# 钢铁中八元素快速测定方法

## 1 碳硫的常规联合测定

### 1.1 试剂

1.1.1 助熔剂。

1.1.2 氢氧化钾溶液（40%）。

1.1.3 酸性水.

1.1.4 淀粉－盐酸溶液：每2升溶液中含1.0g可溶性淀粉和10ml盐酸。

1.1.5 碘酸钾溶液：0.00085mol/L。

### 1.2 设备

采用管式炉（卧式）和天津产71型CS联合测定仪。

### 1.3 分析步骤

将炉温升至1200℃（测定高合金钢时为1300℃）。

称取试样1g平铺于瓷舟中部，覆盖适量助熔剂，将瓷舟推入燃烧管中温度最高区域，塞紧管口。

按照碳硫联合测定仪操作规程进行分析，分别读取量气管刻度值和定硫滴定管刻度值。

## 2 硅的测定

### 2.1 试剂

2.1.1 盐酸。

2.1.2 过氧化氢溶液（30%）

2.1.3 硝酸（1+6）。

2.1.4 钼酸铵溶液（5%）。

2.1.5 氨性钼酸铵溶液（5%－5%）。

2.1.6 草酸溶液（2%）。

2.1.7 硫酸亚铁铵溶液（6%）。

### 2.2 分析步骤

2.2.1 普通钢

称取试样 50mg 于 200ml锥形瓶中，加入 10ml硝酸（1+6），低温加热溶解。取下，依次加入 10ml氨性钼酸铵溶液、50ml草酸溶液、5ml硫酸亚铁铵溶液，摇匀。用 0.5cm 比色皿，以水为参比，在分光光度计上波长 650nm 处测量吸光度。

2.2.2 合金钢

称取试样 50mg 于 200ml锥形瓶中，加入 2ml过氧化氢溶液和 1ml盐酸，待试样溶解后，加入 10ml水，加热煮沸至无小气泡出现。依次加入 10ml氨性钼酸铵溶液、50ml草酸溶液、5ml硫酸亚铁铵溶液。取部分显色液于 0.5cm 比色皿中，向剩余溶液中滴加过氧化氢溶液使硅钼蓝的蓝色褪去，并以此为参比，在分光光度计上波长

650nm 处测量吸光度。

## 3 锰的测定

### 3.1 试剂

3.1.1 盐酸。

3.1.2 硝酸。

3.1.3 过氧化氢溶液（30%）。

3.1.4 定锰混酸：每升溶液含 5g 硝酸银、150ml硝酸、20ml硫酸、30ml磷酸。

3.1.5 过硫酸铵溶液（20%）。

3.1.6 亚硝酸钠溶液（1%）。

### 3.2 分析步骤

3.2.1 普通钢

称取试样 100mg（锰含量大于 0.80%时称取 50mg）于 200ml 锥形瓶中，加入 10ml定锰混酸，加热溶解，加入 10ml过硫酸铵溶液，加热煮沸约 1min，取下流水冷却至室温，用水稀释至 100ml，用 2cm 比色皿中，以水为参比，在分光光度计上波长 530nm 处测量吸光度。

3.2.2 合金钢

称取试样 100mg（锰含量大于 0.80%时称取 50mg）于 100ml

锥形瓶中，加入2ml过氧化氢溶液和1ml盐酸，待试样溶解，加入2～3ml高氯酸，加热冒高氯酸烟30s，取下，稍冷，加入10ml水和10ml定锰混酸加热，再加入10ml过硫酸铵溶液，煮沸约1min，取下，流水冷却至室温，稀释至50ml。用2cm比色皿，以亚硝酸钠溶液褪色溶液为参比，在分光光度计上波长530nm处测量吸光度。

## 4 磷的测定

### 4.1 试剂

4.1.1 硝酸铋溶液（0.6%）。

4.1.2 高锰酸钾溶液（4%）。

4.1.3 钼酸铵溶液（1%）。

4.1.4 抗坏血酸溶液（1%）。

### 4.2 分析步骤

称取试样50mg置于100ml锥形瓶中，加入5ml硝酸铋溶液加热溶解。滴加2滴高锰酸钾溶液，煮沸至刚出现褐色沉淀时取下，流水冷却至温热，立即加入10ml钼酸铵溶液、15ml抗坏血酸溶液，摇匀，放置1～3min，用1cm比色皿，以水为参比，在分光光度计上波长680nm处测量吸光度。

