

用土法測定鋼鉄中碳含量的試驗

李 昆 梁国賢

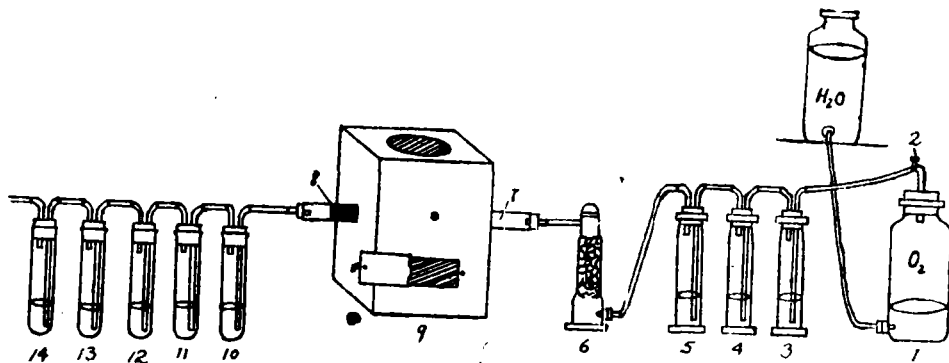
鋼鉄中碳的測定，目前多采用容量分析的燃燒法；或是重量分析的燃燒法。這些方法多基于在氧氣流中將鋼鉄中的碳燃燒成為二氧化碳，然后用定碳儀直接測定其中二氧化碳的含量〔1〕〔2〕；或是用氫氧化鋇吸收，再用標準草酸或醋酸溶液回滴過多的氫氧化鋇〔3〕；或是采用濃的氫氧化鉀溶液吸收後稱重〔4〕〔5〕等等，從而求算出鋼鉄樣品中碳的含量。它們的優點不僅在于方法快速，且操作甚為簡便，尤其是使用定碳儀，測定一個樣品只需三分至四分鐘即可完成。然而這些方法常需要一整套的高溫電爐設備，有的還需具有精密的玻璃儀器（如定碳儀）；同時還需有氧氣供應等，因此在我國目前實際情況下，它們的廣泛使用，確受到一定的困難和限制。

為了鋼鉄分析的需要，我們曾試用自制的土炭爐代高溫電爐，選用錫作為鋼樣的助燃劑，同樣在氧氣流中燃燒鋼樣，出來氣體用氫氧化鋇溶液將其中的二氧化碳吸收，再用標準草酸溶液回滴過量的氫氧化鋇（見實驗甲）。此外再采用空氣代氧，氫氧化鈣代氫氧化鋇，選用一氧化鉛作為助燃劑，用相同方法，測定鋼樣中的碳的含量（見實驗乙）。經多次試驗證明，結果相當良好，對於測定一般含硫量不甚高的鋼鉄，此法是可以採用的。

實 驗

一、儀器及裝置

實驗儀器裝置如圖一所示：



圖一

1. 氧气貯藏瓶：最好采用能貯藏10升气体的两口瓶。
2. 开关活塞。
3. 4. 5. 均为洗气瓶：分別装40%的氢氧化鉀溶液，10%的氢氧化鉀溶液，及浓硫酸量达瓶的 $\frac{1}{3}$ 处。
6. 干燥塔，内主要盛烧碱石灰，最上层加入少量的玻璃絲。
7. 燃烧瓷管，瓷管长600毫米，口径为18—20毫米，实验时瓷管内放瓷舟，舟内放样品。
8. 氧化銅，用銅絲网卷好。
9. 自制土炭炉（见图二介紹）。
10. 11. 12. 13. 14. 都是用50毫升試管做成的吸接管，实验时内盛氢氧化鉀或氢氧化鈣溶液。

我們自制的土炭炉如图二所示：

炉的外层是用洋鉄皮来做，炉的内壁用耐火水泥加少量水再加一些水泥混合好，然后糊上所需的厚度即成。炉門上1厘米处有一定数量的鉄支，鉄支的間隔为15—20毫米左右，以便使炭灰能够下墮和空气流通。若再在炉上盖上一块有烟囱装置的厚鉄板，板上鋪上一些沙子，那末在工作时还可代替作电热板用；若再在盖上装上一个内分数层的小鉄箱，这同样可代电烘箱用。

