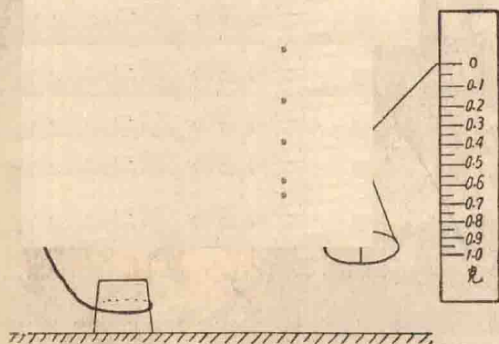


土法上马 遍地开花

鋼鐵、鐵矿石、石灰石 的土法分析

鞍鋼中央試驗室編



辽宁人民出版社

目 錄

前 言

鋼中碳的測定	2
鋼鉄中矽的測定	4
鋼鉄中錳的測定	6
鋼鉄中磷的測定	7
鋼鉄中硫的測定——比濁法（第一法）	10
鋼鉄中硫的測定——容量法（第二法）	11
鉄矿石中全鉄的測定	13
鉄矿石中二氧化矽的測定	15
鉄矿石中硫的測定	17
石灰石中氧化鈣簡易測定法	18

附錄

I. 試樣稱量和分析所需之工具及儀器（量器）	20
II. 試樣採取法	24
III. 使用藥品須知	25
IV. 鋼鐵中測定碳、矽、錳、磷、硫 土法分析操作略圖	26

前 言

在党中央的号召下，全民煉鋼煉鉄的运动，正以排山倒海之势向前推进。为了适应全民煉鋼煉鉄的需要，鋼鉄和原料的試驗与分析工作也需要以土法代替，才能迅速扩大分析的队伍，解决技术的困难和仪器、設備不足的問題。

这里所介紹的土法分析是我室工人和工程技术人员一起在短时期內研究出来的，它的优点是設備簡單，容易掌握，不需要較繁瑣的計算，在短时期內就可以学会，並且所用的仪器藥品，可以隨身攜帶，到各处进行临时化驗。

需要說明的是，我們所用的方法，都是和日常化学分析方法平行比較而确定的，还没有来得及在生产中反复考驗；土鋼土鉄中如含有較多的夹杂物質时，本法不尽适用；在理論上是否有不妥当的地方也没有来得及仔細推敲。总之，形势逼人，不容迟緩，这一切都有待于各方同业的指正，以便改进。

鞍鋼中央試驗室化學室

1958年11月10日

鋼中碳的測定

一 方法要点

碳在鋼鉄中呈碳化鉄状态存在，当用一定量稀硝酸在低溫或在水浴上溶解后，呈黃色至褐色的高級二硝基碳水化合物。这个化合物的顏色强度与試样中的碳化鉄的含量亦即鋼中含碳量多少呈一定比例关系。本法即根据該原理，借比色法測定鋼鉄中碳含量。

二 所需仪器与試剂

1. 仪器：（1）三角瓶（100 毫升）；（2）相同体积相同內徑的玻璃管（可用納氏比色管）二支；（3）具有一定刻度的文具尺一支；（4）量筒或量杯（50毫升）；（5）土天秤一台（見附图）；（6）加热器（煤火爐或酒精噴灯均可）。

2. 試剂：（1）稀硝酸（1:2）——系指濃硝酸 1 份与水 2 份混合，余此类推；（2）已知含碳量的标准鋼样或用精密方法作过的試样作为标样。

三 操作过程

称試样和标样各 0.2 克，分別放于 100 毫升三角瓶中，加硝酸（1:2）15 毫升，在 90—100°C 加热溶解至溶液透明。然后将溶液冷却，移于比色管中，与标样溶液的顏色进行比较。如顏色較标样溶液的顏色深，应适当的加水稀釋至与标样溶液

的顏色相同；如顏色較標樣溶液的顏色淺，應將標樣的溶液進行加水適當的稀釋至與試樣溶液的顏色相同。然後用尺量出標樣與試樣兩者溶液的高度，依下式算出含碳量：

$$\text{碳}\% = \frac{\text{甲} \times \text{乙}}{\text{丙}}$$

式中：甲——表示標樣中碳的百分含量；

乙——試樣溶液的高度；

丙——標樣溶液的高度。

四 本法與容量法結果的比較

試 樣 記 號	碳 %		誤 差
	本 法	容 量 法	
5-721甲	0.11	0.104	+0.006
2-665甲	0.22	0.187	+0.033
6-669乙	0.64	0.605	+0.035
3-669甲	0.705	0.68	+0.025
5-722乙	0.70	0.71	-0.04
標 153	0.14	0.13	+0.01
2	0.41	0.376	+0.034
4	0.70; 0.67	0.67	+0.03; 0

