

理化分析测试指南

金属材料部分

钢铁化学分析分册

国防工业出版社

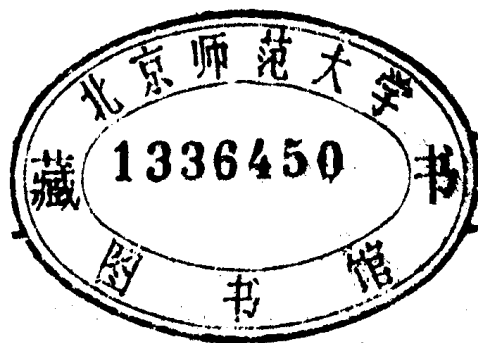
JY1172/23

理化分析测试指南

金属材料部分

钢铁化学分析分册

李宽亮 主编



国防工业出版社

内 容 提 要

本书为理化分析测试指南丛书中的钢铁化学分析部分。

全书共分三部分。第一部分主要介绍了仲裁分析和日常分析法（以贯彻标准为主），是测试工作的依据；第二部分介绍了制订仲裁分析过程中的条件试验；第三部分主要简介了近代分析化学使用的仪器及化学计量方面的有关情况。

本书方法可靠、通俗易懂，可供从事理化工作的有关人员参考与使用。

理化分析测试指南

金属材料部分

钢铁化学分析分册

李宽亮 主编

*

国防工业出版社出版

新华书店北京发行所发行 各地新华书店经售

国防工业出版社印刷厂印装

*

787×1092 1/16 印张34³/₄ 811千字

1985年12月第一版 1985年12月第一次印刷 印数：0,001—3,270册

统一书号：15034·3000 定价：7.05元

前 言

鉴于国内有为数不少的厂矿、企业地处交通不便，情报闭塞的山区或边远地区。他们迫切要求有一套理化分析测试方面的综合性工具图书。为此，我们编写了本套丛书。

丛书将分为金属材料与非金属材料理化测试技术两大类。

金属材料理化测试包括：化学分析；机械性能测试；金相检验；无损探伤等分册。非金属材料理化测试包括：高聚物；橡胶；防腐包装；玻璃与陶瓷等分册，将分别陆续出版。

本册为金属材料理化分析测试化学分析分册中的钢铁化学分析，全书分为三个部分。

第一部分，分析方法。其内容是介绍仲裁分析和日常分析法，可作为测试工作中的依据。第二部分，方法说明。其内容是叙述制订仲裁分析过程中的条件试验，可供测试人员在测试过程中，一旦产生故障时，提供寻找产生故障的线索及其排除方法。第三部分，近代分析化学基本知识。主要内容是简单介绍近代成分分析仪器；电子计算机在分析化学中的应用；以及化学计量方面的基本情况，目的是增加测试人员对新知识及现代测试设备方面的了解。从而开阔理化测试人员在工作中的思路。

全套丛书的规划及最后审定由张盛英工程师负责。本册由东华计量所组织、编写、审核，210所、617厂、356厂、282厂等参加工作。由李宽亮工程师主编，徐曼一、黄按佑、王敏修、张艳、杜吉成、李贯一等工程师具体编写。

