



钢铁冶金分析讲义

附：有色金属矿分析方法

冶金部钢铁研究院河南工作组编写

河南人民出版社



鋼鐵冶金分析講義

附：有色金屬礦分析方法

冶金部鋼鐵研究院河南省工作組編寫

*

河南人民出版社出版（鄭州市行政區經五路）

河南省書刊出版業營業許可証出字第一號

地方國營鄭州印刷廠印刷 河南省新華書店發行

*

豫總書號：1619

787×1092 1/25·10¹⁴/₂₅ 印張·200,000字

1958年12月第1版 1958年12月第1次印刷

印數：1—5,588冊

統一書號：15105.66

定價：(7)0.9元

前 言

为了完成1958年生产1070万吨鋼的光荣任务，部指派我院組成分析技术工作組，开赴河南鋼鉄生产前綫支援分析檢驗工作。

根据上級的指示，我們的任务之一，是要为河南省在短期內培訓出一批鋼鉄及其原材料分析的骨干，以加强鋼鉄生产技术的土洋結合与質量的提高。

为此，我們工作組同志，編成这份講义，并曾經在河南省冶金局举办的第一期鋼鉄分析訓練班使用过，現在考虑到客觀的需要，决定正式出版，为此，我們作了修訂，除原来选材重于一些快速簡便的分析方法之外，尚增添了一些新的資料，并且补充了有关有色金屬矿物的分析方法，全部講义的編写，力求原理及經驗的詳述，但由于時間倉促和水平有限，講义中錯誤之处，恐所难免，希望同志們發現后及时指正。

編写过程中，曾参考了兄弟部門有关文献，謹此致謝。

冶金工業部鋼鉄研究院

分析室河南工作組

1958年11月17日于郑州

目 录

前 言

第一章：实验室的基本设备和基本知识	(1)
第一节：实验室的房屋要求和设备	(1)
第二节：分析天平及其使用规则	(3)
第三节：光电比色计及其使用规则	(9)
第四节：铂金器皿(铂坩埚、铂皿)的使用规则	(12)
第五节：化学实验室内安全技术规则	(13)
第六节：灼伤的急救措施	(14)
第二章：定量分析	(15)
第一节：重量分析法	(15)
第二节：容量分析法	(21)
第三节：比色分析法	(29)
第四节：气体分析法	(31)
第五节：分析误差	(32)
第三章：钢铁分析(碳素钢及生铁)	(33)
第一节：钢铁概述	(33)
第二节：钢铁试样的采取与制备	(57)
第三节：碳的测定	(60)
1. 燃烧法气体容积法	(60)
2. 燃烧法氟氧化钡容量法	(72)
3. 气体发生法	(74)
4. 比色法	(76)
第四节：硫的测定	(77)
1. 燃烧法碘量法	(80)

2. 硫化氢气体发生法	(83)
第五节: 矽(硅)的测定	(86)
1. 比色法	(86)
硫酸亚铁砷还原钼蓝比色法	
氯化亚锡还原钼蓝比色法	
2. 重量法(硫硝混合酸)	(90)
第六节: 锰的测定	(94)
1. 过硫酸铵—银盐容量法	(95)
2. 色阶比色法	(100)
第七节: 磷的测定	(100)
1. 乙酸乙脂萃取钼蓝比色法(色阶目视比色 及光电比色)	(101)
2. 磷钼钒酸色阶比色法	(106)
3. 喹啉钼酸钠容量法	(108)
第四章: 钢铁的原材料分析	(111)
第一节: 矿石概述	(111)
第二节: 矿石试样的采取与制备	(115)
第三节: 铁矿分析	(120)
1. 铁的测定	(120)
容量法重铬酸钾法	
容量法砷钼酸法	
比色法	
2. 二氧化矽的测定	(124)
焦硫酸钾熔融快速法	
动物胶快速法	
比色法	
3. 氧化钙的测定——重量法	(128)
4. 氧化镁的测定——焦磷酸镁重量法	(130)
5. 硫、磷的同时测定	(131)
硫、亚铁滴定沉淀容量法	

