

一九七二年成都标样会议

# 资料选编

重钢中心试验室 编

# 成都钢铁化学标样 鉴定会议资料选编

(钢铁部分)

内部资料·注意保存



重庆钢铁公司中心试验室

一九七三年七月

# 毛主席语录

路线是个纲，纲举目张。

中国人民有志气，有能力，一定要在不远的将来，赶上和超过世界先进水平。

我们应该谦虚，谨慎，戒骄，戒躁，全心全意地为中国人民服务……。

团结起来，争取更大的胜利。

# 前 言

“春风杨柳万千条，六亿神州尽舜尧。”在伟大领袖毛主席的无产阶级革命路线的光辉指引下，全国各有关协作分析单位遵照毛主席关于“艰苦奋斗，奋发图强”“独立自主，自力更生”的伟大教导，为重庆钢厂，成都六五厂、重庆钢铁公司等单位钢铁化学标样的鉴定分析作了大量工作，及时地完成了协作任务。在此我们再次向各兄弟单位表示谢意！

根据冶金部指示，于七二年八月在成都召开了钢铁化学标样鉴定会议。在作好鉴定钢铁化学标样的基础上，各单位广泛地交流了标样生产和化学分析方法等有关先进经验，大会交流了五十七种技术资料总计四千五百多份，这些资料反映了广大分析工作者认真贯彻《鞍钢宪法》和“备战、备荒，为人民”的伟大战略方针所取得的成果，是毛主席革命路线的伟大胜利。

由于大会交流资料有限，满足不了到会各单位的需要，代表们一致希望能将此次会议交流资料进行汇编。为了适应这一要求，根据省冶金局指示，我公司中心试验室及所属各厂、车间化验室会同一起进行了这项工作。因篇幅关系，仅选编了钢铁化学分析部份（系各单位原稿复制）同时收集了冶金部低合金钢化学分析标准方法草案。

选编内容包括技术革新，新试剂，新方法试验成果及部份分析规程。共计二十八个元素一百二十九个方法。选编过程中每个元素力求编进不同方法，不同试剂同时考虑准确，快速易掌握。由于工作人员水平有限，时间仓促，选编中难免有遗漏，不妥和错误之处，请予批评指正。

重庆钢铁公司中心试验室

一九七三年元月

# 目 录

碳的测定	( 1 )
燃烧——非水溶液滴定法	( 1 )
电渣定碳	( 3 )
电弧测定碳硫操作方法	( 6 )
非水定碳试验小结	( 10 )
乙醇——丙酮体系中碳的简捷非水滴定法	( 14 )
非水相滴定	( 18 )
高周波燃烧库仑法	( 20 )
低真空法	( 22 )
硅的测定	( 25 )
低含量硅的测定——钼蓝比色法	( 25 )
高合金钢中硅的比色法	( 26 )
铜铁试剂分离，正丁醇萃取法	( 27 )
合金钢中高硅的测定	( 28 )
钢中高硅的高速分析	( 28 )
锰的测定	( 29 )
过硫酸铵银盐氧化比色法	( 29 )
高碘酸钾氧化比色法	( 30 )
硝酸铵法定锰	( 31 )
三价锰容量法	( 31 )
高镍铬钢中锰的比色法	( 32 )
钨钢、不锈钢中锰的测定（溴—甲基橙法）	( 33 )
磷的测定	( 34 )
正丁醇——三氯甲烷萃取钼蓝比色法	( 34 )
乙醚钼蓝萃取比色法（一）	( 35 )
乙醚钼蓝萃取比色法（二）	( 36 )
硫的测定	( 37 )
燃烧——碘量法	( 37 )
色层分离——氯化钡重量法	( 39 )
硫酸钡重量法	( 44 )
镍的测定	( 46 )
丁二肟——三氯甲烷萃取——丁二肟比色法	( 46 )
氨性二甲基乙二醛肟比色法	( 47 )
第一法：适用于含镍 4 ~ 10%	( 47 )

第二法：适用于含镍<10%的钢种	( 47 )
过硫酸铵——丁二肟比色法	( 48 )
丁二肟沉淀分离 EDTA 容量法	( 48 )
高锰酸钾容量法	( 49 )
<b>铬的测定</b>	( 51 )
钢中铬的比色法试验报告	( 51 )
二苯偕肟比色法	( 52 )
甲基异丁基酮萃取分离比色法	( 52 )
过硫酸铵银盐——亚铁容量法	( 53 )
过氯酸氧化法	( 55 )
高氯酸法	( 56 )
<b>钨的测定</b>	( 57 )
硫氰酸盐——四苯砷氯——三氯甲烷萃取比色法	( 57 )
硫氰酸盐比色法	( 58 )
合金钢中钨的测定——铜铁试剂——三氯甲烷萃取分离硫氰酸盐比色法	( 59 )
将钨还原为钨蓝的试验报告	( 65 )
硫氰酸盐快速比色法	( 68 )
对苯二酚比色法	( 69 )
快速重量法	( 70 )
<b>钼的测定</b>	( 71 )
高量钼的测定 ( 硫代乙酰胺重量法 )	( 71 )
高速工具钢中钼的比色测定 ( 抗坏血酸还原法 )	( 74 )
硫氰酸盐醋酸乙酯萃取比色法	( 75 )
硫氰酸盐快速比色法	( 76 )
<b>钒的测定</b>	( 77 )
N-苯甲酰苯基羟胺——三氯甲烷萃取比色法	( 77 )
PAR 比色法	( 78 )
钼试剂氯仿萃取比色法	( 79 )
各种合金钢中钒的测定——高硫酸铵法	( 80 )
高氯酸氧化法	( 81 )
高锰酸钾——硫酸亚铁铵容量法	( 82 )
<b>钛的测定</b>	( 83 )
低合金钢中钛的试验总结 ( 二安替比林甲烷比色法 )	( 83 )
变色酸比色法试验总结	( 90 )
二安替比林甲烷快速比色法	( 92 )
钼试剂—氯仿萃取比色法	( 92 )
氢氧化铵分离过氧化氢比色法	( 93 )
<b>铝的测定</b>	( 94 )
铜铁试剂分离——络天青S 比色法	( 94 )
低合金钢中微量铝的试验总结——络天青 S 比色法	( 95 )

