

66726

冶金工业部科技情报产品标准研究所编

稀有金属合金和 有色金属合金的分析

中国工业出版社

稀有金属合金和 有色金属合金的分析

冶金工业部科技情报产品标准研究所编

中国工业出版社

本书是1966年由科学出版社出版的《稀有金属和有色金属合金的分析》一书的修订版。书中主要介绍铝合金、镁合金、钛合金、锆合金、铍青铜和钨基合金的分析方法，其中大部分是化学分析法，也有一部分是光谱分析法和极谱分析法。

本书可供工厂和研究机关从事上述金属和合金分析的工作人员参考。

TF 840.13

稀有金属合金和有色金属合金的分析

冶金工业部科技情报研究所编
产品标准

(凭証发行)

冶金工业部科技情报研究所书刊组编辑
产品标准

中国工业出版社出版

新华书店发行

中国工业出版社第四印刷厂印刷

1971年6月第一版 1971年6月第一次印刷

15165·4920(冶金-733) 每册 0.55 元

毛主席语录

政治工作是一切經濟工作的生命线。

要认真总结經驗。

无产阶级文化大革命是使我国社会生产力发展的一个强大的推动力。

我們一定要有无产阶级的雄心壮志，敢于走前人没有走过的道路，敢于攀登前人没有攀登过的高峰。

目 录

第一章 铝合金的分析	1
§ 1—1 硅的测定	1
I. 重量法	1
II. 钼蓝比色法	2
§ 1—2 铁的测定	3
I. 邻菲罗啉比色法	3
II. 硫氰酸盐比色法	5
§ 1—3 铬的测定	6
二苯卡巴肼比色法	6
§ 1—4 锰的测定	7
I. 过硫酸铵氧化比色法	7
II. 过硫酸铵氧化容量法	8
§ 1—5 镍的测定	9
二甲基乙二醛肟比色法	9
§ 1—6 铜的测定	10
I. 铜试剂比色法	10
II. 容量法	11
§ 1—7 钛的测定	12
I. 过氧化氢比色法	12
II. 二安替匹林甲烷比色法	13
§ 1—8 镁的测定	14
I. 氢氧化铵—氯化铵—溴水分离容量法	14
II. 铜试剂分离 EDTA 滴定容量法	16
III. 原子吸收光谱法	17
§ 1—9 银的测定	19
硫氰酸盐滴定容量法	19
§ 1—10 铍的测定	20
铍试剂 II 比色法	20
§ 1—11 铈的测定	22

结晶紫比色法	22
§ 1—12 硼的测定	23
姜黄素比色法	23
§ 1—13 稀土的测定	25
偶氮胂Ⅲ比色法	25
§ 1—14 钒的测定	27
磷—钨—钼酸比色法	27
§ 1—15 锆的测定	28
茜素-S比色法	28
§ 1—16 钴的测定	29
亚硝基R盐比色法	29
§ 1—17 锌的测定	31
极谱法	31
§ 1—18 镉的测定	32
极谱法	32
§ 1—19 锂的测定	33
火焰光度法	33
第二章 镁合金的分析	35
§ 2—1 铝的测定	35
I. 8-羟基喹啉比色法	35
II. 容量法	36
§ 2—2 硅的测定	40
I. 硅钼蓝比色法	40
II. 重量法	42
§ 2—3 铁的测定	44
I. 硫氰酸盐比色法	44
II. 邻菲罗啉(或双联吡啶)比色法	45
§ 2—4 铜的测定	46
I. 铜试剂比色法	46
II. 铜试剂直接比色法	48
§ 2—5 锰的测定	49
I. 亚砷酸—亚硝酸钠容量法	49
II. 过硫酸铵氧化比色法	50