磷、磷酸銨沉淀容量法

磷鉬鉬比色法

6. 硫：燃燒法碘量法 (139)

7. 鋁的測定 (142)

8. 錳的測定 (143)

9. 鐵矿石系統分析簡表 (145)

第四節：錳矿分析 (145)

錳的測定 高硫酸銨——亞鐵容量法 (145)

第五節：石灰石白云石的分析 (147)

1. 二氧化矽的測定——比色法 (147)

2. 氧化鈣，氧化鎂的測定 (148)

EDTA 容量法

酒石酸高錳酸鉀法定氧化鈣

酸鹼滴定法定氧化鎂

第六節：螢石的分析 (154)

1. 二氧化矽的測定 (154)

2. 氟化鈣的測定 (154)

第七節：爐渣分析 (156)

1. 二氧化矽的測定 (156)

2. 氧化鋁的測定 (157)

EDTA 容量法

酸鹼法

3. 氧化鈣、氧化鎂之測定 (161)

EDTA 容量法

高錳酸鉀定鈣酸鹼法定鎂

4. 亞鐵的測定 (167)

5. 硫之測定 硫化氫法 (169)

第八節：焦碳分析（水份灰份揮發份的測定） (171)

第九節：粘土及其它耐火材料的分析 (176)

1. 水份的測定 (176)

2.灼減量的測定 (177)

3.二氧化硅的測定 (177)

鹽酸法

動物膠法

4.氧化鋁、氧化鐵、氧化鈦之測定 (181)

5.氧化鐵測定 (183)

6.氧化鈦的測定 (184)

7.氧化鋁的測定 (185)

EDTA容量法

酸鹼滴定法

8.氧化鈣之測定 (188)

9.氧化鎂之測定 (190)

第 五 章: 有色金屬礦石分析方法

1.礦石中銅的測定 (193)

2.礦石中鋅的測定 (196)

3.礦石中鉛的測定 (202)

4.礦石中鎳的測定 (204)

5.礦石中鈷的測定 (207)

6.礦石中錫的測定 (209)

7.礦石中鎢的測定 (210)

6.礦石中鉬的測定 (212)

9.鋁礦中鋁的測定 (214)

10.礦石中鉻的測定 (217)

11.礦石中鈳的測定 (221)

附 录: 1.几种熔剂的用法 (223)

2.硅酸岩与硅酸盐矿物系統分析簡表 (226)

3.絡合物簡介 (226)

附 录: 4.氨羧絡合剂Ⅲ及其指示剂的合成 (226)

乙二胺四乙酸二鈉的合成.....	(227)
埃羅黑A 的合成.....	(228)
紫脲酸銨的快速合成.....	(230)
鄰苯三酚紅的合成.....	(232)
鈣指示劑.....	(232)
5. 氨綳絡合劑在冶金分析上的應用.....	(233)
鈷.....	(234)
鎳.....	(235)
鎳與鈷.....	(236)
鐵.....	(237)
鋅.....	(238)
定鋁的注意事項.....	(239)
6. 鉍的測定重量法.....	(239)
7. 四位對數表.....	(242)

第一章 實驗室的基本設備和基本知識

第一节 實驗室的房屋要求和設備

甲、實驗室房屋的要求：

實驗室的大小，應根據工作的需要來決定，但建立化驗室時應考慮以下幾點條件：

1. 房屋的地址要選擇距離生產車間或高爐較近的地方，以便送樣快報告分析結果迅速。

2. 房間要光綫明亮，空氣流通，但門窗要嚴密，以防止風沙灰塵的吹入。

3. 房間內壁要用灰抹平，並刷白，不要席頂和紙糊牆，地面用三合土墊成。條件允許者最好為塗油膩的地板。

4. 房屋面積，按一般情況，化驗人員的工作面積，每人平均為10平方公尺左右，考慮房間的大小，要根據同時工作的人數來確定，但房間不要過大或過於分散；制樣工作和化驗室要分開，以免有灰塵而影響分析工作。