硅钢中铝的测定试验小结	( 97 )
络青R 分光光度法	( 100 )
苯甲酸铵分离——EDTA 容量法	( 101 )
氢氧化钠分离——络合滴定法	( 102 )
<b>铜的测定</b>	( 103 )
双环己酮草酰二胺比色法	( 103 )
新亚铜灵比色法	( 104 )
双环己酮草酰二胺(BCO)比色法	( 105 )
2,2'——双喹林比色法	( 106 )
焦磷酸钠掩蔽——铜试剂比色法	( 107 )
新铜试剂三氯甲烷萃取比色法	( 108 )
氟氢酸铵——碘容量法	( 109 )
碘量法	( 110 )
<b>钴的测定</b>	( 111 )
氧化锌分离亚硝基R 盐比色法	( 111 )
亚硝基R 盐直接比色法	( 112 )
亚硝基R 盐快速比色法	( 113 )
低合金钢中少量钴的测定	( 114 )
合金钢中高含量钴的测定	( 114 )
1-亚硝基-2-萘酚——苯萃取比色法	( 115 )
电位滴定法	( 116 )
<b>镍的测定</b>	( 118 )
二甲酚橙比色法	( 118 )
氯代磺酚C 测定钢中镍试验小结	( 119 )
中低合金钢中镍的测定	( 126 )
钼试剂共沉淀、纸层分离、PAR 比色法	( 129 )
二甲酚橙比色法	( 133 )
溴代邻苯三酚红比色法	( 134 )
酸性络蓝K 比色法	( 135 )
<b>锆的测定</b>	( 136 )
对氯苦杏仁酸沉淀偶氮胂Ⅲ比色法	( 136 )
铜铁试剂分离——偶氮胂Ⅲ比色法	( 137 )
偶氮胂Ⅲ比色法	( 138 )
二甲酚橙比色法	( 139 )
<b>硼的测定</b>	( 140 )
次甲基蓝——二氯乙烷萃取比色法	( 140 )
碳钢及低合金钢中硼的试验小结(附新硼试剂产品说明书)	( 141 )
钢及合金钢中硼的快速分析试验总结	( 147 )
钢中微量硼的测定(酸溶硼)	( 149 )
硼的快速测定	( 149 )

氮的测定 .....	( 150 )
蒸馏——纳氏试剂比色或容量法 .....	( 150 )
快速比色法 .....	( 152 )
不蒸馏比色法 .....	( 153 )
稀土总量的测定 .....	( 154 )
萃取分离——偶氮胂Ⅲ比色法 .....	( 154 )
氟化物沉淀分离——偶氮胂Ⅲ比色法 .....	( 155 )
稀土总量的测定 .....	( 157 )
高温合金中微量稀土总量的测定 .....	( 162 )
偶氮胂Ⅲ光度法直接测定钢铁中稀土总量 .....	( 165 )
铜合金及合金钢中稀土总量的特快分析法 .....	( 168 )
钢铁中总稀土的快速测定 .....	( 176 )
钢、铁及有色金属中微量稀土总量的快速测定 .....	( 183 )
三乙醇胺分离——铈试剂Ⅲ比色法 .....	( 188 )
铈的测定 .....	( 189 )
钢中铈的测定新方法试验总结 .....	( 189 )
钢铁中铈的测定 .....	( 191 )
镁的测定 .....	( 193 )
球墨铸铁中镁的比色测定 .....	( 193 )
EDTA 络合滴定法 .....	( 198 )
锡的测定 .....	( 199 )
钢中微量锡的测定 .....	( 199 )
甲苯萃取邻苯二酚紫比色法 .....	( 200 )
茜素紫萃取比色法 .....	( 200 )
砷的测定 .....	( 202 )
钢中砷之比色测定 .....	( 202 )
铋的测定 .....	( 203 )
孔雀绿比色法 .....	( 203 )
结晶紫比色法 .....	( 204 )
铊的测定 .....	( 205 )
碘化钾——氯仿萃取比色法 .....	( 205 )
铅的测定 .....	( 206 )
打萨宗萃取比色法 .....	( 206 )
钽的测定 .....	( 207 )
结晶紫苯萃取比色法 .....	( 207 )
孔雀绿苯萃取比色法 .....	( 208 )
硒的测定 .....	( 209 )
3,3'——二氨基联苯胺比色法 .....	( 209 )
亚硫酸——碘量法 .....	( 210 )