在编写过程中参考了国内外标准、钢铁研究总院的规程起草报告、许多单位的现行分析规程以及有关的新知识，新技术方面的资料。

在编写过程中还得到了五二研究所；内蒙一机厂；内蒙二机厂等几十个单位的支持，有的并为本书的编写提供了参考素材，在此一并致谢。

我们在编写过程中虽然力求做到：方法可靠，内容丰富，通俗易懂。但限于我们的水平，难免有不够全面或错误的地方，尚望广大读者及同行批评指正。

编 者

一九八五年元月

目 录

第一部分 分析方法

第一章 碳量的测定 2	第四节 过硫酸铵氧化光度法.....53
第一节 碱石棉吸收重量法..... 2	第六章 镍量的测定57
第二节 气体容量法..... 5	第一节 丁二酮肟重量法.....57
第三节 游离碳的分离..... 8	第二节 丁二酮肟镍光度法.....59
第四节 乙醇-乙醇胺非水容量法 ... 9	第三节 丁二酮肟-三氯甲烷萃 取光度法.....61
第二章 硫量的测定12	第四节 丁二酮肟分离-EDTA 容量法.....63
第一节 氧化铝色层分离-硫酸 钡重量法.....12	第五节 氟化铵、六偏磷酸钠联 合掩蔽-EDTA 容量法66
第二节 燃烧-碘酸钾容量法15	第七章 铬量的测定69
第三节 还原蒸馏-次甲基蓝光 度法.....19	第一节 过硫酸铵氧化容量法.....69
第三章 磷量的测定23	第二节 碳酸钠分离-二苯碳酰 二肟光度法.....73
第一节 二安替吡啉甲烷磷钼酸 重量法.....23	第三节 二苯碳酰二肟光度法.....75
第二节 磷钼酸铵容量法.....25	第八章 钼量的测定79
第三节 铋磷钼蓝光度法.....29	第一节 α -安息香肟重量法79
第四节 乙酸丁酯萃取磷钼蓝 光度法.....31	第二节 硫氰酸盐光度法.....83
第五节 氟化钠-氯化亚锡光 度法.....34	第三节 硫氰酸盐-乙酸丁酯萃 取光度法.....85
第六节 磷钒钼黄光度法.....36	第四节 抗坏血酸还原光度法.....88
第四章 硅量的测定38	第九章 钒量的测定90
第一节 高氯酸脱水重量法.....38	第一节 高锰酸钾氧化容量法.....90
第二节 草酸-硫酸亚铁硅钼蓝 光度法.....40	第二节 钼试剂-三氯甲烷萃取 光度法.....93
第三节 铜铁试剂分离-正丁醇 萃取硅钼蓝光度法.....43	第三节 5-Br-PADAP-H ₂ O ₂ 光度法.....95
第五章 锰量的测定46	第十章 铜量的测定97
第一节 硝酸铵氧化容量法.....46	第一节 硫代硫酸钠-碘量法97
第二节 亚砷酸钠-亚硝酸钠容 量法.....48	第二节 新亚铜灵-三氯甲烷萃取 光度法.....99
第三节 高碘酸钠(钾)氧化 光度法.....51	第三节 BCO 光度法.....101
	第十一章 钨量的测定105

第一节	β -萘啉重量法	105	第二节	甲醇蒸馏-姜黄素 光度法	165
第二节	氯化四苯肿-硫氰酸盐- 三氯甲烷萃取光度法	108	第三节	姜黄素光度法	168
第三节	硫氰酸盐光度法	111	第四节	次甲基蓝-1,2-二氯乙烷萃 取光度法	170
第四节	对位苯二酚光度法	112	第十八章	镁量的测定	174
第十二章	钛量的测定	115	第一节	铜试剂分离-二甲苯胺 蓝Ⅱ光度法	174
第一节	二氧化钛重量法	115	第二节	铜试剂分离-铬黑T 光度法	176
第二节	变色酸光度法	119	第三节	铜试剂分离-铬变酸2R 光度法	178
第三节	二安替吡啉甲烷光度法	122	第四节	偶氮氯膦Ⅰ光度法	180
第十三章	钴量的测定	125	第十九章	铈量的测定	183
第一节	电位滴定法	125	第一节	离子交换分离-五氧化二 铈重量法	183
第二节	亚硝基R盐光度法	127	第二节	离子交换分离-氯磺 酚S光度法	185
第三节	5-CI-PADAB光度法	129	第三节	丹宁-钽试剂重量法	188
第十四章	钨量的测定	132	第四节	离子交换分离-PAR 光度法	191
第一节	蒸馏分离-氨磺容 量法	132	第五节	二甲酚橙光度法	194
第二节	蒸馏分离-靛酚蓝光 度法	135	第二十章	钽量的测定	197
第三节	蒸馏分离-酸碱容量法	138	第一节	离子交换分离-连苯三 酚光度法	197
第四节	蒸馏分离-奈氏试剂 光度法	141	第二节	离子交换分离-溴邻苯 三酚红光度法	200
第十五章	铝量的测定	144	第三节	孔雀绿-苯萃取光度法	202
第一节	氟化钠分离-EDTA 容量法	144	第二十一章	铈量的测定	205
第二节	铬天菁S光度法	146	对溴(氯)苦杏仁酸沉淀分离-偶 氮肿Ⅱ光度法	205	
第三节	铜铁试剂分离-铬天菁 S光度法	149	第二十二章	砷量的测定	208
第四节	铬天菁S-氯化十六烷基 吡啶光度法	152	第一节	次磷酸盐还原-碘量法	208
第十六章	稀土总量的测定	154	第二节	蒸馏分离-钼蓝光度法	211
第一节	萃取分离-偶氮氯膦 mA光度法	154	第三节	铜试剂银光度法	213
第二节	萃取分离-偶氮肿Ⅱ 光度法	156	第二十三章	铈量的测定	217
第三节	甲基异丁基酮-PMBP-盐 酸萃取分离-偶氮肿Ⅰ 光度法	159	第一节	载体沉淀-铈磷钼蓝 光度法	217
第十七章	硼量的测定	163	第二节	孔雀绿-苯萃取光度法	221
第一节	酸碱中和容量法	163			