注：本法所列結果是我室試驗中的一部分，由於熟練程度、試樣條件不同，其誤差可能有較大出入，本表只供參考。以下各比較表同此。

本法，操作簡單快速，能得到比較可靠的結果，同時不需要複雜的儀器和貴重的藥品，對鋼分析有一定價值。

如在溶試樣時發現有不溶解的黑色顆粒，可能是石墨碳，一般的可判定是鐵非鋼，可不進行含碳量的測定。

本法不適用於生鐵中總碳量的測定，只適用其中化合碳的測定。其測定法如下：稱生鐵試樣 0.2 克放於 100 毫升三角瓶中，加硝酸（1:2）15 毫升，在水浴上加熱溶解。俟試樣溶解後，冷卻。然後移於比色管中，用水稀至標線，靜

置若干時間（此時石墨碳沉澱于管的底部）。然後吸出部分澄清溶液，與平行操作之生鐵標樣溶液進行比色，按上述方法求出化合碳的百分含量。

鋼鐵中矽的測定

一 方法要點

本法系將試樣溶解於硫酸中，使矽化鐵中的矽轉變為正矽酸，與鉬酸鉍作用生成雜元酸鉬黃（此黃色被磷鉬藍的藍色遮蓋而不顯），然後再加入草酸——硫酸混合酸將磷鉬藍破壞，再利用試液本身在反應中所生成的低價鐵，在一定條件下將鉬黃還原變為鉬藍。然後用目視比色法進行測定。

二 所需儀器與試劑

1. 儀器：（1）三角瓶（100 毫升）；（2）相同體積相同內徑的玻璃管（可用納氏比色管）數個；（3）具有一定刻度的文具尺一支；（4）量筒或量杯（50 毫升）；（5）土天秤一台；（6）4 毫升移液管一支。

2. 試劑：（1）硫酸（1:10）、（1:3.5）及（5:1000）；（2）鉬酸鉍 5% 溶液——系指 5 克鉬酸鉍溶于 100 毫升水中，余此類推；（3）草酸——硫酸混合酸，草酸 4% 溶液與硫酸（1:3.5）按體積以 4:1 混合；（4）已知矽含量的標準鋼、鐵試樣。

三 操作過程

稱試樣 0.2 克放於 100 毫升三角瓶中，加硫酸（1:10）15 毫升，置於沸水中加熱溶解，溶解完畢後，將溶液移於 100 毫升納

氏比色管中，冷却，加水稀至刻度（如用玻璃管可稀至与标样相同体积），振荡混匀。用吸液管吸取溶液4毫升，放于100毫升納氏比色管或玻璃管中，加硫酸（5:1000）15毫升，鉬酸鉍溶液（5%）5毫升（此时溶液呈深藍色），然后立即浸入沸水中振荡30秒（此时深藍色退去，溶液呈淺綠色），取出加草酸——硫酸混合酸15毫升，以冷水冷却，放置約2分鐘。進行适当的稀釋与平行操作的标准样溶液的顏色进行比較，至顏色相同。然后用尺量出两者溶液的高度，試样中矽的含量按下式算出：

$$\text{矽}\% = \frac{\text{甲} \times \text{乙}}{\text{丙}}$$

式中：甲——表示标样中矽的百分含量；

乙——表示試样溶液的高度；

丙——表示标样溶液的高度。

四 本法与光电比色法的結果比較

試 样 記 号	矽 %		誤 差
	本 法	光电比色法	
D2722	0.630	0.620	+0.010
D2719	1.06	0.995	+0.065
D2753	0.580	0.550	+0.030
A13031	2.40	2.169	+0.23
A1305	0.76	0.79	-0.03
B21577	1.04	0.953	+0.087

从表中所試驗的数字可以看出，本法一般可以满足目前土法鋼鐵分析上的要求。

注：为了得出比較准确的結果，可多吸出 1~2 个溶液与标准样溶液进行比色，然后将所得結果平均报出之。以下各比色法可同此。

鋼鉄中錳的測定

一 方法要点

錳在鋼鉄中以硫化錳和碳化錳状态存在，可以用硝酸处理样品，使之轉变为硝酸錳。然后将此硝酸錳，在有硝酸銀存在下为接触剂，用高硫酸銨氧化为七价的紫紅色的高錳酸，然后将此紫紅色溶液与标准样品的紫紅色溶液用目視比色进行測定。

