
鋼鉄快速定性検査

熊 沐 清 編

冶金工業出版社

鋼鐵快速定性檢驗

● ● ● ● ●

冶金工业出版社

鋼鉄快速定性檢驗

熊沐清 編

編輯：刘光祖 設計：管芝芳、童照菴 校對：馬泰安

— * —

冶金工業出版社出版（北京市燈市口甲 45 號）

北京市各刊出版業營業許可證出字第 093 號

西四印刷廠印 新華書店發行

— * —

1959 年 4 月第一版

1959 年 4 月北京第一次印刷

印數 2,500 冊

787×1092·1/32·15,000字·頁碼 24/32

— * —

統一書號 15062·1524 定價 0.10 元

出版者的話

这本小冊子介紹的快速檢驗法，就是一般人們所說的点滴分析法。这种分析方法的优点是：分析速度快，所需設備簡單，消耗藥品极少，操作簡便，易学易做，不必取样，甚至可直接在鋼材成品上进行檢驗。

本書簡明扼要地介紹了鋼鐵中常見的十四种元素的檢驗方法，也叙述了一般的分析技术和注意事項，可供鋼鐵化驗工作者及初学这門技术的同志閱讀。

目 录

一、概述	1
二、試样的准备处理	3
三、怎样溶制試样溶液	4
四、鋼鉄中常見元素檢驗法	6
(一)錳的檢驗	6
(二)鉻的檢驗	7
(三)鉬的檢驗	9
(四)鈷的檢驗	11
(五)錫的檢驗	12
(六)鎳的檢驗	13
(七)硅的檢驗	14
(八)鋁的檢驗	15
(九)銅的檢驗	15
(十)鈹的檢驗	16
(十一)鈾的檢驗	17
(十二)碘的檢驗	18
(十三)磷的檢驗	19
(十四)硫的檢驗	20
五、注意事項	21

一、概 述

祖国鋼鐵工業正在飞跃发展，采用傳統的湿式分析来檢驗鋼鐵中的成分，已經不能完全滿足鋼鐵化驗的迫切需要。为了多快好省地解决鋼鐵化驗的任务，必須寻求一种快速分析的方法。

苏联塔納那也夫提出的无切削点滴分析法，解决了对鋼鐵快速分析的問題。这种方法，目前已經被广泛的应用在各种工業生产的过程中，例如，各种合金、鋼鐵、貴金屬、玻璃等方面的成分檢驗，都必須在极短的时间內得出結果，才能在生产中及时的起到指导作用，快速檢驗法就具有这种特殊重要的意义。

快速檢驗的特点是多方面的。主要的特点是在极短的时间內得出化驗結果，在時間上比一般湿式法要快几倍甚至几十倍，改变了过去分析不及时造成鋼种或爐号混乱的現象，提高了生产效率，也降低了成本。另一个特点是易学易做，文化水平不高的工人，經過短时期的学习，就能掌握化驗从事实际的操作。此外，設備簡單，藥品消耗极少，不需要很多資金建立正规的化驗室，一个能背負的小木箱，就可容納全部的仪器藥品。試驗的鋼材不需要切削取样，甚至可以直接在鋼材制品上进行檢驗。这些都是快速檢驗的重大优点。

快速分析具体的操作法，就是用极小量的几滴溶剂，放在已經清理过的鋼鐵表面上，將鋼鐵溶解下来，再加入微量的特种試剂与它引起化学反应，显示出不同的色澤或沉淀等

特征，然后按照不同的特征来决定某种元素的存在，即可获得很正确的定性结果。有经验的人，还可根据产生色泽的深浅或沉淀的多少，来判断钢铁中合金元素近似的含量。因此，它在合金分析中是很有价值的。由于这种分析方法不需要切削样品，可以直接在钢铁表面上进行，所以叫做无切削测定。又因为它的化学反应，只用几点几滴少量的溶液在反应瓷板上进行，故又叫做点滴分析。也有利用在滤纸上形成斑点的反应来检验的，所以也叫做斑点分析。

本文为便于迅速的投入实用，避免叙述理论，用浅明的文字介绍钢铁快速定性检验的操作法，以便各地广大的工人能够很快的掌握这一门技术，及时检验钢铁中的成分，为发展祖国钢铁工业获得更大的成绩。

二、試樣的准备处理

一般鋼鉄試樣的表面，都附着有不同性質的污物，如尘土、油垢、氧化物等。在檢驗以前，必須將这些污物除去，使試樣現出毫无污物沾染的鋼鉄表面的本来面目，然后用不同的溶剂溶解試樣进行不同的檢驗，这样才能获得正确的結果。准备处理的操作步驟如下：