§ 2—6 钛的测定	51
过氧化氢氧化比色法	51
§ 2—7 镍的测定	52
二甲基乙二醛肟比色法	52
§ 2—8 铍的测定	54
I. 铍试剂—Ⅲ比色法	54
II. 铍试剂—II比色法	55
§ 2—9 镉的测定	57
氢氧化铵—氯化铵底液极谱法	57
§ 2—10 镉、铅连续测定(参考方法)	58
§ 2—11 铈的测定	59
结晶紫比色法	59
§ 2—12 氯的测定	61
硝酸银比浊法	61
§ 2—13 锂的测定	62
火焰光度法	62
§ 2—14 钙、钾和钠的测定	63
火焰分光光度法	63
§ 2—15 锆的测定	65
茜素-S比色法	65
§ 2—16 稀土总量的测定	67
I. 偶氮胂—Ⅲ比色法	67
II. EDTA 络合滴定法	69
§ 2—17 铈的测定	71
容量法(参考方法)	71
§ 2—18 铬的测定	72
铬试剂比色法	72
§ 2—19 锌的测定	74
极谱法	74
§ 2—20 钼的测定	75
钼试剂比色法	75
§ 2—21 银的测定	76
混色法	76

§ 2—22 钴的测定	78
亚硝基R盐比色法	78
§ 2—23 砷的测定	79
古蔡氏法	79
第三章 钛合金的分析	82
§ 3—1 铝的测定	82
I. 氢氧化钠分离—氟化钾法	82
II. 铬天青S比色法	84
§ 3—2 铁的测定	85
I. 磺基水杨酸比色法	85
II. 双联吡啶比色法	86
§ 3—3 硅的测定	88
钼蓝比色法	88
§ 3—4 钒和铬的测定	89
硫酸亚铁铵容量法	89
§ 3—5 锰的测定	91
I. 亚砷酸—亚硝酸钠容量法	91
II. 过碘酸盐氧化比色法	93
§ 3—6 钼的测定	94
硫氰酸盐比色法	94
§ 3—7 锡的测定	95
I. 铝片还原碘液容量法	95
II. 铁粉还原碘液容量法	97
§ 3—8 锆的测定	98
I. EDTA 络合滴定法	98
II. 快速比色法	99
§ 3—9 硼的测定	101
次甲基蓝比色法	101
§ 3—10 铜的测定	102
铜试剂比色法	102
§ 3—11 铌的测定	103
纸上色层分离—PAR比色法	103
§ 3—12 钽的测定	105

结晶紫—苯萃取比色法	105
§ 3—13 钴的测定	107
亚硝基R盐比色法	107
第四章 钴合金的分析	109
§ 4—1 锡的测定	109
碘滴定容量法	109
§ 4—2 铁的测定	110
磺基水杨酸比色法	110
§ 4—3 镍的测定	111
二甲基乙二醛肟比色法	111
§ 4—4 铬的测定	112
铬试剂比色法	112
§ 4—5 钼的测定	113
硫氰酸盐比色法	113
§ 4—6 铜的测定	114
铜试剂比色法	114
§ 4—7 硅的测定	115
钼蓝比色法	115
§ 4—8 硼的测定	117
姜黄素比色法	117
§ 4—9 氯的测定	118
硝酸银比浊法	118
§ 4—10 钨的测定	119
二硫酚比色法	119
§ 4—11 镉的测定	121
极谱法	121
§ 4—12 铈的测定	123
光谱法	123
§ 4—13 痕量稀土元素的测定	124
化学光谱法	124
§ 4—14 杂质的光谱测定	128
第五章 铍青铜的分析	130
§ 5—1 铍的测定	130