第二十四章 锡量的测定	225	第二十五章 铋量的测定	234
第一节 苯芴酮-CTMAB 光度法	225	第一节 铜试剂-四氯化碳萃取分离-半二甲酚橙光度法	234
第二节 蒸馏分离-苯芴酮-CTMAB 光度法	227	第二节 蕃木鳖碱-三氯甲烷萃取光度法	237
第三节 邻苯二酚紫-CTMAB 光度法	230	第二十六章 铅量的测定	241
		沉淀分离-二甲酚橙光度法	241
第二部分 方法说明			
第一章 碳量测定说明	246	第六章 镍量测定说明	315
第一节 碱石棉吸收重量法的说明	246	第一节 丁二酮肟重量法的说明	315
第二节 气体容量法的说明	250	第二节 丁二酮肟镍光度法的说明	321
第三节 游离碳分离法说明	256	第三节 丁二酮肟-三氯甲烷萃取光度法的说明	325
第二章 硫量测定说明	261	第七章 铬量测定说明	328
第一节 氧化铝色层分离-硫酸钡重量法的说明	261	第一节 过硫酸铵氧化容量法的说明	328
第二节 燃烧-碘酸钾容量法的说明	267	第二节 碳酸钠分离-二苯碳酰二肟光度法的说明	331
第三节 还原蒸馏一次甲基蓝光度法的说明	271	第八章 钼量测定说明	334
第三章 磷量测定说明	276	第一节 α -安息香肟重量法的说明	334
第一节 二安替吡啉甲烷磷钼酸重量法的说明	276	第二节 硫氰酸盐光度法的说明	338
第二节 磷钼酸铵容量法的说明	281	第三节 硫氰酸盐-乙酸丁酯萃取光度法的说明	342
第三节 乙酸丁酯萃取磷钼蓝光光度法的说明	287	第九章 钒量测定说明	348
第四章 硅量测定说明	294	钼试剂-三氯甲烷萃取光度法的说明	348
第一节 高氯酸脱水重量法的说明	294	第十章 铜量测定说明	352
第二节 草酸-硫酸亚铁硅钼蓝光度法的说明	300	第一节 硫代硫酸钠-碘量法的说明	352
第五章 锰量测定说明	305	第二节 新亚铜灵-三氯甲烷萃取光度法的说明	354
第一节 硝酸铵氧化容量法的说明	305	第十一章 钨量测定说明	358
第二节 亚砷酸钠-亚硝酸钠容量法的说明	308	第一节 β 萘啉重量法的说明	358
第三节 高碘酸钠(钾)氧化光度法的说明	312	第二节 氯化四苯肼-硫氰酸盐-三氯甲烷萃取光度法的说明	361

第十二章 钛量测定说明	364	第十九章 铈量测定说明	410
第一节 二氧化钛重量法的说明	364	第一节 离子交换分离-五氧化二铈重量法的说明	410
第二节 变色酸光度法的说明	370	第二节 离子交换分离-氯磺酚 S 光度法的说明	412
第三节 二安替吡啉甲烷光度法的说明	373	第二十章 钽量测定说明	417
第十三章 钴量测定说明	376	第一节 离子交换分离-连苯三酚光度法的说明	417
第一节 电位滴定法的说明	376	第二节 离子交换分离-溴邻苯三酚红光度法的说明	420
第二节 亚硝基 R 盐光度法的说明	381	第二十一章 铊量测定说明	424
第三节 5-Cl-PADAB 光度法的说明	383	对溴(氯)苦杏仁酸沉淀分离-偶氮胂Ⅲ光度法的说明	424
第十四章 氮量测定说明	386	第二十二章 砷量测定说明	428
第一节 蒸馏分离-氨磺酸容量法的说明	386	第一节 次磷酸盐还原-碘量法的说明	428
第二节 蒸馏分离-靛酚蓝光度法的说明	388	第二节 蒸馏分离-砷钼蓝光度法的说明	433
第十五章 铝量测定说明	392	第二十三章 铋量测定说明	437
铜铁试剂分离-铬天菁 S 光度法的说明	392	载体沉淀-铋磷钼蓝光度法的说明	437
第十六章 稀土总量测定说明	397	第二十四章 锡量测定说明	444
萃取分离-偶氮氯膦 mA 光度法的说明	397	苯芴酮-CTMAB 光度法与蒸馏分离-苯芴酮-CTMAB 光度法的说明	444
第十七章 硼量测定说明	400	第二十五章 铊量测定说明	448
第一节 酸碱中和容量法的说明	400	铜试剂-四氯化碳萃取分离-半二甲酚橙光度法的说明	448
第二节 甲醇蒸馏-姜黄素光度法的说明	401	第二十六章 铅量测定说明	454
第十八章 镁量测定说明	405	沉淀分离-二甲酚橙光度法的说明	454
铜试剂分离-二甲苯胺蓝Ⅰ光度法的说明	405		