(一) 用金剛砂紙將試樣表面擦淨，現出来的金屬表面，應該沒有任何可見的污物，特別是金屬的氧化物如鉄銹等物必須擦去。如有砂輪机打磨，工作起来就更加便利。

(二) 在样品需要溶制的地方，滴上3—4滴95%的乙醇，溶去可能存在的油垢，約經片刻，用濾紙將乙醇吸去。如样品沒有遭到油垢的沾染，这一步手續可以省去。如油垢过多，可再用乙醚处理一次。除尽了油垢的金屬面，滴上一滴水时，應該完全成为潤湿的狀態。

(三) 將濃硝酸和濃鹽酸以等量混合，用滴液管吸取，压出2—3滴放在已經打磨过的鋼鉄表面上，使表面上可能存在的污物随同鋼鉄金屬一同被酸液溶解。約經1—3分鐘以后，用流水把酸液冲掉。

(四) 除尽酸液后，再用蒸餾水吹洗2—3遍，最后用干淨的濾紙吸干水分，但不准用手指接触表面已清潔的部分。

三、怎样溶制试样溶液

为了避免清洗过的金属表面被空气氧化生锈，必须立即进行溶制试样的工作。溶制的手续，有两种方法。一种是用鑽孔器，在清潔的金属面上鑽取一个直径与深度都是 0.5 厘米左右的小孔，然后滴入溶剂溶取试样溶液。另一种方法是采用事先做好的小蜡圈，把它熔焊在金属的表面上，再在小蜡圈中滴入溶剂溶取试样溶液。但也有不鑽孔，不用蜡圈，就直接在钢铁表面上进行检验的，可是由于观察反应不便，此法很少采用。鑽孔法比较麻烦。现在介绍小蜡圈溶制试样溶液的手续如下：

(一) 用白蜡八份，最好加入硬脂酸二份以增加它的硬度，放在搪磁杯内加热熔化，倒在平面的木板上冷却成为约 5 毫米厚的蜡片。然后用直径 12—15 毫米左右的木塞鑽孔器，在蜡片上鑽成一个一个小圆块。再用直径 10 毫米左右的鑽孔器，在小圆蜡块的中央，正确的鑽取小圆块取出，那么，剩下来的就成为一个小的圆形蜡圈了。这样一次可以做好几百个，装在瓶中保存备用。在鑽取的时候，鑽孔器要在没有火焰的热源上稍为烫热一下，这样鑽起来不仅方便，并且蜡圈也不会鑽碎。制成的蜡圈，大小是没有规定的；一般应该做得厚一些，高一些，可以容纳 4—5 滴溶液就可以了。

(二) 将钢铁表面加热，用蜡圈放在热的钢铁面上进行熔焊。但钢铁的加热温度，过高过低都不适宜。这个温度不容易控制，最好是用不锈钢的镊子，夹住一个蜡圈，移向酒

精灯火焰的側面，略略燙熔蜡圈的一面，立即放在鋼鉄表面需要溶取試样溶液的地方，同时用鑷子的平面向蜡圈上輕輕的压一下，使小蜡圈严密的焊住在鋼鉄样品的表面上。

(三) 焊好了蜡圈以后，立即向蜡圈中滴加溶剂。溶剂的种类，一般多数都是采用各种不同的酸液。通常鋼鉄被酸液溶解时，会产生很多的气泡。等到沒有气泡发生时，試样就算溶制完成。某些金屬在溶解时沒有气泡产生，那么，可把溶制的时间拖長 1—2 分鐘，使得它的反应完成。

(四) 反应完毕，用預先以蒸餾水冲洗清潔的滴液管，从蜡圈中吸出溶制好了的試样溶液，放到反应瓷板的凹孔中，或滴在濾紙上，然后按照各种不同的方法，进行不同元素的檢驗。

四、鋼鉄中常見元素檢驗法

(一) 錳的檢驗

檢驗法之一

儀器

1. 反应瓷板：一块。
2. 滴液管：四支。
3. 細玻璃棒：二支。

藥品

1. 混合酸液：濃硝酸 6 毫升、濃硫酸 2 毫升、蒸餾水 45 毫升的混合液。
2. 硝酸溶劑：比重 1.42 的硝酸 20 毫升、85% 的磷酸 5 毫升、蒸餾水 25 毫升的混合液。
3. 鉍酸鈉：取鉍酸鈉一克，懸混在 60 毫升蒸餾水中，用時必須搖勻。