联合测定 .....	( 211 )
机71—1型四元素联合自动分析仪 (试验资料) .....	( 211 )
普通钢, 低合金钢中磷、硅、铜、镍、铬联合测定 .....	( 217 )
合金钢中镍、硅、铜联合测定 .....	( 219 )
合金钢中磷、钛联合测定 .....	( 220 )
钢中磷、砷、铜的联合测定 .....	( 220 )

# 碳 的 测 定

## 燃 烧——非 水 溶 液 滴 定 法

上海机修总厂

### 方 法 要 点

将试样在高温氧气流中燃烧，生成的二氧化碳以氢氧化钾的甲醇丙酮混合溶液吸收并补充滴定，用百

里酚酞和百里酚蓝混合指示剂确定终点色泽。

适宜测定含碳范围为0.005~0.1%碳（增加氢氧化钾浓度也可测定常量碳）。测定的灵敏度约0.0013%（相当于滴定0.2毫升）。（见图1）

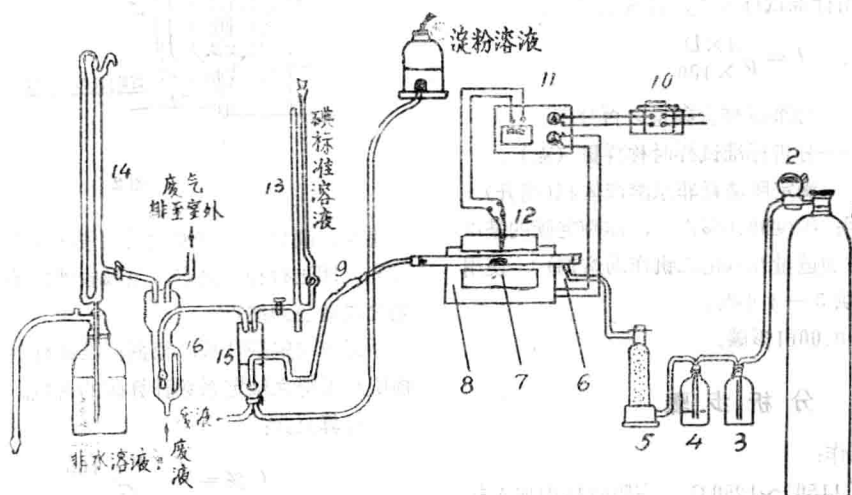


图 1

### 仪 器

1. 氧气。
2. 减压阀门（氧气表）。
3. 缓冲瓶。
4. 洗气瓶：内盛硫酸（比重1.84）。
5. 干燥塔：上置分子筛、下置烧碱石棉。
6. 燃烧管：600×28×23毫米。
7. 燃烧舟：97毫米，经高温通氧处理。
8. 卧式高温燃烧炉。
9. 滤气管：内装玻璃棉及脱脂棉（或薄棉布）。
10. 调压变压器。
11. 电流电压控制箱。
12. 高温热电偶。

13. 10毫升微量滴定管：内盛碘酸钾——碘酸钾溶液。

14. 10毫升自动滴定管：内盛非水溶液。

15. 定硫吸收杯（除硫管）。

16. 非水滴定吸收杯。

### 试 剂

1. 分子筛：钙5▲型，条状，垂径3~4毫米。
2. 苏打石棉（或苏打石灰）：20~40筛孔。
3. 酸洗石棉：使用时需经110℃烘干2小时以上。
4. 助熔剂：锡粒（20筛孔粒状），电解铜或五氧化二钒等。于使用前应检定其空白，含碳量不得超过0.001%。

五氧化二钒的制取方法如下：将偏钒酸铵若干克置于一瓷蒸发皿内，于高温炉中加热（550—600℃）半小时以上，待冷后取用。

5. 钒酸银：取偏钒酸铵11.7克，溶于400毫升水中，另取硝酸银17克溶于200毫升水中，将两溶液分别加热后混合（混合温度以70—80℃为宜），将生成的黄色沉淀过滤，以水洗净，于110℃烘3—4小时，筛取20筛孔粒度者使用。粉末及太大粒者不宜使用。

6. 非水吸收（兼滴定）溶液的配制：以等体积之甲醇及丙酮相混和，并按下列量加入各种试剂，充分摇匀使其溶解，放置两天后使用。

氢氧化钾 400毫克/升。

百里酚酞 200毫克/升。

百里酚蓝 10毫克/升。

滴定系数用标准试样求得，计算公式为：

$$T = \frac{A \times D}{V \times 100}$$

式中：A——标准试样含碳量之百分率。

D——分析标准试样时称样量（克）。

V——滴定所消耗非水溶液体积（毫升）。

7. 碳酸钡：纯度99.0%以上，作测定碳的基准物质用（使用时加适量五氧化二钒作助熔剂）。使用前预先于120℃烘3—4小时。

1毫克碳酸钡=0.0061%碳。

## 分析步骤

### 一、准备工作：

将炉温升至1150°~1250℃。在吸收杯内加入非水溶液至玻璃隔板上约3—5毫米（即回流管口部淹没处）。在燃烧管内任意放一试样于燃烧舟内进行燃烧（连续分析时，此步骤自不必要），通入二氧化碳，并使氧气流量调节在每分钟80~150毫升不变，待吸收杯内蓝色消失时，立即用非水溶液滴定，将色泽调节到固定之浅蓝色，并继续适当地通氧至色泽保持不变，以此作为判定终点之设定色。