第三部分 近代分析化学基本知识

第一章 近代成分分析常用仪器		注射分析	473
简介	462	第七节 电子计算机在分析化学中的应用	476
第一节 发射光谱仪	462	第二章 化学计量简介	481
第二节 原子吸收光谱仪	464	第一节 化学计量与化学计量的范围、内容及其特点	481
第三节 气体分析仪	465	第二节 化学计量的基本单位及其量值的传递	482
第四节 表层分析仪	467		
第五节 α 射线荧光光谱仪	472		
第六节 分光光度与流动			

第三节 国外化学计量工作情况 …482

第四节 国外已开展的化学计量

项目及其概况 ……484

第五节 化学计量的发展方向 ……486

附 录

I	气体容量法测定碳的温度、气 压修正系数表 ……490
II	常用酸、碱的浓度和密度 ……505
III	酸碱指示剂的变色范围 (以变色 pH 范围为序) …511
IV	钢铁中各元素分析结果 允许差 ……531

V	分析化学实验室安全 技术规则 ……535
VI	GB1467-78 冶金产品化学 分析方法标准的总则及一 般规定 ……540
	参考文献 ……542

第一部分*

分析 方法

-
- * 第一至第二十六章内容主要采用了有关国标、冶标，并作了部分补充。因采用冶标较多，仅在参考文献中列出，在各章内就不一一注明了。

第一章 碳量的测定

第一节 碱石棉吸收重量法

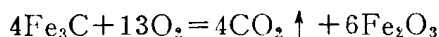
基本概念

(一) 方法要点

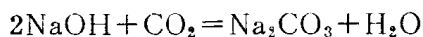
试样置于高温炉中加热并通氧燃烧，使碳氧化成二氧化碳，混合气体经除硫后，用已知重量的内装碱石棉的吸收瓶吸收二氧化碳后称重，由吸收瓶之增重，计算试样中的含碳量。

(二) 主要反应

燃烧反应：



吸收反应：



(三) 应用范围

本法适用于生铁、碳钢、合金钢、高温合金、精密合金、铁粉的仲裁和日常分析。

测定范围：0.10~5.0%。

测试方法

(一) 仪器

仪器装置及说明（见图 1-1-1-1）。

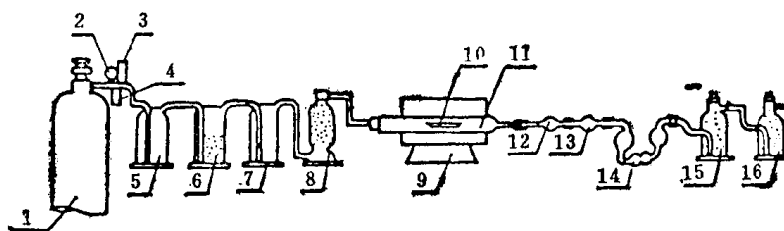


图1-1-1-1 仪器装置及说明

1—氧气瓶；2—分压表；3—流量计；4—缓冲瓶；5、7—空洗气瓶；6—洗气瓶；8—干燥塔；9—管式炉；10—瓷舟；11—瓷管；12、13—球形干燥管；14—四联球；15—水吸收瓶；16—二氧化碳吸收瓶。

洗气瓶：3个，其中（5）（7）为空瓶，（6）内盛重铬酸钾-硫酸饱和溶液〔称取30克重铬酸钾置于600毫升烧杯中，加30~40毫升水，加热溶解，低温蒸发至近干呈结晶状，加500毫升硫酸（比重1.84）微热使结晶溶解〕，装入量约占瓶高度的三分之一。