5. 天秤、比色計等怕酸氣和潮濕的儀器，最好另有小房間放置，但應有門和化驗室直通。

乙、實驗室的裝置和設備：

（一）制樣工作室：

制樣室里需要的傢俱：有制樣的木台案（約1~1.5平方公尺左右）儲存樣品的木架或木櫃。和縮分試樣用的鋼板（1~2平

方公尺)。

制样需要的工具有：鉄鏈、鉄鏟、鉄乳鉢(最好用高錳鋼制的)，手鑽等，如条件允許可設有粉碎机，粗細砂輪机和鑽床等用以制取矿石和鋼鉄試样。

另外还需要有台秤或普通秤(100~200公斤)，銅篩(60篩目，100、120、150、200篩目等五种)，鉄絲篩(1、4、10、15、25毫米等五种)，粗天平(載重100~200克)。油布二塊，毛刷二个。

(二) 化驗工作室：

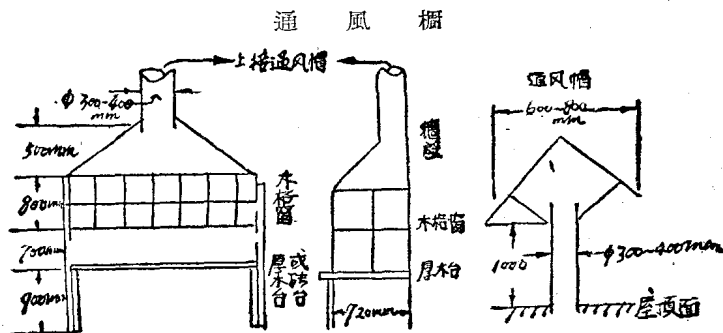
(1) 化驗室要放置适当数量的工作凳子。放置化学藥品的玻璃櫥和化驗台等。

化驗台为長方形，台面按每个工作人員为 1.5×0.7 平方公尺計算，台面上安有窄木架放置試剂瓶和溶液瓶，台下面最好有几个放仪器的抽屜或小櫃。

(2) 天平台宜用砌在牆壁上的水泥台，台高約0.8公尺，台面按每架天平为 1×0.75 平方公尺計算。台面上最好再鋪上橡皮板一張。

(3) 通風設備：

化驗工作經常使用酸类溶解試样，因而要产生酸气，長期吸入，对人体的健康影响甚大，故化驗室內一定要安装通風設備和通風櫥，以消除有毒气体对人体的侵害。通風櫥的簡單式样如下：



上圖通風帽也可改用抽風機，則抽風效力更大。

(4) 加熱設備：

化驗過程中需要加熱處理，有時需 $1,000^{\circ}\text{C}$ 以上的高溫，使用電氣設備最為方便。電熱設備要有管狀電爐，馬弗爐，電烘箱，電熱板，電爐等，如沒有電源，可以用煤炭爐和酒精噴燈代替，但煤炭爐灰塵較多，溫度也不易控制；如果將爐子形式加以改良則完全可能合乎需要，河南省工業廳工礦試驗所，砌成的煤炭爐可以代替馬弗爐和管式爐以及電熱板等使用非常方便，效能很好，可以仿效。

(5) 供水：

在分析工作中需用大量的水，用來作洗滌或冷卻，有自來水管則安裝在工作台旁邊，泄水管應用鉛管或磁管製成（不能用鐵管，因酸與之起作用）。在沒有自來水的情況下，可將一大水箱架高，下面安裝水龍頭即可代自來水，但是水必須澄清（如水混濁可經過濾後再用）。

分析工作還需用蒸餾水甚多，因此，應設置一台蒸餾器用以製造蒸餾水。

(6) 化驗工作中需用的貴重儀器：

- 1) 分析天平；
- 2) 定炭定硫管狀電爐（溫度 1350°C 左右）和氧氣；
- 3) 光電比色計；
- 4) 白金器皿（鉑坩堝、鉑皿）和瑪瑙乳鉢；
- 5) 標準砝碼和標準玻璃容器；