## 5 铬的测定

### 5.1 试剂

5.1.1 高氯酸。

5.1.2 盐酸。

5.1.3 过氧化氢溶液（30%）。

5.1.4 硝酸（1+1）。

5.1.5 硫酸－磷酸混合酸（160+80+760）。

5.1.6 N-苯代邻氨基苯甲酸溶液（0.2%）。

5.1.7 硫酸亚铁铵溶液（0.0055mol/L、0.05mol/L）。

### 5.2 分析步骤

5.2.1 普通钢

称取试样100mg（铬含量在2.0～4.0%时称取50mg）于100ml锥形瓶中，加入2ml高氯酸及10～15滴硝酸（1+1），加热溶解，并连续加热至冒高氯酸烟30s，取下稍冷，加入10ml水后流水冷却至室温，加入10ml硫酸－磷酸混合酸，摇匀，加入2滴N-苯代邻氨基苯甲酸溶液，摇匀，用硫酸亚铁铵溶液（0.0055mol/L）滴定至溶液明显变色为终点。

5.2.2 合金钢

称取试样100mg（铬含量在5.0%以下时称取500mg）于200ml锥形瓶中，加入2ml过氧化氢溶液和1ml盐酸溶解，加入10ml高氯酸，连续加热至冒高氯酸白烟30s，取下稍冷，加入20ml水，流水

冷却至室温，加入20ml硫酸－磷酸混合酸，摇匀，用硫酸亚铁铵溶液（0.05mol/L）滴定至浅黄绿色，加入2滴N-苯代邻氨基苯甲酸溶液，摇匀，继续滴定至溶液明显变色为终点。

## 6　钼的测定

6.1　试剂

6.1.1　高氯酸。

6.1.2　盐酸。

6.1.3　硝酸。

6.1.4　过氧化氢溶液（30%）。

6.1.5　硝酸（1+1）。

6.1.6　硫酸（1+1）。

6.1.7　硫氰酸铵溶液（10%）。

6.1.8　氯化亚锡溶液（10%）。

6.1.9　硫酸钛溶液（0.4%）

6.1.10　混合显色液：将硫酸钛溶液、氯化亚锡溶液（10%）、硫氰酸铵溶液（10%）和水按体积比1：1：1：2混合。

6.2　分析步骤

6.2.1　普通钢

称取试样50mg（试样钼含量大于0.50%时称取20mg）置于

100ml锥形瓶中，加入10～15滴硝酸（1+1）及2ml高氯酸，加热溶解并蒸发冒烟30s，取下稍冷，加入50ml混合显色液，摇匀，放置2～5min。以水为参比，用1cm比色皿，在分光光度计上波长460nm处测量吸光度。

6.2.2 合金钢

称取试样20mg于100ml锥形瓶中，加入2ml过氧化氢溶液和1ml盐酸，待试样溶解后，加入2ml高氯酸蒸发冒高氯酸烟30s，取下稍冷，加入50ml混合显色液，摇匀，放置2～5min。以水为参比，用1cm比色皿，在分光光度计上波长460nm处测量吸光度。

## 7 镍的测定

7.1 试剂

7.1.1 高氯酸。

7.1.2 盐酸。

7.1.3 过氧化氢（30%）。

7.1.4 硝酸（1+1）。

7.1.6 柠檬酸铵溶液（50%）。

7.1.8 碘溶液（0.1mol/L）。

7.1.10 丁二酮肟溶液（0.1%）。

7.2 分析步骤

7.2.1 普通钢

称取试样20mg置于200ml锥形瓶中,加入10～15滴硝酸(1+1)和2ml高氯酸，加热溶解并蒸发冒高氯酸烟30s，取下，稍冷，加入70ml水，再加入5ml柠檬酸铵溶液、3ml碘溶液、20ml丁二酮肟溶液，放置1～3min。用1cm比色皿，以水为参比，在分光光度计上波长530nm测量吸光度。

7.2.2 合金钢

称取试样20mg于100ml锥形瓶中，加入2ml过氧化氢溶液和1ml盐酸，待试样溶解后，加入2ml高氯酸蒸发冒高氯酸烟30s，取下，稍冷，加入70ml水，再加入5ml柠檬酸铵溶液、3ml碘溶液、20ml丁二酮肟溶液，放置1～3min。用1cm比色皿，以水为参比，在分光光度计上波长530nm测量吸光度。