I. 依来铬酐R比色法	130
II. 焦磷酸盐重量法	131
§ 5—2 铁的测定	133
硫氰酸盐比色法	133
§ 5—3 铝的测定	134
8-羟基喹啉比色法	134
§ 5—4 镍的测定	135
二甲基乙二醛肟比色法	135
§ 5—5 钴的测定	137
亚硝基R盐比色法	137
§ 5—6 稀土的测定	138
偶氮胂Ⅲ比色法	138
§ 5—7 钛的测定	139
过氧化氢比色法	139
§ 5—8 铅的测定	140
极谱法	140
§ 5—9 硅的测定	141
钼蓝比色法	141
第六章 钢基合金的分析	143
§ 6—1 镓的测定	143
罗丹明B比色法	143
§ 6—2 银的测定	144
I. 容量法	144
II. 双硫腙比色法	145
§ 6—3 铁的测定	147
邻菲罗啉比色法	147
§ 6—4 砷的测定	148
钼蓝比色法	148
§ 6—5 铝的测定	150
铝试剂比色法	150
§ 6—6 镁的测定	151
达旦黄比色法	151
§ 6—7 硅的测定	152

钼蓝比色法	152
§ 6—8 锡的测定	154
I. 容量法	154
II. 极谱法	155
§ 6—9 铋的测定	156
极谱法	156
§ 6—10 铟的测定	157
示波极谱法	157
§ 6—11 铜、镉、锌和铜、铋、铅的连续测定	158
示波极谱法	158
§ 6—12 铅的测定	160
安培滴定法	160
§ 6—13 铟-金和铟-镓-金合金中金的X射线荧光光谱测定	161

第一章 鋁合金的分析

§ 1—1 硅 的 测 定

I. 重 量 法

方法要点

以混酸分解试样^①，硫酸两次脱水，过滤沉淀，灼烧后，用氢氟酸处理。处理前后两次重量差作为硅的含量。

本方法适用于硅含量 $>0.5\%$ 的测定。

试剂

(1) 混酸：200毫升硝酸（比重1.42），200毫升盐酸（比重1.19）及600毫升硫酸（1:1）混合均匀。

(2) 盐酸：比重1.19及2%溶液。

(3) 氢氧化钠：20%溶液。

(4) 氢氟酸：40%溶液。

(5) 硫酸：1:1。

分析步骤

称取0.5~1克试样，置于250毫升磁蒸发皿中，加入40毫升混酸，微微加热，待剧烈反应缓和后，用水吹洗表皿及杯壁，加热至试料完全溶解。继续加热至冒浓厚的白烟十分钟，冷却，加入10毫升盐酸（比重1.19）及70毫升热水，充分搅拌并加热至盐类溶解，用带有纸浆的中速滤纸过滤，以2%热盐酸溶液洗涤沉

① 如试样中含硅量 $>0.8\%$ ，可改用碱法溶样，将试样置于镍或银制烧杯中，加入20毫升20%氢氧化钠溶液，微热，待剧烈反应停止后，加热至试样溶解。将溶液倒入已盛有50毫升混酸的250毫升磁蒸发皿中，以下步骤按酸溶法一样。

淀及滤纸 8~10 次，再用热水洗 3~4 次。将滤液加热蒸发至冒浓厚的白烟并继续十分钟，然后同前步骤进行过滤与洗涤^①，弃去滤液。

将两次过滤的滤纸及沉淀置于铂坩埚中，烘干灰化，在 950℃ 灼烧至恒重并称量。沉淀用几滴水润湿，加入 2~3 毫升氢氟酸及 5~6 滴硫酸 (1:1)，加热蒸发至干，在 950℃ 灼烧至恒重并称量。

与分析试样的同时，进行空白试验，以校正分析结果。

按下式计算：

$$\text{Si}\% = \frac{(W_1 - W_2) \times 0.4672}{G}$$

式中 W_1 ——氢氟酸处理前沉淀加坩埚重，克；

W_2 ——氢氟酸处理后沉淀加坩埚重，克；

0.4672——二氧化硅换算成硅的系数；

G ——试样重，克。

II. 钼 蓝 比 色 法

方法要点

试样用氢氧化钠溶解，硝酸酸化，在 0.4~0.6N 酸性溶液中^②，于加热情况下，使硅与钼酸铵作用，生成黄色硅钼黄杂多酸。再加入适当的还原剂，还原成蓝色的钼蓝，比色测定。