二 所需仪器及試剂

1. 仪器：三角瓶 (250毫升)，其余的仪器与碳的測定所用的仪器同。

2. 試剂：(1) 硝酸 (1:3)；(2) 高硫酸銨10%溶液；(3) 硝酸銀 0.1% 溶液；(4) 已知含錳量的标准鋼鉄試样。

三 操作过程

称試样 0.2 克置于 250 毫升三角瓶中，加硝酸 (1:3) 35~40 毫升，加热溶解，必要时可加水保持溶液体积在 20~30 毫升，加高硫酸銨溶液 (10%) 3 毫升 (鋼可不加)，煮沸使高硫酸銨分解 (溶液見生成大气泡后繼續煮沸 1~2 分鐘)。加水 30 毫升稀釋，此时溶液之体积应为 50 毫升左右。加硝酸銀溶液 (0.1%) 20 毫升，煮沸，加高硫酸銨溶液 (10%) 10 毫升，加热至生成小气泡后取下，放置 1~2 分鐘。以流水冷却至室溫。然后将溶液移于納氏比色管中，加水至标綫混勻。以移液管吸

取溶液 4 毫升，放于另一納氏比色管中，加水进行适当稀釋至与平行操作的标准溶液的颜色相同，然后用尺量出标样溶液和試样溶液的高度，試样中錳的含量按下式算出：

$$\text{錳}\% = \frac{\text{甲} \times \text{乙}}{\text{丙}}$$

式中：甲——表示标准样中錳的百分含量；

乙——試样溶液的高度；

丙——标样溶液的高度。

四 本法与滴定法結果的比較

試 样 記 号	錳 %	
	本 法	滴 定 法
自 制 标 样	0.82	0.79; 0.80;
		0.82; 0.84;
		0.815; 0.83;
		0.85

鋼鉄中磷的測定

一 方法要点

本法系使磷与鉬酸鉍相作用，生成黃色磷鉬酸鉍沉澱，根据黃色沉澱的多少，比較其混濁度来进行測定。

二 所需仪器及試剂

1. 仪器：与分析錳所用之仪器同。

2. 試劑：（1）硝酸（1:3）；（2）高錳酸鉀飽和液；（3）硫酸亞鐵飽和液，含有數滴濃硫酸；（4）鉬酸鉍溶液：溶解鉬酸鉍 65 克于 142 毫升熱水中，冷卻後加氫氧化鉍（比重 0.9）58 毫升——溶液甲。于硝酸（2:3）715 毫升中加氫氧化鉍 85 毫升——溶液乙。使用時每班臨時按兩溶液體積比 1:4 混合之（取溶液甲 1 份注入溶液乙 4 份中）；（5）已知含磷量的標準鋼鐵試樣。

三 操作过程

稱取試樣 1 克，置于 250 毫升三角瓶中，加硝酸（1:3）50 毫升，加熱溶解。試樣不溶時，可繼續加水保持體積不少於 30 毫升，待試樣全部溶解後，滴入高錳酸鉀飽和液至稍過量，煮沸至生成褐色的二氧化錳沉澱為止。滴加硫酸亞鐵飽和液至溶液澄清，煮沸 1—2 分鐘（生鐵則需用棉花塞于濾斗中過濾，以硝酸（2:100）約 30 毫升洗滌數次）。然後將溶液加熱至沸，取下，靜置片刻。加鉬酸鉍溶液 40 毫升（鐵加 50 毫升），加完鉬酸鉍後溶液的溫度應為 55—65°C，用橡皮塞塞緊瓶口，劇烈振蕩 3—5 分鐘。以流水冷卻至室溫。然後將此溶液連同黃色沉澱移于 100 毫升納氏比色管中，振蕩混勻。然後進行適當的稀釋至與標樣溶液的黃色混濁度相同，然後用尺量出兩溶液的高度，試樣中磷的含量按下式算出：

$$\text{磷}\% = \frac{\text{甲} \times \text{乙}}{\text{丙}}$$

式中：甲——表示標樣中磷的百分含量；

乙——試樣溶液的高度；

丙——標準樣溶液的高度。

四 本法與容量法的結果比較

試樣記号	磷 %		誤 差	
	本 法	容 量 法		
1	0.050; 0.060; 0.060; 0.050; 0.048; 0.060	0.055	-0.005; +0.005; +0.005; -0.005; -0.007; +0.005	
2	0.130; 0.100; 0.120; 0.120; 0.120	0.110	+0.020; -0.010; +0.010; +0.010; +0.010	
3	0.400; 0.420; 0.400	0.360	+0.040; +0.060; +0.040	