干燥塔：下层装碱石棉，上层装无水高氯酸镁①，中间隔以玻璃棉，底部及顶端也铺以玻璃棉。

瓷管：长 600 毫米，内径 23 毫米，使用时先检查是否漏气，然后分段灼烧，瓷管两端露出炉外部分长度不小于 175 毫米，以确保燃烧时管端温度不致太高。

瓷舟：97、88、77 毫米均可，使用前须在 1000°C 高温炉中灼烧 1~2 小时，冷却后置于盛有碱石棉或碱石灰及无水氯化钙的不涂油的干燥器中备用。

管式炉：附热电偶与温度自动控制器。

球形干燥管：2 个，其中 (12) 装干燥脱脂棉；(13) 装颗粒活性二氧化锰，两端塞有脱脂棉。除硫失效时，应重新更换。

四联球（见图 1-1-1-2）：内盛重铬酸钾-硫酸饱和溶液（配制方法与洗气瓶中所盛的重铬酸钾-硫酸饱和溶液相同），装入量约为球体积的五分之二。

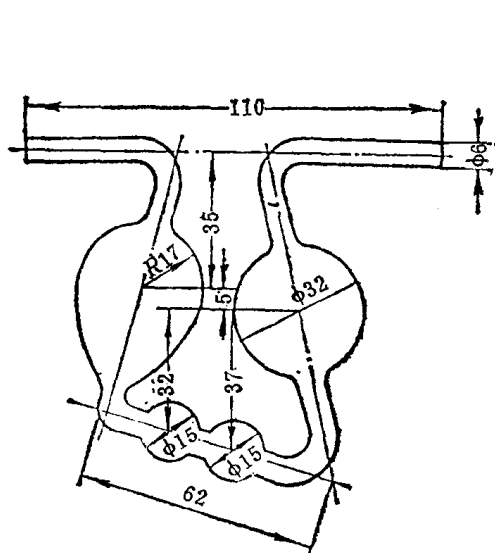


图1-1-1-2 四联球

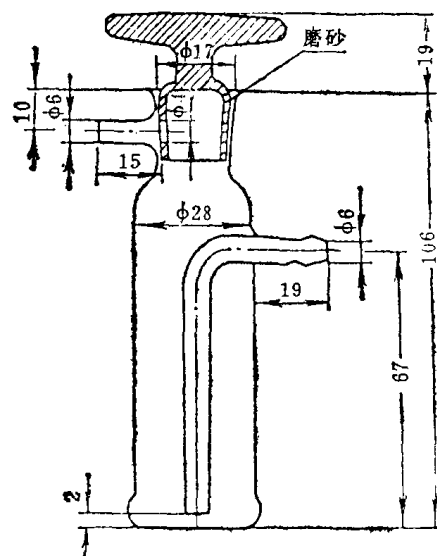


图1-1-1-3 吸收瓶

水吸收瓶（见图 1-1-1-3）：内盛五氧化二磷或无水高氯酸镁，上下均匀地铺以玻璃棉。

二氧化碳吸收瓶（见图 1-1-1-3）：内装有碱石棉，底部均匀地铺以玻璃棉，表面铺 10~15 毫米五氧化二磷或无水高氯酸镁，其总重量不超过 100 克。

长钩：用低碳镍铬丝、耐热合金丝制成，用以推、拉瓷舟。

(二) 试剂

1. 碱石棉②：固体（10~20 目或 20~30 目）。
2. 助熔剂③。
3. 氧气④。

(三) 操作步骤

将炉温升至所需温度（1200~1350°C）后，检查装置是否严密不漏气（将盛有试样的瓷舟置于瓷管内，塞紧瓷管橡皮塞，观察四联球中重铬酸钾-硫酸饱和溶液是否有回流现象，如有回流，表明仪器装置严密不漏气），接上水吸收瓶和二氧化碳吸收瓶，并顺次转开活塞⑤，通氧（1000 毫升/分）空洗 3~5 分钟⑥，关闭氧气和二个吸收瓶的活塞，取下二氧化碳吸收瓶⑦，置于干燥器中，用长钩将瓷舟拉出，待吸收瓶冷却至室温，

称得重量后，装在原处即可进行试样分析⑧。

称取试样⑨，置于瓷舟中铺匀，加适量助熔剂③，启开橡皮塞，将瓷舟放入瓷管内，用长钩推至高温处，立即塞紧橡皮塞，预热 20 秒钟左右⑩。然后依次转开水吸收瓶及二氧化碳吸收瓶活塞，使这二个吸收瓶和大气相通，立即转开供氧活塞，调节氧气流速（燃烧时通氧 1500 毫升/分），待试样燃烧完全⑪，减速通氧（600~1000 毫升/分），吸收 5 分钟左右，关闭氧气和二吸收瓶的活塞，取下二氧化碳吸收瓶，置于干燥器中，用长钩将瓷舟拉出⑫，待吸收瓶冷却至室温后称重。