此方法适用于硅含量 <1.0% 的测定。

试剂

(1) 氢氧化钠：一级品。

(2) 硝酸：1:1。

(3) 钼酸铵：5% 溶液。

(4) 硫酸亚铁铵：6% 溶液〔加几滴硫酸 (1:1)〕。

① 如不是特殊精确要求，可省去第二次脱水这一步骤。

② 如在室温发色，酸度应控制在 0.1~0.3 N 间，此时放置 15 分钟即行。

(5) 硫酸—草酸铵混合溶液：3%草酸铵溶液与硫酸(1:3)等体积相混合。

(6) 硅标准液：1毫升相当于40微克硅。称0.2140克二氧化硅（预先在1000℃灼烧过），用碳酸钠熔融，用热水浸出，稀释至1升。1毫升此溶液相当于0.1毫克硅。使用前稀释2.5倍。

分析步骤

称取0.5克试样，置于已盛有5克氢氧化钠和5毫升水的银烧杯中，加热至试样溶解，洗涤银杯盖一次，将溶液仔细倾入已盛有25毫升1:1硝酸的300毫升三角烧瓶中^①，加热至盐类溶解，迅速用流水冷却，将溶液移入100毫升容量瓶中用水稀释至刻度，摇匀。

吸取10毫升溶液于100毫升容量瓶中，加入0.5毫升硝酸(1:3)及5毫升5%钼酸铵溶液，在沸水浴中加热30秒钟，冷却。加水17毫升及20毫升硫酸—草酸铵混合溶液，加入10毫升6%硫酸亚铁铵溶液，用水稀释至刻度，混匀。30秒钟后，以水为参比溶液，用2厘米液槽，在波长660毫微米处，测量溶液的光密度，由标准曲线上求得硅的含量。

标准曲线的绘制：于一系列100毫升容量瓶中，分别加入硅标准溶液0, 1, 3, 5, 7毫升，各加入1毫升硝酸(1:3)，以水稀释至10毫升，然后按上述步骤进行并测量光密度，以光密度对硅浓度绘制曲线。

§1—2 铁的测定

I. 邻菲罗啉比色法

方法要点

在弱酸性溶液中 (pH 3~4)，使铁(II)与邻菲罗啉作用，

① 将碱性溶液倾入烧瓶中时，须由中心倾入，并需边倾边摇，切勿使碱性溶液接触瓶壁。

生成红色络合物，比色测定铁。加入盐酸羟胺可使铁（Ⅲ）还原至二价。显色后，红色络合物非常稳定，颜色可经数月不变。锌、镉的干扰，可加入过量试剂消除。

本方法适用于铁含量 $<0.2\%$ 的测定。

试剂

- (1) 硫酸：1:1。
- (2) 盐酸羟胺：10%溶液。
- (3) 邻菲罗啉：0.25%溶液。
- (4) 醋酸钠饱和溶液。
- (5) 刚果红试纸。

(6) 铁标准液：1毫升相当于0.01毫克铁。将0.8634克分析纯铁铵钒 $\text{Fe}_2(\text{SO}_4)_3 \cdot (\text{NH}_4)_2\text{SO}_4 \cdot 24\text{H}_2\text{O}$ 溶于水中，加入5毫升浓硫酸，用水稀释至1升，混匀。1毫升相当于0.1毫克铁。使用前稀释10倍。

分析步骤

称取0.2克试样，置于200毫升烧杯中，缓缓加入10毫升硫酸（1:1），待剧烈反应停止后，加热至试样溶解，冷却。将溶液移入100毫升容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。