以上貴重儀器的購置和需要數量，應根據工作情況和經費的情況來確定。

第二節 分析天平及其使用規則

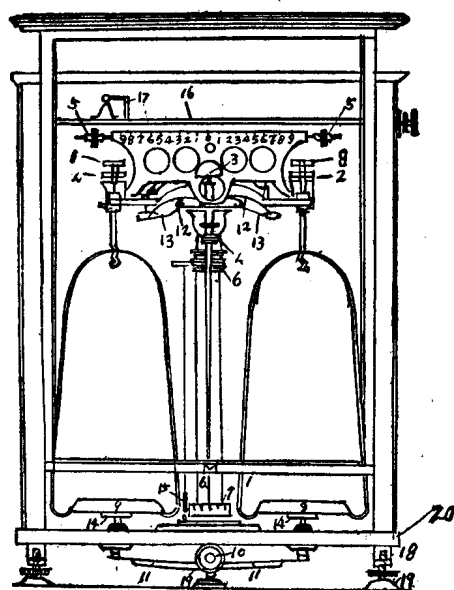
化學分析室一般應設置二種天平，即粗天平和分析天平。

(1) 粗天平: 載重量為100克靈敏度(感量)為1~2毫克, 這種天平是用作配備一般試劑和粗稱其他物質(坩堝、試劑等)的稱量。

(2) 分析天平: 載重量為200克感量0.2毫克, 這種天平是專作分析用的, 用它稱取被分析物質的準確重量, 以及稱量坩堝(空白或有沉淀的), 稱量製備標準溶液用的試劑等等。

下面簡單的介紹一下分析天平的構造和使用。

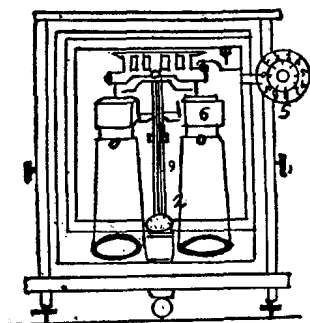
(一) 分析天平的構造(如左圖)



- 1—天平梁, 2—梁兩端的三棱體(圖中看不見); 3—中間三棱體; 4—調節重心的螺絲(重節); 5—調節零點的螺絲; 6—指針; 7—讀數標尺; 8—蹬; 9—天平盤, 10—升降樞軸; 11、12和13—升降樞桿; 14—盤托; 15—懸垂; 16—移動游碼的裝置; 17—游碼鉤; 18—天平足; 19—有凹孔的墊; 20—天平底板:(大理石板)

分析天平

所有分析天平的主要部分是相同的, 只是它們的部分另件有所不同。分析天平的主要部分是一個等臂杠杆所製成的天平梁(輕金屬所製成)在天平梁中央之下面安置着由堅硬的瑪瑙製成中心三棱體, 天平梁即靠這個三棱體架在支柱頂上的金屬平板上, 支柱固定在一塊大理石或玻璃的板上, 靠近天平梁兩端還有兩個



电动天平

和中心三棱体等距离的玛瑙三棱体，但其锐边是向上的，在兩端的三棱体上都架有鑲玛瑙平板(垫子)的鍍金蹬形环钩，环钩的玛瑙平板与兩端的三棱体相接触，环钩是用来悬挂天平盤的，被称量的物質和砝碼就放置在这两个天平盤上。

天平梁的中央裝着一向下垂直的指针，用以讀取天平梁对水平位置的傾斜度(刻度)，天平梁在准确的水平位置时，指针应当指在裝于支柱下部刻度标尺的零度上。

为了防止玛瑙三棱体被磨鈍或碎裂在 天平下部(在 天平底板的下面)装有一个升降樞。借这个升降樞可使天平一切可动部分(三棱体)在不工作时可以稍微提高，不与玛瑙平板(垫子)相接触，即使天平梁休止不动，以防玛瑙三棱体的磨損，当称量时旋轉升降樞的手柄，天平即被打开，而使天平梁摆动。

