升的分析样品（次磷酸鈉不得超过0.6毫克）。

然后分別加入5毫升鉬酸銨一硫酸溶液，5毫升硼酸溶液，5毫升亚硫酸鈉溶液（必須順次加入）。然后将以上四个容量并同时放在沸水浴中加热。3分鐘后，取出冷却半分鐘，立即加入蒸溜水至容量并五分之四左右，而后在冷水中冷却至室溫，并稀释至刻度。搖匀后即进行比色用（680毫米波长的滤光紙）。

注意：分析液加热和冷却时间必須准确和一般，故最好同时进行，以免发生誤差。

#### 4. 計算方法

用上述方法所得到的鉬蓝，因 加热和冷却时间不同或試剤浓度的不同都会影响其光密度。因此要制定一标准光密度-浓度曲線是不可能的，为了避免分析的誤差，每次分析都用一标准試样。

由于在相同条件下，所获得的鉬蓝，是服从比耳定律的，故可用下式計

算：

$$\frac{D_0}{W_0} = \frac{D_x}{W_x} \text{ 或 } W_x = \frac{D_x \cdot W_0}{D_0}$$

式中：  $D_0$  —— 标准样的平均光密度；

$D_x$  —— 分析样的平均光密度；

$W_0$  —— 标准样的次磷酸鈉含量，毫克；

$W_x$  —— 分析样的次磷酸鈉含量，毫克。

### I. 亚磷酸的分析

镀液中存有的次磷酸及亚磷酸，使其完全氧化成磷酸后，利用鉬钒試剂与磷酸作用生成黄色而稳定的磷鉬酸絡合物，經比色，用下列公式計算亚磷酸的含量：

$$W = \frac{B - A}{88} \times 81$$

式中：  $W$  —— 亚磷酸根 ( $H_2PO_3^-$ ) 浓度，克/升。

$A$  —— 镀液中次磷酸鈉的浓度，克/升。

$B$  —— 镀液中次磷酸及亚磷酸的总量（以  $NaH_2PO_3$  計算）。

#### 1. 試劑

##### ① 鉬钒試劑

A 取10克純鉬酸銨溶于400毫升蒸溜水中。

B 取1克钒酸銨溶于300毫升蒸溜水中，并加入200毫升浓硝酸。

将上述两种已配好的溶液混合，稀释成1000毫升，放置4~6天，将其所有的固体杂质沉淀除去。

② 5%高錳酸鉀溶液。

③ 10%亚硫酸鈉溶液。

④ 稀硝酸溶液 (1:1)。

#### 2. 分析手續

取分析液5毫升（約含次磷酸量100~200毫克）注入250毫升烧杯內，加入稀硝酸15毫升，然后一滴滴地加入高錳酸鉀溶液，至紫色消失时，再过量加入5毫升。小心加热至沸騰数分鐘，然后加入数滴亚硫酸鈉溶液，至氧化錳完全溶解为止。繼續加热至沸騰（除去过量的亚硫酸），冷却后移至500毫升的容量瓶內，并稀释至刻度。

取上述溶液三毫升置于50毫升的容量瓶中加入20毫升鉬钒試劑，靜置10~15分鍾后，稀釋至刻度，搖勻后用140毫升（蓝色）的滤光片科伟581型光电比色計上进行測定。

### 3. 标准曲线

用磷酸二氢銨 ( $\text{NH}_4\text{H}_2\text{PO}_4$ ) 作标准試驗，其浓度（折算成次磷酸鈉）与光密度的关系如下：

次磷酸鈉的含量，克/升	光 密 度
0.00362	0.025
0.00726	0.035
0.01089	0.046
0.01452	0.055
0.01825	0.063
0.02178	0.070
0.02540	0.078
空 白	0.005

#### 4. 說明

用此法分析鍍液的含磷量較低的情况下，其准确度才可靠，誤差范围在1%以内。

如果磷浓度高的溶液，必須充分稀釋，分析时之含磷量最高只能达到20毫克/升。超过此浓度其准确度降低，如磷含量超过30~35毫克/升时，黃色的磷鉬酸复盐便沉淀而出。

#### I. 鎳离子的分析：

为了快速測定鍍液鎳中的含量，利用鎳离子在水溶液中所显示出的顏色与浓度的关系，进行下述比色分析。

操作手續：吸取含有約0.06克鎳离子（相当于0.3克硫酸鎳）的鎳液，放在100毫升的容量瓶內，加入10毫升25%的硫酸，然后稀釋至刻度。

用上述配制成的溶液（必要时可以过滤，除去各种不溶物），在光电比色計（8型）中进行比色測定，用680毫米波长的濾光紙作濾光。

# 鋼 鐵 表 面 漲 硅

錦西化工厂

## 1. 前 言

硅鐵含硅量約在14.5~16%者称为高硅鐵或叫耐酸鐵。它对氧化介質如硝酸、硫酸有很好的耐腐蝕性能，但是在机械性能方面存在着大的缺点：硬度高、强度低、性質脆、导热性小。所以在鑄造时废品多，在制造設備时不能切削压延；在使用上經不起溫度的变化与液体的冲击；安装上易裂，因此在使用上受到一定的限制，致未能很好的应用于化工設備上。

为解决这个矛盾采取金属表面渗硅的方法，在高溫下将硅扩散到鋼鐵表面上去，表层金属面为硅所飽和，成为硅鐵固溶体，便具备了耐酸鐵的抗腐蝕性能，而消除了或減輕了它的不良的机械性能的缺点。

鋼鐵表面渗硅应用于工业上初步已获得成功。

## 2. 路線的選擇

鋼鐵表面渗硅有固体气体二种方法：

固体法系将渗件放在渗箱內，周围放入由硅鐵70%， $\text{SiO}_2$  30% 和 $\text{NH}_4\text{Cl}$  2.5~30%的混合粉剂，在1000~1200°C进行。

另一种固体法系将渗件放在渗箱內，周围放入由  $\text{BaCl}_2$  (50%)、 $\text{NaCl}$  (50%)、矽鐵20粉末混合剂，在1000~1200°C进行。

上述两种方法在设备上比較的简单，但存在着很多缺点，如：扩散速度慢、扩散层厚度不均匀、扩散层表面粗糙不平、污垢多，必須加工后始能应用，扩散层含硅量难于达到耐酸的要求等等。所有这些缺点就注定了这种方法在化工设备防腐蝕上难于运用。

气体法一种为硅鐵或碳化硅通入氯气在高溫下进行渗硅。另