吸取10毫升溶液于25毫升比色管中，加入2毫升10%盐酸羟胺溶液，混匀，投入一小片刚果红试纸，用饱和醋酸钠溶液中和至刚果红试纸恰变成紫色，加入5毫升0.25%邻菲罗啉溶液，用水稀释至刻度，混匀。以水为参比溶液，用2厘米液槽，在波长508毫微米处测量溶液的光密度。由标准曲线上求得铁的含

量。

标准曲线的绘制：分别加入0, 4, 8, ……，30微克铁标准液于一系列25毫升比色管中，加入2毫升10%盐酸羟胺溶液及一小片刚果红试纸，用饱和醋酸钠溶液中和，以下按上述步骤进行并测量光密度，以光密度对铁浓度绘制曲线。

II. 硫氰酸盐比色法

方法要点

在酸性溶液中铁(Ⅲ)与硫氰酸盐形成红色络合物,用比色法进行测定。硫氰酸盐浓度对络合物颜色有影响,在绘制曲线时必须与试样中加入相同量的硫氰酸盐。氟化物、草酸盐、磷酸盐等有干扰。

本方法适用于铁含量 $<1\%$ 的测定。

试剂

(1) 硝酸: 1:1。

(2) 硫氰酸钾: 20%溶液。

(3) 铁标准溶液: 1毫升相当于0.1毫克铁。

分析步骤

称取0.2克试样^①置于150毫升烧杯中,加入10毫升硝酸(1:1),缓缓加热至试样溶解。将溶液移入100毫升容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。

吸取5毫升溶液于50毫升比色管中,加入2毫升硝酸(1:1),用水稀释至40毫升左右,加入5毫升20%硫氰酸钾溶液,用水稀释至刻度,混匀。以水作参比溶液,用2厘米液槽,在波长680毫微米处测量溶液的光密度,由标准曲线上求得铁的含量。

标准曲线的绘制: 分别加入铁标准液0, 0.1, 0.3, …… , 1.5毫升(1毫升相当于0.1毫克铁)于一系列50毫升比色管中,加入2毫升硝酸(1:1),以下按上述步骤进行并测量光密度。以光密度对铁浓度绘制曲线。

① 如试样中同时测定硅,则此时不须另取试样,由测定硅的溶液中分取测定。

§1—3 铬的测定

二苯卡巴肼比色法

方法要点

在0.2~0.5N硫酸溶液中，铬(VI)与二苯卡巴肼反应，生成红紫色络合物，比色测定铬。用过硫酸铵可使铬(III)氧化至六价状态。加入磷酸可消除铁(III)的干扰，锰的干扰可加入亚硝酸钠及尿素消除。

此方法适用于铬含量<0.2%的测定。

试剂

(1) 混酸：在500毫升水中加入25毫升硫酸，30毫升磷酸，60毫升硝酸，并加入2克硝酸银，用水稀释至1升。

(2) 亚硝酸钠：0.5%溶液。

(3) 尿素：10%溶液，新鲜配制。

(4) 过硫酸铵：20%溶液，新鲜配制。

(5) 二苯卡巴肼（铬试剂）：0.25%酒精溶液。

(6) 铬标准溶液：1毫升相当于10微克铬。称取0.3734克铬酸钾溶于水，用水准确稀释至1升，1毫升相当于0.1毫克铬。使用前用水稀释10倍。

分析步骤

吸取5~10毫升测定硅或铁的试样溶液于100毫升烧杯中，加入5毫升混酸，加热至微沸。加入5毫升20%过硫酸铵溶液，继续煮沸并使过量的过硫酸铵破坏。冷却后，将溶液移入100毫升容量瓶中，加入5毫升10%尿素溶液，滴入1~2滴0.5%亚硝酸钠溶液使锰(VII)的红紫色退去^①。用水稀释至80毫升左右，加入2毫升0.25%二苯卡巴肼溶液，用水稀释至刻度，混匀。以水作

① 如试样中不含锰，加尿素及亚硝酸钠溶液这二步骤可省略。