### 二、试样分析：

称取试样1克（含碳量低于0.01%者称2~3克），置于燃烧舟内，加适量助熔剂，用长钩将燃烧舟推入燃烧管中温度最高处，立即用磨口塞将燃烧管塞住，通氧燃烧（氧气流量保持每分钟80~150毫升不变）。及时在吸收杯内加入相当于样品含碳量60~70%的预置液（准确计量）。当试样燃烧时，吸收杯玻璃隔板下层溶液开始由蓝色逐步转为苹果绿色甚至黄色，同

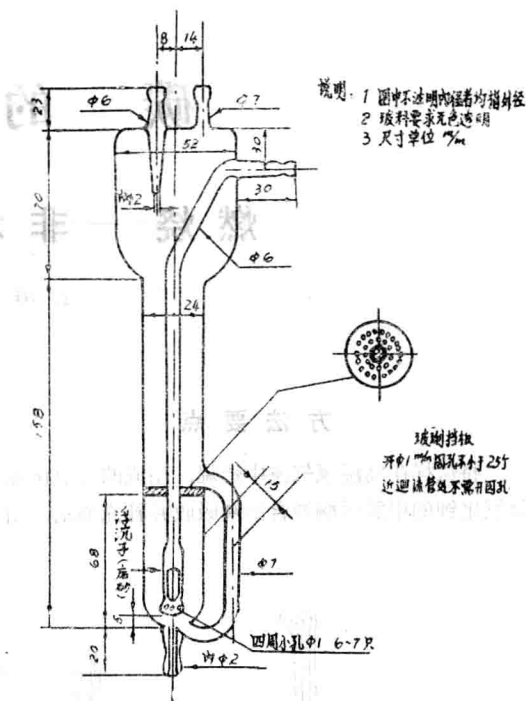


图2

时迅速向隔板上层溶液发展而使深蓝色逐渐褪去，此时应立即进行补充滴定，至吸收液由苹果绿色变为起始之浅蓝色为终点。

记下滴定毫升数，根据标准试样（或碳酸钡基准物质）求得之滴定系数计算碳的含量。

计算公式：

$$C\% = \frac{T \cdot V \cdot 100}{G}$$

式中：T——滴定系数。

V——滴定试样消耗非水溶液毫升数。

G——试样重量（克）。

## 注 解

1. 分析微量碳，试样一般须用分析纯的乙醚或无水乙醇洗净凉干。时刻保持有关工具器皿之清洁，严禁用手或油污工具接触试样或瓷舟。分析试样应保存于带磨口塞之玻璃瓶中。

2. 要求严格时，瓷舟应按下述方法处理以尽量降低空白：先将瓷舟于1000℃高温炉中灼烧一小时以上，冷却至室温，置于干燥器中保存。使用前将瓷舟放在1250℃之瓷管中通氧灼烧5分钟，然后推至低温处，在继续通氧的气氛中使之冷却立即使用。如此处理所得瓷舟空白可确保低于0.001%碳（按称样1克

计)且很稳定。

3. 用标准样品换算结果时,则分析准确度依赖于标准样品质量。因此适宜的办法是取多个标准样品求取平均滴定系数。更换试剂时,或同批试剂使用时久,应重新确定系数。

4. 滴定时氧气速度应严加控制,力求试样与标样一致。近终点时滴定速度要缓慢。防止过量。为便于观察滴定终点,可于吸收杯后面衬以适当的乳白灯光(8瓦日光灯)照明。

5. 滴定时若溶液全部变黄,则结果肯定偏低,必须重新分析;若下层溶液变黄,上层溶液仍保持蓝色,则无碍于结果。

6. 经滴定后之非水废液可连续使用。在做第二次分析时,只需将部分废液自吸收杯底部放出,使液面仍至吸收杯玻璃隔板上3~4毫米处。如果溶液色泽太深,可按上述准备工作步骤,重新调节到浅蓝色,如此一次接一次连续使用。排出的废液可用清洁干燥的棕色瓶储存,以备重复使用。一般可复用3~4次,每次按每升补加350毫克氢氧化钾。

7. 废液可按下法进行回收:将废液置蒸馏瓶中,在水浴上加热进行蒸馏,用蛇形(或球形)冷凝

管通流水冷却冷凝,收集60~62℃馏份即得纯净的非水溶液。使用时重新按规定加入氢氧化钾、百里酚酞和百里酚蓝,并按体积比补加10%甲醇,充分摇匀使其溶解,放置两天后使用。