* * *

注：

- ① 应避免与有机物接触，以防发生爆炸。
- ② 严重吸水和结块的碱石棉不宜作重量法定碳的吸收剂。
- ③ 助熔剂加入量参照表：

加入量 (克)	名称	锡(粒·片)	铜或氧化铜	锡(粒,片)+ 纯铁粉(1+1)	氧化铜+ 纯铁粉(1+1)	五氧化二钒+ 纯铁粉(1+1)
钢种						
生铁, 碳钢及中、低合金钢		0.25~0.5	0.25~0.5	—	—	—
高合金钢, 高温合金, 精密合金		—	—	0.25~0.5	0.25~0.5	0.25~0.5

助熔剂中含碳量应不超过 0.005 %。使用前应作空白值检查，并从分析结果中减去。

④ 如氧气质量不好，则将氧气通过 550 °C 氧化铜转化炉处理（即一般管式炉，瓷管中装氧化铜加热至 550 °C）然后再通过碱石棉净化管。

⑤ 操作时吸收瓶塞孔切勿开错，其塞上的小孔务必对准导出口。否则通氧气后，由于压力的增加，会导致吸收瓶活塞蹦出，或使四联球中重铬酸钾溶液发生倒流。严重时不能继续工作，必须将装置和联接用的橡皮管更换，且要用标样检查。

⑥ 如系新装碱石棉吸收剂，应通氧 20 ~ 30 分钟，称重后再通氧 3~5 分钟，并重复 1~2 次，其前后两次差值，应小于 0.4 毫克（减轻重量超过此数时，说明有失水现象，不能使用）。然后分析二次含碳量较高的试样，吸收称重，再分析标准试样，吸收正常后才可分析试样。

⑦ 当吸收瓶中碱石棉变白的高度将近全部碱石棉高度三分之一时或每 10 克碱石棉吸收约 0.7 克二氧化碳时，必须更换新吸收剂。在安装碱石棉吸收瓶时，动作要迅速，否则会很快吸收空气中的二氧化碳和水分。吸收瓶装得好坏对分析结果有很大关系。如果底部玻璃棉铺得均匀，吸收时二氧化碳均匀地上升，吸收效果好，反之效果就差。

⑧ 连续分析试样时，可由后一次重量减去前一次重量的差，求得其含量。如果分析工作间断 20 分钟以上，应重新通氧空洗 3~5 分钟，重新称得吸收瓶重量。碱石棉吸收瓶应严防高温和阳光直接照射，以防失重。

⑨ 参照表：

含量范围 (%)	称样量 (克)	含量范围 (%)	称样量 (克)
0.1~0.3	2.0000	2.0~3.0	1.000~0.5000
0.3~2.0	1.0000	3.0~5.0	0.5000~2.500

⑩ 预热时应注意观察，当四联球中重铬酸钾溶液近炉管液面上升至近弯管时，立即通氧气。

⑪ 观察四联球中重铬酸钾-硫酸溶液，当其由缓慢跳动转为恒速跳动时，表明试样已燃烧完全。

⑫ 应检查瓷舟，观察钢样燃烧情况，如燃烧不好（熔渣不平，断面有气孔），则需重新称样测定。

* * *

(四) 计算

碳的百分含量按下式计算：

$$C(\%) = \frac{(m_2 - m_1) \times 0.2729}{m} \times 100$$

式中 m_1 ——吸收二氧化碳前吸收瓶的重量，克；

m_2 ——吸收二氧化碳后吸收瓶的重量，克；

m ——称样量，克；

0.2729——二氧化碳换算为碳的系数。

第二节 气体容量法

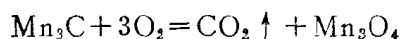
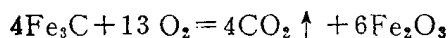
基本概念

(一) 方法要点

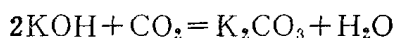
试样置于高温炉中加热并通氧燃烧，使碳氧化成二氧化碳，混合气体经除硫后收集于量气管中，然后以氢氧化钾溶液吸收其中的二氧化碳，吸收前后体积之差即为二氧化碳体积，由此计算碳含量。