在 天平底板上常备有水准器，由 天平底板下面的两个特殊螺钉来調节之，以使天平恆处于水平状态。

重量的增加小于10毫克时，不需加砝碼，只移动游碼即可在 天平梁的上部裝有特殊的标尺，标尺通常划分为10大格(每一格相当于1毫克)每一大格又分为5小格。

如果标尺的零格位于天平梁中間，游碼的重量应为10毫克，如零格位于天平梁的左端，游碼应为5毫克。

游碼的移动是由天平上特制的游碼杆和游碼钩来控制。

在 天平的指针上装有一个調节重心的螺絲(重节)，移动該螺絲即可改变天平的灵敏度，該螺絲的位置愈高分析天平的灵敏度愈大。

为了防止分析天平受到灰塵的沾污和酸气的作用，天平常置于玻璃匣中，匣的前面和左右兩面，各有开关的門，前門仅供檢

查和清潔天平时用之，在进行称量时，只用兩旁的側門。

另外还有一种电动分析天平，这种天平为了加速称量过程裝配了一对气阻和不須用打开天平門用机械方法加上或拿下的小砝碼（从10毫克到990毫克）的特殊裝置，为便于讀出指針距天平零刻度的位移起見，天平上还裝有光幕，可以投射出裝置在指針上的微标尺的放大像。

（二）天平零点及測定方法

（1）天平的零点：

天平不載重时指針在标尺上所指的位置称为天平的零点。天平的零点在理論上講，應該是指在刻度标尺的正中心，但由于微小的偏差可能偏左或偏右1~2个刻度。这没有什么关系，对称量結果影响不太大，也不必再調节。若偏差过大，則可調节天平梁兩边的螺絲（可以調一边）。在使用天平前应先測定天平的零点。

（2）零点的測定方法：

（i）帶气阻（浮筒）的天平零点的測定：

轉动天平的休止器，使天梁指針摆动，摆动休止后，在标尺上所指的格数即为零点。

（ii）不帶气阻的天平零点的測定：按指針摆动距离，可分二种。（a）短摆法：通常分析工作，可使指針摆动一短幅，如6或8格（刻度），一次摆动兩極端点的平均数即为零点。（b）長摆法：精确工作，則应使指針作長距离的摆动，而指針的休止点，可自几次摆动兩極端点的平均数求出来。因摆幅逐漸变短，故最后刻度的讀数必須与开始的讀数在标尺的同一方面，將向一边摆动頂点，連續三数平均，向另一边摆动点連續二数平均，从兩平均值中取其中点，即为零点。

例如：

向左摆的讀数

向右摆的讀数

$$\begin{array}{rcl}
 & -5.60 & \longrightarrow +5.80 \\
 & -5.20 & \longleftarrow \\
 & -4.70 & \longrightarrow +5.40 \\
 \text{平均} & -5.20 & \text{平均} +5.60 \\
 \text{零点} = & \frac{+5.60 - 5.2}{2} & = 0.2
 \end{array}$$

換言之，天平的零点在标尺中心的右边0.2刻度处。

(三) 天平的灵敏度及测定方法:

(1) 天平的灵敏度:

天平的灵敏度就是当天平平衡后，因1毫克重量的改变，而使天平的平衡点在刻度标尺上所移动的刻度数；也就是天平两边相差一毫克重时，指针移动的格数，称为天平的灵敏度。

移动的格愈多，天平愈灵敏，或者也可说，以引起指针倾斜一刻度所需的毫克数，来表示灵敏度。

(2) 灵敏度的测定方法:

(i) 未载重(空天平)的灵敏度的测定。

先测定天平的零点，然后将游码放在天平梁上刻度尺的第一格上，并测定它的休止点(平衡点)，所得数字与零点之差，即为天平的灵敏度:

例如: 若天平零点 = 9.90

游码在第一格时的休止点 = 13.20

则天平的灵敏度 = $13.20 - 9.90 = 3.30$ 格/1 毫克

$$\text{或 灵敏度} = \frac{1}{3.3} = 0.30 \text{ 毫克/格}$$

(ii) 已载重的天平灵敏度的测定:

在兩天平盤上各放10克砝碼，(或20克……50克可以依次測定)測定它的休止点(I)；然后把游碼放在天平梁右边第一格上，再測定其休止点(II)兩個休止点之差即等于10克載重(或

20克……50克)时,天平的灵敏度。

(四)分析天平的使用規則:

1.天平應該安置在干燥的且温度沒有急剧变化的地方,安放天平的台子不应受到振动和推动。

天平台尽可能固定在陰暗的地方,要避免陽光的直射或使天平不平衡地受热。

2.天平盤上載重不得超过天平規定的載重極限。

3.使用天平工作人員的手必須干淨,最好是戴細紗手套称重。

4.开始进行称量以前必須檢查天平放的是否水平,然后用小刷扫淨天平盤,并檢查天平指針的零点是否在标尺的中間(零刻度)。

5.制动把手(升降器手柄)要謹慎地开放以使指針(天平梁)摆动無阻。

6.只有在天平关上以后,才可以从盤上取下称物(包括砝碼)。

7.为了避免磨鈍瑪瑙稜体,只有当指針接近标尺的中央时才关住天秤。

8.在平衡盤上只可放置干燥的和冷到室温的物品。

9.称取粉狀物,金屬屑和其他物質只能在表面皿、称量瓶或其他清潔而干燥的玻璃器內称量。

10.为了避免天平盤表面弄髒和磨損,天平盤上最好放置兩塊等重的玻璃表皿,所有物品在称量时,只有放在这些玻璃上。

11.各种揮發性物質(濃酸、碘、和其他吸湿性物質)必須在严密关闭的容器內称量。

12.砝碼只可以用特制的砝碼鑷子拿取。

13.在称量的時間天平匣所有的門都必須关闭,在称量时使用側門。

14在称量終了后天平必須恢复原来状态(即关住,游碼放在

挂鈎上，門關閉等等）。

15. 在天秤匣內應放置盛有熔煉過氯化鈣、矽膠或濃硫酸的小燒杯 1 至 2 個以吸收空氣中的濕氣。干燥劑應定期更換。

（五）分析砝碼的使用規則：

1. 砝碼須裝在緊蓋着的盒子中，且放在分析天平的旁邊。
2. 每套砝碼應具有檢驗証，並且應定期進行檢查。
3. 分析砝碼必須用特制的鑷子來拿取。
4. 砝碼要保持清潔，稱量後應放回原來的位臵，並定期用浸有酒精的軟布擦拭干淨。
5. 使用游碼，稱量完畢後應放回原來位臵。

第三節 光电比色計及其使用規則

光电比色計現時已經作為一種非常精確的分析儀器，廣泛地應用在一切工業部門中，應用光电比色計，可使分析操作簡化、迅速而準確，並節省試劑。

光电比色計有很多類型，其中有單臂（光）光电比色計（一個光電池）和雙臂光电比色計（有兩個光電池）我國新出品的 58¹ 型光电比色計，就是一種單光光电比色計。

（一）光电比色計的概述：

光电比色計設備原理之圖解：（單光的）

圖中 1 為遮光鏡，2 為一白熱電燈泡，其發出之光由聚光鏡 6 加強後，即透過濾光片 7 及比色皿 8，射至與電流計 10 相連之硒光電管 9 上。光源系一汽車用的 6~12 伏特之電燈泡，其電流由蓄電池組 3 供給。為使光之強度保持不變，俾比色工作得以準確進行起見，于綫路中插有兩個變阻器（ R_1, R_2 ）其中一個僅供約略調整光度之用，另一變阻器則用于精準調節光度。如蓄電池阻力強大（電容達 80 安培/小時，或更高者）則電燈光度能維持若干小時不變。