手續

先用滴液管吸取混合酸液，壓出 2—3 滴，放在反应瓷板的凹孔中。再向鋼鉄試樣表面上已做好的蜡圈中，加入硝酸溶劑 2—3 滴，此時立即发生化学反应，产生气泡。用細玻璃棒輕微的攪動蜡圈中的溶液，等到气泡停止发生后，用滴液管吸出，移放在反应瓷板上事先放有混合酸液的凹孔中混合。然后加入鉍酸鈉三滴，即見有沉淀产生。用細玻璃棒攪勻，稍待片刻讓沉淀下降后，溶液即显示淡紅色或紫紅色，証明有錳存在。

檢驗法之二

儀器

1. 滴液管：二支。
2. 反应瓷板：一块。

藥品

1. 硝酸溶剂：濃硝酸加水一倍冲淡。
2. 氫氧化銀氨液：將濃氨水加入到飽和的硝酸銀液中至开始出现沉淀，繼續加入氨水至沉淀全部溶解为止，最后加入等量的氨水稀释。

手續

向鋼鉄試样表面上已做好的蜡圈中，加入硝酸溶剂2—3滴。等到不再产生气泡反应完毕时，用滴液管吸出，放在反应瓷板的凹孔中。然后加入氫氧化銀氨液一滴，試样溶液中即現出黑色，为錳存在的証明。如果氫氧化銀氨液在加入以前稍加微热，則反应特別迅速。但須注意，氫氧化銀氨液也能够被有机物还原成为黑色。故在作此檢驗时，应小心避免混入有机物，以免結果不确。

(二) 錳的檢驗

檢驗法之一

儀器

1. 滴液管：四支。
2. 角匙：一支。
3. 表面皿：一块。

藥品

1. 王水：濃鹽酸 20 毫升、濃硝酸 10 毫升的混合液。
2. 过氧化鈉：固体粉末。

3. 酚酞試紙：溶解一克酚酞在 100 毫升 50% 的酒精中，滴加氫氧化鈉稀溶液至呈極微的紅色為止，用濾紙條浸入潤濕，取出干燥後備用。

4. 二氨基聯苯：溶解二氨基聯苯在 5% 的乙酸中，做成飽和溶液。

手續

向鋼鉄試樣表面上已做好的蠟圈中，加入三滴王水，經約五分鐘反應完畢後，用滴液管吸出，移放在表面皿上。以角匙挑取過氧化鈉粉末少許，加入中和至酚酞試紙檢驗呈現深紅色時為止。然後用滴液管吸取一滴移放在濾紙上形成斑點，另用滴液管吸取二氨基聯苯液，在斑點的邊緣附近滴下一滴。接觸斑點的部分，如有藍色出現，即為有鉻存在的證明。

檢驗法之二

儀器

1. 反應瓷板：一塊。
2. 滴液管：五支。
3. 玻璃棒：一支。

藥品

1. 次亞溴酸鈉：在 50 毫升 5% 的氫氧化鈉溶液中，加入 25 毫升飽和的溴水成為黃色。如發現黃色已褪，試劑不能再用，應重新配制。

2. 硝酸溶劑：與檢驗錳的第一法相同。

3. 硫酸液：將比重 1.84 的濃硫酸 10 毫升，倒入 50 毫升的蒸餾水中搖勻。

4. 石炭酸液：溶解 5 克石炭酸在 50 毫升的乙酸中。

5. 对二苯基二氨脲液：溶解 0.05 克对二苯基二氨脲在 2.5 毫升的乙酸中，用 95% 的乙醇 50 毫升稀释。

手續

先在反应瓷板的凹孔中，加入次亞溴酸鈉溶液 2—3 滴。再向鋼鉄試样表面上做好的蜡圈中，加入硝酸溶剂 2—3 滴，用玻璃棒攪匀。反应完毕后，用滴液管吸取，移放一滴在反应瓷板上已加有次亞溴酸鈉的凹孔中混和。此时产生的黄色沉淀，加入硫酸液 1—2 滴使全部沉淀溶解后仍成黄色溶液，再加入石炭酸液一滴使轉变为白色，最后加入对二苯基二氨脲液 3—4 滴，即反应成为紅色或紫紅色，表示有鉻的存在。