炉正向中央的小孔，是为观察炉内燃烧情况而設的。炉的两侧的小孔是用来穿放燃烧瓷管用的，稍比燃烧瓷管为大，内垫上一小块石棉布，为的是延长燃烧瓷管的使用寿命。

据实验証明，以焦炭或木炭作为燃料加热燃烧瓷管，在不必鼓风的情况下，测得瓷管内温度高达1,200°C，一般在1,100°C下进行实验，結果相当理想。按我們的經驗，只要加热至管内呈橙色，即可进行实验。

其他所需仪器：瓷舟（系无釉瓷质，长67—72毫米，宽7—9毫米，高8—9毫米，实验前經1,000°C—1,100°C高温灼烧过）；推入或拉出瓷舟用的长鉄鈎（系用耐热低碳鉄絲制成）；坩埚鉗等等。

二、試剂：

（1）氢氧化鉀（約0.1N）：将15.8克的八水合氢氧化鉀（化学純，上海恒信化工厂），溶于1,000毫升水中。

（2）标准草酸溶液（0.05N）：称取3.1515克的二水合草酸（分析純，上海致力化学厂）用少量水溶解后，置于1,000毫升容量瓶中，用水稀释至格度。

（3）酚酞（1%）。

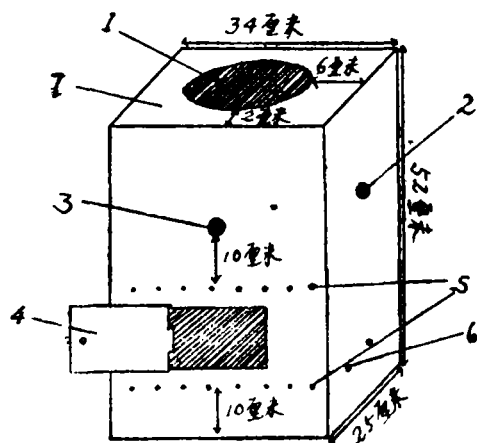


图 二

- 1—炉口；2—穿放瓷管孔；
3—观察孔；4—炉門；5—鉄支；
6—螺絲釘；7—耐火泥

(4) 錫片(化學純, 北京試劑研究所), 用前剪碎。

(5) 飽和氫氧化鈣溶液: 稱取2克氫氧化鈣(上海, 漢東化工廠), 加入1,000毫升水, 攪拌後, 過濾入一個干淨的玻瓶中。

(6) 一氧化鉛(化學純, 上海立德化工社)。

三、實驗:

甲、土法測定鋼鐵中的碳

1. 先用木炭在土炭爐內生火, 再加入焦炭或木炭, 加熱燃燒瓷管至呈橙色或橙黃色。

2. 準確吸取25毫升約0.1N的氫氧化鋇溶液, 分裝入5個50毫升試管做的吸收管中, 每個試管再加些水, 使水位達試管的 $\frac{2}{3}$ 處, 然後將它們緊套在如图一的10, 11, 12, 13, 14的位置上。

3. 稱取鋼樣0.3克, 安放入瓷舟中, 再在粗天平上稱取1克已剪碎好的錫片, 均勻分放在瓷舟中鋼樣的表面上, 在爐內溫度已達灼燒溫度時, 即將瓷舟推至燃燒管內溫度最高處, 塞好橡皮塞, 使不漏氣, 預熱半分鐘, 使瓷舟溫度達燃燒管內溫度, 立即通入氧氣, 速度約為每秒鐘3—4個氣泡, 總共6分鐘, 即停止通氣。此時一方面取出瓷舟; 他方面將各吸收管內溶液洗入一個500毫升的錐瓶中, 加入4滴酚酞作指示劑, 用標準草酸溶液滴定該溶液至在30秒鐘內不再呈紅色為止。如在實驗過程中發現第5個吸收管相當混濁時, 表示鋼樣含碳量相當高(超過0.5%)。這時應改變鋼樣重量, 最好取0.15—0.2克之間。