(二) 主要反应

燃烧反应：



吸收反应：



(三) 应用范围

本法适用于生铁、铁粉、碳钢、合金钢、高温合金及精密合金的仲裁和日常分析。

测定范围：0.10~2.0%。

测试方法

(一) 仪器

仪器①装置及说明（见图1-1-2-1）。

氧气表：附有流量计及缓冲阀。

洗气瓶：3个，其中（3）为空瓶。（4）内盛高锰酸钾-氢氧化钾洗液（称取30

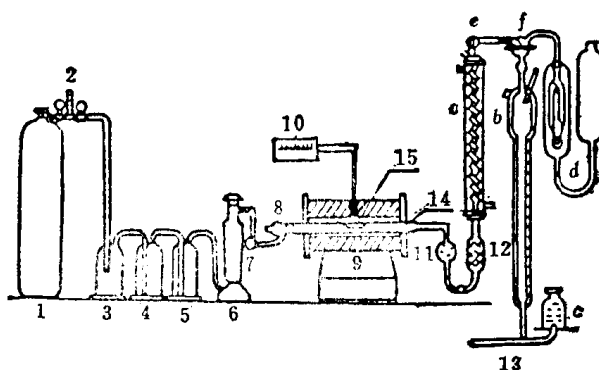


图1-1-2-1 仪器装置及说明

1—氧气瓶；2—氧气表；3—缓冲瓶；4、5—洗气瓶；6—干燥塔；7—供氧活塞；
8—玻璃磨口塞；9—管式炉；10—温度自动控制器（或调压器）；11—球形干燥
管；12—除硫管；13—容量定碳仪（包括：蛇形管 *a*、量气管 *b*、水准瓶 *c*、
吸收器 *d*、小活塞 *e*、三通活塞 *f*）。

克氢氧化钾溶于 70 毫升高锰酸钾饱和溶液中)，装入量约占瓶高度的三分之一。（5）内盛硫酸（比重 1.84），装入量约占瓶高度的三分之一。

干燥塔：上层装碱石棉（或碱石灰），下层装无水氯化钙，中间隔以玻璃棉，底部及顶端也铺以玻璃棉。

管式炉②：附热电偶与温度自动控制器。

球形干燥管：内装干燥玻璃棉③。

除硫管：直径 10 ~ 15 毫米，长约 100 毫米的玻璃管，内装 4 克颗粒活性二氧化锰（或粒状钒酸银），两端塞有脱脂棉。除硫剂失效时应重新更换③④。

容量定碳仪⑤：零件及装置见仪器说明书。

瓷管：长 600 毫米，内径 23 毫米（亦可采用相近似规格的瓷管），使用时先检查是否漏气，然后分段灼烧。瓷管两端露出炉外部分长度不小于 175 毫米，以便在燃烧时保持管端的冷却。粗口端连接玻璃磨口塞，锥形口端用橡皮管连接于球形干燥管。

瓷舟：长 88 或 97 毫米，使用前须在 1200°C 管式炉中通氧灼烧 2~4 分钟，也可于 1000°C 高温炉中灼烧 1 小时以上，冷却后贮于盛有碱石棉或碱石灰及无水氯化钙的未涂油脂的干燥器中备用。

长钩：用低碳镍铬丝、耐热合金丝制成，用以推、拉瓷舟。

（二）试剂

1. 助熔剂⑥：锡粒（或锡片）、铜、氧化铜、五氧化二钒，纯铁粉。

2. 氧气。

（三）操作步骤

将炉温升至 1200~1350°C⑦，检查管路及活塞是否漏气，装置是否正常，燃烧标准样品，检查仪器及操作⑧。

称取试样（含碳 1.5% 以下称 0.5000~2.0000 克，1.5% 以上称 0.2000~0.5000 克）置于瓷舟中，覆盖适量助熔剂⑥，启开玻璃磨口塞（8），将瓷舟放入瓷管内，用长钩推至高温处，立即塞紧磨口塞，预热 1 分钟，根据定碳仪操作规程操作，测定其读数（体积或含量）。启开磨口塞，用长钩将瓷舟拉出⑨，即可进行下一个试样分析⑩。



注:

① 定碳仪应装置在室温较正常的地方(距离高温炉约 300~500 毫米),避免阳光直接照射。

② 高温加热设备也可用高频加热装置。

③ 更换水准瓶所盛溶液、玻璃棉、除硫剂、氢氧化钾溶液后,均应做几次高碳试样,使二氧化碳饱和后,方能进行操作。

④ 如分析含硫量高的试样(0.2%以上),应增加除硫剂的量,或多增加一个除硫管。

⑤ 可用沈阳玻璃仪器厂或上海玻璃仪器厂生产的定碳仪。

量气管必须保持清洁,当有水滴附着量气管内壁时,须用重铬酸钾洗液洗涤。

量气管中装酸性水〔于 1000 毫升硫酸(1+1000)中加数滴 0.1% 甲基橙溶液,使溶液呈淡红色,混匀)或氯化钠酸性溶液〔称取 26 克氯化钠溶于 74 毫升水中,加数滴 0.1% 甲基橙溶液,加硫酸(比重 1.84)至淡红色〕。

⑥ 助熔剂中含碳量一般不超过 0.005%,使用前应作空白试验,并从分析结果中扣除。助熔剂加入量见碱石棉吸收重量法中注③。

⑦ 碳钢、低合金钢 1200°C, 难熔合金 1350°C

⑧ 吸收器及水准瓶内溶液的温度以及混合气体的温度,三者应基本相同,否则将产生正、负空白值。因此在测定前应通氧气重复做空白数次直至空白值稳定,方可进行试样分析。由于室温变化及工作过程引起冷凝管中水温的变动,因此工作中需经常测空白,从结果中扣除。

⑨ 观察试样是否燃烧完全,如燃烧不完全须重新分析。

⑩ 分析高碳试样后,应空通一次,才能接着作低碳试样的分析。

⑪ 采用水银气压计时,气压值按下式校正。

$$P = P' (1 - 0.000163 t - 0.0026 \cos 2\varphi - 0.0000002 H)$$

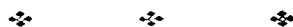
式中 P ——校正后的气压值,毫巴;

P' ——水银气压计测得的气压值,毫巴;

t ——水银气压计所在处温度,°C;

φ ——水银气压计所在处纬度,度;

H ——水银气压计所在处海拔高度,米。



(四) 计算

碳的百分含量按下式计算⑪:

1. 当标尺的刻度是体积(毫升)时:

$$C(\%) = \frac{A \times V \times f}{m} \times 100 \quad (1)$$

式中 A ——温度 16°C、气压 1013 毫巴,封闭液面上每毫升二氧化碳中含碳重量,克。

用酸性水作封闭液时 A 值为 0.0005000 克。

用氯化钠酸性溶液作封闭液时 A 值为 0.0005022 克。

V ——吸收前与吸收后气体的体积差,即二氧化碳体积,毫升。

f ——温度、气压修正系数,采用不同封闭液时其值不同,见附录 I 表 1 及表 2。

m ——称样量,克。

2. 当标尺的刻度是碳含量(例如上海产的定碳仪把 25 毫升体积刻成含碳量为 1.250%; 沈阳产的定碳仪把 30 毫升体积刻成含碳量为 1.500%时):

$$C(\%) = \frac{A \times x \times 20 \times f}{m} \times 100 \quad (2)$$

式中 A 、 f 、 m ——代表的意义与上式相同;

x ——标尺读数(含碳量);

20——标尺读数(含碳量)换算成二氧化碳气体体积(毫升)的系数(即 25/1.250 或 30/1.500)。

第三节 游离碳的分离

基本概念

(一) 方法要点

试样经酸溶解后,滤取游离碳,经碱洗、酸洗、水洗并烘干后,根据游离碳含量选择适当的测定方法测定游离碳。

(二) 应用范围

本法适用于生铁、碳钢的仲裁和日常分析。

测定范围: 0.03~5.0%。

测试方法

(一) 仪器

1. 古氏坩埚(20 毫升)。

2. 瓷舟: 长 97 毫米,需在 1000°C 高温炉中灼烧 1 小时以上,冷却,贮于盛有碱石棉或碱石灰及无水氯化钙的不涂油干燥器中备用。

(二) 试剂

1. 酸洗石棉: 经 1000°C 高温通氧处理后备用。

2. 氢氟酸(比重 1.15)。

3. 硝酸(1+1)。

4. 盐酸(5+95)。

5. 氢氧化钠溶液(5%)。

6. 硝酸银溶液(1%): 称取 1 克硝酸银溶于 100 毫升硝酸(1+100)中。

(三) 操作步骤

称取试样①(随同试样做试剂空白)置于 250 毫升烧杯中,加硝酸(1+1)①,立即盖上表面皿,如溶解反应激烈,则将烧杯置于冷水浴中,溶解将近完毕时②,用水冲洗并移去表面皿,加 1~2 毫升氢氟酸(比重 1.15),加热溶解后煮沸 5 分钟,加 100 毫升热水,再煮沸 10 分钟。