8. 高含量硫的试样,对测定微量碳会有影响,若钒酸银仍不能达到除硫效果时,可用碘酸钾-碘化钾溶液除硫,只要在吸收杯前接一个洗气瓶(或定硫吸收杯)即可。

9. 不纯净之氧气,对分析微量碳会有影响,必要时须将氧气流经800℃的氧化铜转化炉净化后通入炉管。

10. 使用有机溶剂应注意安全,严格防火,分析时废气应导出室外。

11. 全部分析装置应保持干燥无水。

### 允许误差

含量范围(碳%)	允许误差(±%)
0.005~0.01	0.002
>0.01~0.05	0.003
>0.05~0.15	0.005

## 电 渣 定 碳

江西钢厂中心试验室

一九七一年五月,上海材料研究所在《理化检验通讯》上发表了齐齐哈尔车辆工厂关于《电弧定碳》的报导。他们敢想、敢干的革命精神和科学态度,一直鼓舞着我们,是我们永远学习的榜样。

电渣定碳是沿着《电弧定碳》的方向,抓住钢样在坩埚内不能充分燃烧、数据偏低的主要矛盾,应用“优选法”对电极头和坩埚内面积的比例进行优选,根据“优选法”配比配方的基本原理研究试制发热剂(名618F粉),仿照真空自耗炉起弧引弧的工艺,选择无碳或微量碳的卷状钢样作引弧屑。仍用36V8A作两极电流电压。

电渣定碳炉实际上是一个微观的电渣炼钢炉。

在上述条件下,实践证明电渣定碳炉与管式定碳炉具有同样的功能。经测试,电渣定碳炉的弧温是3000℃以上,断弧以后的温度仍可达到1500℃左右,通过对各钢种、各种粒度的标钢的高碳、中碳、低碳的非水测定,达到了稳、准、快的要求,其误差完全

在部颁标准之内。目前,电渣定碳已在我厂中心试验室首先投产作平行分析。

### 基本原理

电渣定碳炉与电渣冶炼炉的原理是一样的。不同之处是电渣定碳炉的热能是由三方面得到的。其一是恒加在电极与坩埚上的电流电压,当有钢样虚联时起弧燃烧,电能转化成热能。第二是发热剂——618F粉在起弧和断弧以后能放出大量的热量同时起到助溶造渣作用。第三是通入坩埚的氧气能帮助钢样燃烧提高坩埚内的温度。钢样在电、渣、氧气的作用下燃烧生成CO<sub>2</sub>,用非水测定即可得到钢样中的含碳量。

### 仪器结构

非水测定部份有许多专题介绍,此文从略。电渣定碳炉结构如下:

(1) 炉架。

(2) 电极, 系紫铜管。内径 5 毫米、外径 8 毫米。既作电极又是通氧管。

(3) 电极升降筒。固定电极中心位置。

(4) 电极升降旋纽。便于调节到适当的弧距。

(5) 炉管。用紫铜或石英管制成。

(6) 出气嘴。试样在坩锅内经充分燃烧后, 生成的  $\text{CO}_2$  由出气嘴进入测量系统。

(7) 密封套。用乳胶管、奶瓶头或滴瓶头代用均行, 保证炉管与电极间密封不漏气。

(8) 坩锅。用紫铜制成, 盛装钢样、F 粉或引弧屑。

(9) 橡皮圈。最好用硅橡胶做成。保证坩锅与炉管间密封不漏气。

(10) 坩锅托架。

(11) 托架升降齿。

(12) 托架升降手柄。

(13) 套板。固定炉管于炉架上。

(14) 电极头套, 紫铜制成, 旋紧在电极管的下端。

(15) 电极头。旋紧在电极头套上作电极头和进氧嘴用。

(16) 炉座。

(17) 转轴。联结炉架与炉座, 通过转轴, 炉架可前后调到垂直和水平位置。便于清洁炉管和电极头。

## 发 热 剂

由 618F 粉、锡粒、铝粉按 1:0.5:0.5 的比例混合而成。

618F 粉是应用“优选法”配比配方的原理, 配出 A、B、C、D、E、F 等粉。经过试验 F 粉最好。其配方如下:

名 称	重 量 %
$\text{TiO}_2$	60
$\text{SiO}_2$	10
$\text{Al}_2\text{O}_3$	20
$\text{Fe}_2\text{O}_3$	10

说明:

(1)  $\text{TiO}_2$ 、 $\text{SiO}_2$ 、 $\text{Al}_2\text{O}_3$ 、 $\text{Fe}_2\text{O}_3$  的纯度要高。该四种氧化物要单独在  $1300^\circ\text{C}$  的高温炉中灼烧至无碳硫空白。按比例混匀研磨二十分钟, 盛装瓶内。

(2) 锡粒的粒度要小, 可将化学纯锡粒用 40

目/时过筛即可。

(3) 铝粉, 可将电渣炉用铝粉, 用 40 目/时过筛备用。

## 操 作

(1) 大致取发热剂 0.5 至 0.8 克平铺在坩锅内, 这样可以使燃烧后的钢样成大饼形状。

(2) 称取 0.5 克试样 (高碳称 0.1~0.3 克) 倒入坩锅内, 太大的卷试样可用专用工具压平, 要求不超过电极头的嘴部以上。

(3) 若钢样成粉状或粒度较小, 可放入几根引弧屑在表面。

(4) 升高坩锅, 密封系统, 通氧五秒钟, 下电极, 通电起弧, 随着钢样燃烧, 调节旋纽使电极缓缓的下降到不致于短路为止。大概十五秒钟 (从起弧开始算) 后升高电极, 断电, 等待测量。