再稱取1克的錫片, 放入另一個瓷舟中, 依照上法實驗手續, 在同樣條件下, 作一次空白試驗。

結果可按下面公式計算碳的百分含量,

$$C\% = \frac{T_c \times (V_2 - V_1)}{W} \times 100$$

T_c : 為每毫升草酸溶液相當于碳的克數。

V_2 : 為空白試驗時所需草酸溶液的毫升數。

V_1 : 測定鋼樣時, 所需草酸溶液的毫升數。

W : 鋼樣重。

實驗結果和討論

1. 表1, 2是用標準鋼樣1(德意志民主共和國: Ströhlein & Co.)和標準鋼樣2(廣州, 通用機器廠)所測得的結果, 相對誤差一般在 $\pm 3\%$ 之間, 其中尚未考慮硫的影響。

有人主張(6)在燃燒管的出氣口處先安裝上一個內盛有鉻酸鉛硫酸溶液的吸收管, 以便將氣流中的二氧化硫除去, 這無疑是很好的, 我們考慮到一般鋼樣含硫量很低, 此外, 實驗時取量也很少, 可不必考慮除去二氧化硫。至于硫的影響程度如何? 有待今後研究, 從表中結果看來還算是達到要求的。

表1. 标准鋼样 1 測定結果

已知: $C\% = 0.53, S\% = 0.033$

数 次	測 得 值 %	誤 差	
		絕 对 %	相 对 %
1	0.55	-0.02	-3.77
2	0.54	-0.01	-1.88
3	0.54	-0.01	-1.88
4	0.53	0.00	0.00

表2. 标准鋼样 2 測定結果

已知: $C\% = 0.42, S\% = 0.003$

数 次	測 得 值 %	誤 差	
		絕 对 %	相 对 %
1	0.41	+0.01	+2.39
2	0.41	+0.01	+2.39
3	0.42	0.00	0.00
4	0.41	+0.01	+2.39

2. 助燃剂除用錫外, 也可选用銅, 氧化鉛, 氧化銅, 氧化鉍和鉛等〔同6〕, 我們所以选用錫, 主要是由于效果相当好, 且比較經濟便宜和市場上很易买得到。

3. 吸收管所取氢氧化鋇溶液的量, 若取得太少, 可能对二氧化碳吸收不完全, 太多則在回滴时要大量的草酸溶液, 按我們的实验情况, 每次取25毫升約0.1N的氢氧化鋇溶液, 相当适宜。

4. 用氢氧化鈣代氢氧化鋇, 同样获得准确的結果, 不过氢氧化鈣的溶解度相当小, 必須采用饱和溶液, 用量为100毫升。

表3 为用氢氧化鈣溶液代氢氧化鋇溶液測定鋼样 1 所获得的結果。

表3. 标准鋼样 1 測得結果

数 次	測 得 值 %	誤 差	
		絕 对 %	相 对 %
1	0.51	+0.02	+3.77
2	0.54	-0.01	-1.88
3	0.53	0.00	0.00
4	0.53	0.00	0.00

乙、用空气代氧气的試驗

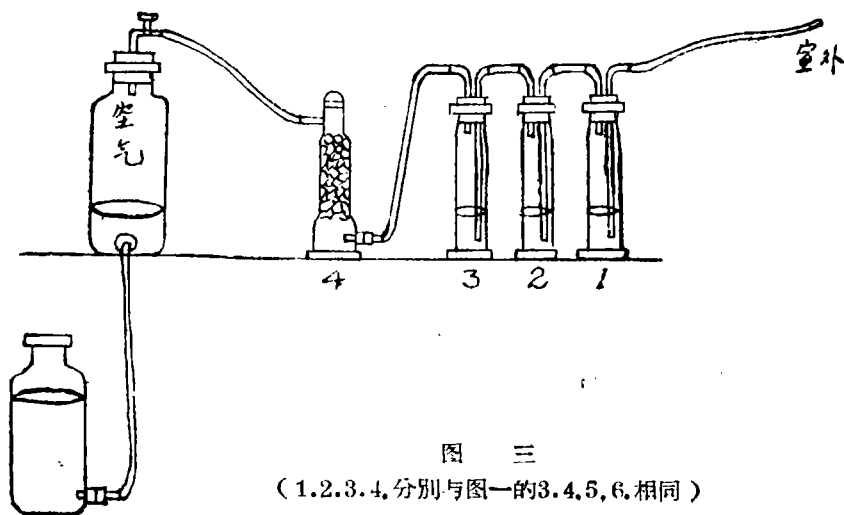


图 三

(1.2.3.4. 分别与图一的3.4.5.6. 相同)