(三) 鉻的檢驗

檢驗法之一

仪器

1. 滴液管：五支。
2. 微坩埚：一个。
3. 酒精灯：一个。
4. 三角架：一个。
5. 坩埚鑷：一把。
6. 反应瓷板：一块。

藥品

1. 混合酸：1:1 的鹽酸一份与 1:1 的硝酸三份混合。
2. 硫酸，鹽酸，氯化亞錫，硫氰酸鉍：都配成 10% 的溶液。

手續

在鋼鉄样品表面上已做好的蜡圈中，滴入 2—3 滴混合酸。約經 5—10 分鐘，反应完毕，用滴液管吸出，移入到微

坩堝中，放在三角架上，用酒精灯的小火焰在微坩堝下小心加热，將溶液蒸发至干。然后加入 10% 的硫酸溶液 5—6 滴，加热溶解微坩堝中的干燥物。用滴液管吸出一滴，放在反应瓷板的圓孔中，滴加氯化亞錫 1—2 滴，使溶液还原褪色，再在褪色的溶液中加入 5—6 滴硫氰酸鉍溶液，如現出紅棕色，即為有鉬存在的証明。

如溶样中有錳的存在，在加入氯化亞錫时，会产生暗藍色，影响鉬的显色反应。这时，应在濾紙上滴一滴鹽酸溶液，再另取溶样一滴，放在有鹽酸的濾紙上，然后再滴加一滴鹽酸，此时不溶解于酸的錳酸，就会集中在斑点的中心，鉬酸則向斑点的邊緣扩散。再按上述方法，滴加氯化亞錫溶液一滴在斑点的邊緣部分使顏色褪去，最后將硫氰酸鉍溶液一滴接触褪色的部分，如現出棕紅色，即表示有鉬的存在。

檢驗法之二

儀器

滴液管：四支。

藥品

1. 汽油：洗滌用。
2. 酒精：95%，普通工業用。
3. 硫酸：20% 的濃度。
4. 溴溶液：溶解 2 克溴及 4 克溴化鉀于 10 毫升水中。
5. 黃酸鉀：溶解 2 克黃酸鉀于 100 毫升蒸餾水中。

手續

將鋼鉄試样表面用金剛砂紙擦淨后，用汽油数滴溶去表面上可能存在的油脂，用濾紙吸干。再用酒精冲洗一遍，再

吸干。加一滴溴溶液，等到溴溶液的棕色消失后，用濾紙吸干，再加溴兩滴同样处理一次。然后在处理过的表面上，放一滴 20% 的硫酸溶液，經 2—3 分鐘反应完毕，加一滴黄酸鉀溶液。如有鉍存在，即呈現猩紅的色澤。

(四) 鉍的檢驗

檢驗法之一

儀器

1. 滴液管：四支。
2. 反应瓷板：一块。
3. 角匙：一支。
4. 玻璃棒：一支。

藥品

1. 硝酸溶剂：与檢驗錳的第一法相同。
2. 鹽酸：配成 10% 的溶液。
3. 氟化鉍：固体粉末。
4. 硫氰酸鉍：在丙酮中的饱和溶液。

手續

在鋼鉄样品表面上已做好的蜡圈中，滴加硝酸溶剂 2—3 滴，如作用不快，再滴加 10% 的鹽酸 1—2 滴。經約數分鐘反应完毕后，用滴液管吸出，移放在反应瓷板的凹孔中，用角匙挑取氟化鉍固体粉末少許加入，同时滴加硫氰酸鉍溶液 3—4 滴，以玻璃棒攪勻。如有鉍存在，即显示翠綠色。根据鋼鉄中的含鉍量多少，色澤也有深淺。

檢驗法之二

儀器

1. 滴液管：五支。

2. 微坩埚：一只。

3. 水浴：一套。

4. 酒精灯：一个。

藥品

1. 硝酸：濃硝酸加蒸餾水一倍沖淡。

2. 乙酸鉍：20%的溶液。

3. 乙酸鋅：1%的溶液。

4. 汞硫氰酸鉍液：溶解8克氯化汞及9克硫氰酸鉍在100毫升的蒸餾水中。

手續

如上法一樣在蜡圈中放入1—2滴硝酸，經數分鐘後反應完畢，用滴液管吸出，放在微坩埚中，在水浴上加熱蒸發。將近干涸時，取下放冷，按次序加入乙酸鉍、乙酸鋅、汞硫氰酸鉍溶液各一滴。如反應成為青藍色的沉淀，表明有鉍的存在。

(五) 錫的檢驗

儀器

1. 手搖鑽：一具。

2. 反應瓷板：一塊。

3. 白金絲玻璃棒：一支。

4. 酒精灯：一盞。

5. 滴液管：兩支。

藥品

1. 過氧化鈉：固體粉末。

2. 氯化亞錫：溶解25克氯化亞錫在35毫升的濃鹽酸中，略微加熱後用蒸餾水100毫升稀釋。