(5) 待  $\text{CO}_2$  全部逸出, 滴定完毕, 关闭氧气, 卸下坩锅, 倒出氧化铁, 开始第二个试样的分析。

## 实 验 数 据

自一九七二年六月十七日开始, 我们测定了一千三百多个数据, 其中 98% 的数据是一次燃烧的结果, 只有个别试样是因操作不佳而复样的结果。下面是从原始记录簿上抄出的部分数据。我们很难说从这些数据就能得出《电渣定碳》炉准确性的结论, 因为真正说明问题的是现场, 是实践见真知。

## 实 践 与 认 识

通过实践, 使我们认识到: 齐齐哈尔车辆工厂首创的《电渣定碳》是一个方向, 是完全可行的。我们在一年多的学习实践中, 曾经对《电渣定碳》的方向因试验失败而产生过怀疑和停顿。一九七二年六月十七日, 华罗庚“优选法”推广小组的同志来到我厂传经送宝。中试党支部发动群众大搞“优选法”试验。《电渣定碳》试验小组相继成立, 经过数千次试验, 应用“优选法”的基本原理, 抓矛盾, 重实践, 在电极头、发热剂、引弧屑三个方面狠下功夫, 终于解决了燃烧不完全, 数据偏低的现象, 进而对仪器结构重新设计, 方便操作。在“由实践到认识, 由认识到实践这样多次的反复”中, 《电渣定碳》炉获得了新生。

由于时间关系, 目前我们只是对碳进行了比较全面的分析, 如何使碳硫联合测定还需要进一步地向兄弟单位学习。

我们坚信《电渣定碳》是碳硫测定的方向, 它完

主 照 对 钢 标

生产单位	钢 种	碳 含 量 %	电 渣 定 碳 量 %
钢 院 136	铬 钼 钒 钢	0.26	0.26
"	"	0.26	0.25
"	"	0.26	0.26
"	"	0.26	0.25
"	"	0.26	0.26
天 钢 T-01	44Mn <sub>2</sub> SiRe	0.43	0.43
"	"	0.43	0.45
"	"	0.43	0.44
"	"	0.43	0.44
"	"	0.43	0.44
鞍 钢 6716	碳 素 钢	0.58	0.57
"	"	0.58	0.58
"	"	0.58	0.60
"	"	0.58	0.58
"	"	0.58	0.59
材 216	W <sub>18</sub> Cr <sub>4</sub> V	0.724	0.728
"	"	0.724	0.722
"	"	0.724	0.724
"	"	0.724	0.724
"	"	0.724	0.71
大 连 7013	碳 钢	0.75	0.76
"	"	0.75	0.74
"	"	0.75	0.75
"	"	0.75	0.74
"	"	0.75	0.74
上 五 02	GCr <sub>15</sub> SiMn	1.01	0.99
"	"	1.01	1.00
"	"	1.01	1.02
"	"	1.01	1.01
"	"	1.01	1.01
鞍 钢 6708	球 铸	2.80	2.78
"	"	2.80	2.81
"	"	2.80	2.72
鞍 钢 7119	生 铁	2.00	1.88
"	"	2.00	2.04
"	"	2.00	2.00
吉 林 Cr-1	炭 素 铬 铁	8.78	8.36

## 生 产 对 照

时 间	钢 种	编 号	电 渣 定 碳 量 %	管 式 炉 定 碳 量 %
72.6.28.	20Cr	26-41	0.23	0.23
	40Cr	26-42	0.41	0.40
	45#	26-43	0.43	0.44
	45#	26-44	0.46	0.46
	20Cr	26-45	0.23	0.22
	20Cr	26-46	0.20	0.20
	40Cr	26-47	0.41	0.41
	40Cr	26-48	0.40	0.39
	40Cr	26-49	0.42	0.42
	40Cr	26-50	0.42	0.43
72.7.19.	45#	7-304	0.48	0.46
	45#	7-305	0.48	0.47
	45#	7-306	0.50	0.51
	45#	7-307	0.44	0.44
	55#	7-308	0.53	0.54
	45Mn	7-309	0.47	0.46
	40#	7-310	0.40	0.41
	25#	7-311	0.29	0.28
	45#	7-312	0.42	0.41