1. 儀器裝置與圖一相同，唯貯藏瓶中的氧為空氣所取代。因為室內空氣含二氧化碳太多，因此我們是收集室外空氣供實驗用，收集方法如圖三所示。

待空氣裝滿貯氣瓶後，即可按圖一裝置進行實驗。

2. 試驗方法基本上與實驗甲所述相同，唯用作吸收液的氫氧化鋇溶液為氫氧化鈣溶液所取代，用量為 100 毫升；助燃劑為 1 克的一氧化鉛；通入空氣的速度為每秒鐘 5—6 個氣泡，共通入 8 分鐘；燃燒管內溫度達燃燒管呈橙黃色。

結果與討論

1. 用空氣代氧所得的結果：

表4. 標準鋼樣 1 測得結果

數次	測得值 %	誤差	
		絕對 %	相對 %
1	0.48	+0.05	+9.43
2	0.51	+0.02	+3.77
3	0.50	+0.03	+5.66
4	0.54	-0.01	-1.88

表5. 標準鋼樣 2 測得結果

次數	測得值 %	誤差	
		絕對 %	相對 %
1	0.41	+0.01	+2.39
2	0.41	+0.01	+2.39
3	0.42	0.00	0.00
4	0.41	+0.01	+2.39

從表 4, 5 不难看出鋼樣 1 測得值誤差比較大，這可能由於實驗條件控制不好所致。鋼樣 2 測得結果相當滿意。

2. 我們曾先後使用錫，鎂，錫和氧化鉛的混合物等作助燃劑，試驗結果，鋼樣燃燒不完全，結果偏低，最後我們選用 1 克的一氧化鉛作為助燃劑，鋼樣全部熔化，燃燒得很好，測得結果也同樣良好。一氧化鉛用量不得少於 1 克，否則鋼樣熔化不完全。

結束語

用自制土炭爐在氧氣流中燃燒鋼樣中的碳，出來的氣體用氫氧化鋇吸收，再用標準草酸溶液回滴過量的氫氧化鋇，和用空氣代氧，氫氧化鈣代氫氧化鋇，用同樣方法測定鋼鐵中的碳，結果相當良好，相對誤差一般在 $\pm 3\%$ 之間。前法採用錫為助燃劑；後法採用一氧化鉛為助燃劑，用量不能少於 1 克，否則結果偏低。硫的含量在 0.033% 下影響很少。方法可作一般的鋼鐵中碳的分析。

注：本試驗進行過程中，承蒙陳永兆先生指導幫助特此致謝。

参 考 資 料

1. 周南, 化学世界 9 158 (1954)
2. Simous, Fagel, Balis and Pepkowitz, Anal. Chem. 7 1119 (1955)
3. A.M. 戴莫夫著, 矿石与金属的工业分析 (下册) 12 (1954)
4. Gregory and Stevenson, Chem. Anal. of metals and alloys 209 (1951)
5. Roland S. Young, Industrial Inorganic Analysis 52 (1953)
6. A.П. 格罗舍夫著, 工业分析 (下册) 265 (1956)

THE DETERMINATION OF CARBON IN STEEL WITH SELF-CONSTRUCTED FURNATION AND WITH AIR TO SUBSTITUTE FOR OXYGEN

Li Kun and Liang Guo-hian

ABSTRACT

The determination of carbon in steel with a self-constructed furnace heated by coke or charcoal, using tin as flux has been investigated. The carbon dioxide evolved was absorbed by excess barium hydroxide and back-titrated with standard oxalic acid solution. With the same furnace using not less than 1g of lead oxide (PbO) as flux and air to substitute for oxygen, we also got satisfactory results. The relative error was about $\pm 3\%$. Sulfur below 0.033% would not interfere.