本法也可以根据磷含量的高低，作出一系列的标准混濁度溶液。然后将試样溶液的混濁度与之比較，求出磷含量。

磷的标准混濁度溶液的配制：

甲法：取經過用正規方法分析过的已知磷含量高低不同的数个样品，依上述操作过程操作，然后分別放于相同体积相同內徑的一系列玻璃管或納氏比色管中，用胶塞塞住，当試样分析完毕后，混匀，即可与之比較。

乙法：取一个已知磷含量的标准样品，例如取 1 克样分析出其磷含量为 0.191%，当取 0.9 克时为 0.172%，0.8 克时为 0.153%，0.7 克时为 0.134%……等，依次遞減，然后按上述操作过程操作，再放于一系列的相同体积相同內徑的玻璃管或納氏比色管中，用胶塞塞严，試样分析完毕后，即可与之比較。

鋼鉄中硫の測定—比濁法 (第一法)

一 方法要点

硫在鋼鉄中主要以硫化錳和硫化鉄の形式存在着。当試样在稀硫酸中溶解时, 这些硫化物分解生成硫化氫, 然后将該气体用硝酸銀溶液吸收生成黑色的硫化銀沉淀, 根据沉淀の多少 (混濁度) 与标准样の混濁度进行比较, 測定其含硫量。

二 所需儀器及試劑

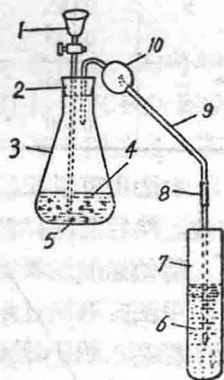
1. 儀器:

- (1) 安全漏斗两个;
- (2) 空气球两个;
- (3) 三角瓶 (250 毫升), 其余の儀器与其他元素所用の相同。

2. 試劑:

- (1) 硫酸 (1:4);
- (2) 硝酸銀 0.1% 溶液;
- (3) 已知含硫量の标准鋼鉄試样。

发生瓶装置如右图所示。



- (1) 安全漏斗;
- (2) 橡皮塞;
- (3) 三角瓶;
- (4) 硫酸 (1:4);
- (5) 試样;
- (6) 硝酸銀溶液 0.1% (40 毫升);
- (7) 納氏比色管 (100 毫升);
- (8) 胶皮管;
- (9) 玻璃管 (直径 4 耗);
- (10) 空气球。

三 操作过程

称試样 1 克置于三角瓶中, 盖上发生 (10) 空气球。器の胶塞, 立即由安全漏斗中加入硫酸 (1:4) 40 毫升, 加热溶

解，至硝酸銀吸收液內不冒气泡为止。然后，將溶液冷却至室溫混勻。而后用水适当的稀釋至与标准样的溶液混濁度相同，用尺量出两溶液的高度，含硫量按下式算出之：

$$\text{硫}\% = \frac{\text{甲} \times \text{乙}}{\text{丙}}$$

式中：甲——表示标准样中硫的百分含量；

乙——試样溶液的高度；

丙——标准样溶液的高度。

四 本法與燃燒法結果的比較

試 样 記 号	硫 %		誤 差
	燃 燒 法	比 濁 法	
1	0.058	0.049	-0.009
2	0.035	0.029	-0.006
3	0.087	0.090	+0.003
4	0.066	0.060	-0.006
5	0.084	0.0908	+0.0024
6	0.0976	0.0930	-0.0046

注：本法不易掌握，非熟練人員操作誤差較大，如需測定較高精確度的含硫量不易达到要求時，可以采用第二法。

鋼鐵中硫的測定——容量法（第二法）

一 方法要点

鋼鐵中的硫化物在盐酸的作用下分解，放出硫化氫气体。將該气体用氫氧化鈉溶液吸收而成硫化鈉沉淀下来。以后，再

向吸收液中加入盐酸，用碘酸钾标准液滴定，使析出的碘与硫化氢反应，借碘的淀粉蓝色来观察反应终点。

二 所需儀器與試劑之配制

1. 儀器:

- (1) 25毫升滴管一支;
- (2) 1 立升容量瓶一个;
- (3) 250 毫升三角瓶三个。

2. 試劑:

(1) 盐酸(1:1)，取盐酸 (1.19) 100 毫升加水 100 毫升混勻。

(2) 淀粉溶液: 可溶性淀粉 1 克放于燒杯中，加冷水約 5 毫升，攪拌至无块状后，將已准备好的沸水 100 毫升一次倒入燒杯中，然后加入氫氧化鉀 1 克，冷后加碘化鉀 1.5 克，攪勻。

(3) N/50 碘酸鉀标准溶液: 称碘酸鉀 0.713 克，置于 1 升容量瓶中，加入氫氧化鉀 0.5 克，水 200 毫升，再加碘化鉀 10 克，完全溶解后稀釋至刻度混勻。

(4) 氫氧化鈉 2.5% 溶液，取氫氧化鈉 2.5 克溶于 100 毫升水中。

三 操作过程

称試样 0.2~0.5 克置于 250 毫升之三角瓶中，于另一三角吸收瓶加入氫氧化鈉溶液 80 毫升。然后將 40 毫升盐酸(1:1) 迅速加入放有試样的三角瓶中，立即塞好塞子，先以小火徐徐加热，然后逐漸增高溫度，將試样全部溶解后，取下吸收瓶(吸收液发热应以冷水冷却)，加入淀粉 1~2 毫升，並加盐

酸 (1:1) 20 毫升，立即用碘酸鉀标准溶液滴定至呈現穩定的藍色為止。

計算方法：

$$\text{硫}\% = \frac{\text{甲} \times 0.032}{\text{乙}}$$

式中：甲——滴定时所用之碘酸鉀毫升数；

乙——試样之重量克数。

注：所用發生瓶裝置與第一法同。

鐵矿石中全鐵的測定

一 方法要点

矿石中各成分的比重各有不同，如磁鉄矿比重为 5.16~5.18、赤鉄矿的比重为 4.9~5.3、石英为 2.67、綠泥石为 2.95~3.78……等，矿石中各成分的含量不同，其比重也不同。从上述数字可以看出，矿石比重愈大其品位愈高，用此原理即可測定鉄矿石中全鉄的含量。

二 所需儀器

本法操作簡便，不需任何藥品，只需200毫升量筒一个(或用玻璃管与量尺代替亦可)。

三 操作过程

在量筒中加水 100 毫升，称試样50克(或更多一些亦可)，倒入盛水的量筒中，用玻璃棒或筷子攪拌，使全部試样与水接

触均匀。此时水面上升，待试样下降后，记下水面的刻度，依下式计算全铁的含量：

$$\text{全铁}\% = \frac{\text{甲}}{\text{丙}-\text{乙}} \times \text{系数}$$

式中：甲——试样重（50克）；

乙——量筒原来盛水的体积（100 毫升）；

丙——加入试样后水上升的体积。

系数——取一当地所产铁矿石用正规分析方法测得其全铁%为 A ，并用本法测得其比重 $\left(\frac{\text{甲}}{\text{丙}-\text{乙}}\right)$ 为 B ，系数 = $\frac{A}{B}$ 。

全铁的计算亦可制定铁矿石比重与全铁含量对照表。求得铁矿石的比重，即可查表求出全铁的含量。如已知一铁矿石的全铁% = 37.41，其比重为 2.94，用比例法可以求出一系列不同的比重相对应的全铁含量，制成对照表如下：

比 重	全 铁 %	比 重	全 铁 %
2.65	33.70	2.95	37.52
⋮	⋮	2.96	37.65
⋮	⋮	2.97	37.77
2.91	37.02	⋮	⋮
2.92	37.14	⋮	⋮
2.93	37.27	3.22	40.55

四 本法与重鉻酸鉀法的結果比較表

試樣記號	全 鐵 %		誤 差
	本 法	重 鉻 酸 鉀 法	
1	36.29	35.95	+0.34
2	40.95	40.55	+0.40
3	33.66	33.09	+0.57
4	36.28	36.30	-0.02
5	37.35	37.55	-0.20
6	35.31	34.83	+0.48
7	40.95	40.69	+0.26

五 備 注

本法只适合于測定同一类型及同一产地的鉄矿石的全鉄。如矿石的类型不同（如磁鉄矿与赤鉄矿等）或产地不同，不能用同一标样，需另外求系数或制表。

如用玻璃管与量尺，可以用溶液的高度代替毫升数。

鉄矿石中二氧化矽的測定

一 方法要点

本法系将矿样用过氧化鈉熔融后，然后溶于盐酸中，使二氧化矽轉变为正矽酸，当与鉬酸鉍作用下生成杂元酸鉬黃，将此鉬黃用亚鉄盐还原变为鉬藍，然后用目視比色法进行測定。