全符合多、快、好、省的方针，大家行动起来，《电  
弧定碳》一定能象鲜花盛开一样，必然结出灿烂的丰  
硕成果。

这是我们的期望，也是我们冒失地撰文的主要目  
的。文中定有不少错误的地方，望兄弟单位指教帮助。

毛主席的无产阶级革命路线胜利万岁！

## 电 弧 测 定 碳 硫 操 作 方 法

成都机车车辆厂中心试验室

### 前 言

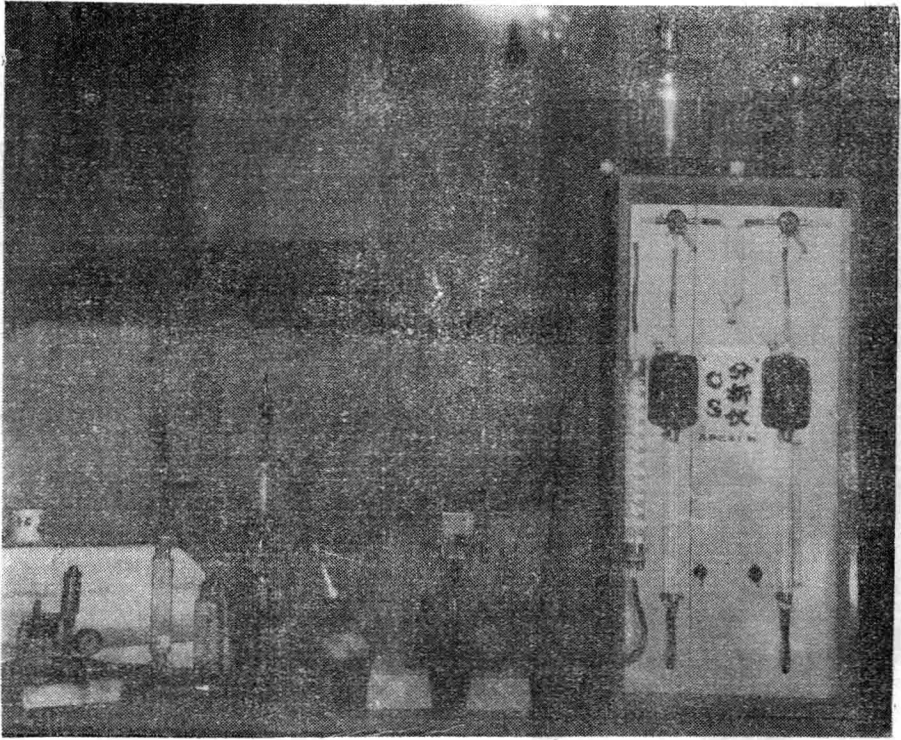
在我连党支部的正确领导下，通过我室全体同志  
的不断努力，从今年三月份开始，在人员少任务重的  
情况下，我们以战备为动力，以“独立自主、自力更  
生”，“要进一步节约闹革命”为指针，按照毛主席  
的教导“要干、要革命”，“见先进就学”的思想指  
导下，为了更好地配合车间生产，和帝修反争时间  
抢速度，认真学习了齐齐哈尔车辆工厂的电弧测定碳  
硫有关材料，结合我厂具体情况，自行设计了自动定  
硫装置，经过两个多月数百次的反复实践，终于试验  
成功了符合“多快好省”的电弧测定碳硫先进方法，  
见照片(1)，现已正式投入生产，电弧燃烧测定碳硫

的试验成功，是毛泽东思想的伟大胜利，是毛主席革  
命路线的伟大胜利，我们一定要认真读马列的书，读  
毛主席的书，用毛主席的光辉哲学思想武装头脑，攀  
登科学高峰，为社会主义祖国争光，誓把社会主义革  
命进行到底。

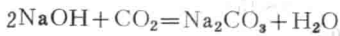
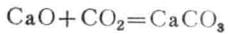
### 基 本 原 理

采用立式电弧炉（交流电压36伏，电流8.5安培）  
通入氧气流，进行试样燃烧，把碳转化为二氧化碳  
（CO<sub>2</sub>），硫转化为二氧化硫（SO<sub>2</sub>）。

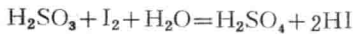
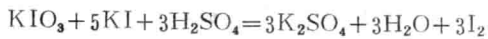
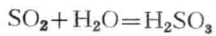
碳的测定是采用气体容量法，吸收剂为碱石灰  
（CaO+NaOH）固体以据二氧化碳体积换算碳的  
百分含量，其化学反应：



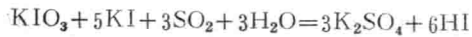
碳 硫 图(1)



硫的测定是采用氧化—还原方法，吸收液为酸性淀粉溶液，以据标准碱性碘酸钾滴定溶液的体积换算硫的百分含量，其化学反映：



总的化学反应：



### 仪器结构部分

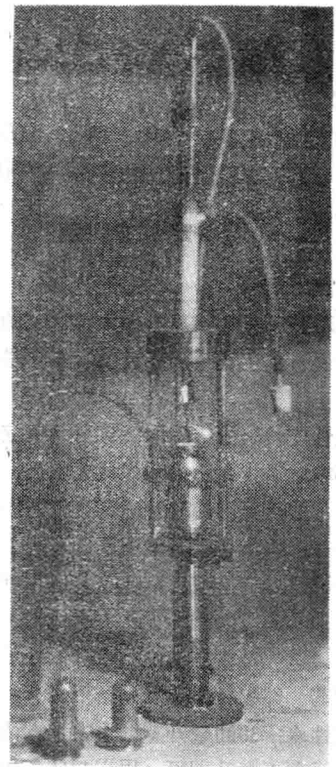
电弧碳硫联合测定装置由三部份组成：

电弧燃烧炉； 定硫仪； 定碳仪。

1. 电弧燃烧炉：是专门供试样燃烧的主要设备，利用试样屑的虚联，并在试样上下加36伏交流电，试样在两电极中间引弧遇氧气流便立即燃烧。

组成部份有：

- ①铜锅托架    ②铜锅    ③石英管支架
- ④真空胶    ⑤石英管    ⑥密合套
- ⑦电极管    ⑧风缸    ⑨风缸盖
- ⑩电极架    ⑪活塞，和活塞杆。

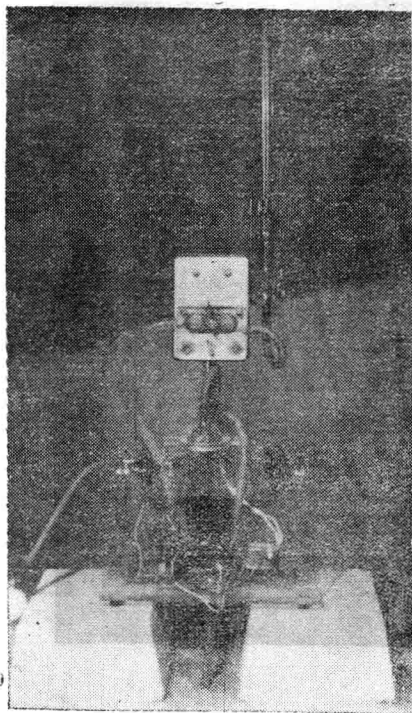


炉 体 图(2)



2. 定硫仪, 三部分组成:

- ①硫磺吸收瓶 ②加液滴管 ③电控装置。



定硫仪图(3)

3. 定碳仪: 组成部分有, 四部分:

- ①两支其内容积相等的量气管; ②U型管; ③碱石灰; ④蛇型冷却管、水准瓶。请看图(1)

测定方法

1. 需用试剂:

①碱石灰: (粒状) 本品为氢氧化钠与氧化钙之混合物, 含有红色变至淡黄色指示剂, 是二氧化碳的吸收剂。

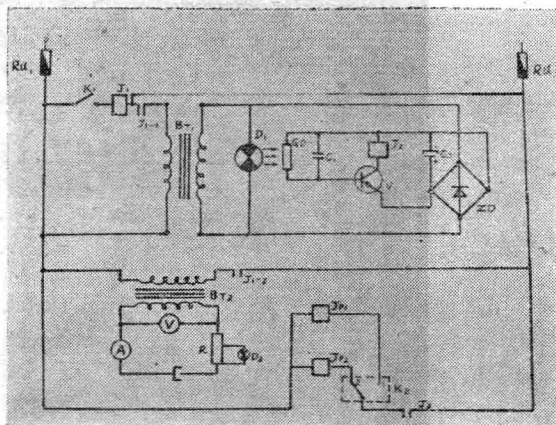
②酸性淀粉溶液: 称取 2 克可溶性淀粉, 置于 300 毫升烧杯中, 以少量蒸馏水调成浆状后, 加入 200 毫升沸水, 再加热煮沸几分钟后, 达到透明, 冷却后稀至 5000 毫升, 再加 40 毫升浓硫酸即可。

③标准碘酸钾溶液: 取 4 克氢氧化钾, 溶于少量水中后, 加 0.34 克碘酸钾进行充分搅拌, 溶解后稀至 5000 毫升, 以标准钢样确定其百分滴定度。

④焊药、纯锡粒、燃烧助熔用。

⑤酸性水: 3000 毫升蒸馏水中加入浓硫酸 5 毫升, 甲基橙指示剂 1 毫升即可, 用以封闭气体。

2. 操作程序:



自动装制线路图(4)

- $Ra_1$   $Ra_2$  10A 快速保险  
 $K_1$  微动开关 (控制燃烧炉)  
 $J_1$  电源继电器  
 $B_{T1}$  降压变压器 220V/6V/1A  
 $B_{T2}$  降压变压器 220V/36V/10A  
 $V_1$  3A×81 晶体管  
 $D_1$  光源灯泡 6·3V  
 $D_2$  光源灯泡  
 $R$  控制在 8.5A  
 $GD$  光导管  
 $V$  电压表 0~50V  
 $A$  电流表 0~15A  
 $C_1$  100P  
 $C_2$  1000μ/10V  
 $ZD$  二极管 2CP13  
 $J_{P1}$  滴定控制继电器 (快)  
 $J_{P2}$  滴定控制继电器 (慢)  
 $K_2$  1×2 快慢交换开关  
 $J_2$  控制继电器 6V/0-5wA

工作前应检查全部仪器是否正常, 做好一切准备工作。

①查漏气情况: 将全部通路塞严, 并连通 30 秒, 待确定正常后方可使用。

②查弧距: 弧距是指电极下端到铜锅底部的空间距离应保持在 5—7 毫米。

③查电压是否 36 伏电流 8.5 安培。

④各阀门是否处于正常状态。

3. 操作方法:

称取试样 1 克和锡粒 0.5—0.8 克, 焊药约 0.1 克置入铜锅内, 将铜锅放入铜锅架上, 打开氧气阀和风阀使铜锅与封密封胶密合, 通电打弧燃烧, 二氧化碳和二氧化硫经过硫磺吸收瓶, 二氧化硫被酸性淀粉吸收, 二氧化碳经过硫磺吸收瓶上口到定碳量气瓶中, 待液面接近零点时, 转动阀 4 使量气管通大气, 此时硫磺