

金属材料 化学分析方法

第二分册

第一机械工业部上海材料研究所 编著



金属材料化学分析方法

第二分册

有色金属及合金的分析方法

第一机械工业部上海材料研究所编著



机械工业出版社

本书是在1965年中国工业出版社出版的《材料化学分析方法(修订版)》一书基础上编写的。内容及篇幅均有很大的变动和增删,特别是增加了分析方法的基本原理的阐述。对化学分析工作者很有参考价值。

全书共分三册:第一分册钢铁及铁合金的分析方法;第二分册有色金属及合金的分析方法;第三分册金属中气体、夹杂物和相分析。本书是第二分册。

本书可供机械工业、冶金工业的材料试验人员参考,也可供科研、高等学校有关部门的化学分析工作者参考。

金属材料化学分析方法

第二分册

有色金属及合金的分析方法

第一机械工业部上海材料研究所编著

*

机械工业出版社出版(北京阜成门外百万庄南街一号)

(北京市书刊出版业营业登记证出字第117号)

机械工业出版社印刷厂印刷

新华书店北京发行所发行·新华书店经售

*

开本 $850 \times 1168 \frac{1}{32}$ · 印张 $16 \frac{3}{8}$ · 插页 2 · 字数 427 千字

1982年8月北京第一版·1982年8月北京第一次印刷

印数 0,001—8,500 · 定价 3.00 元

*

统一书号: 15033·5315

科技新书目: 25—12

前 言

随着科学技术的发展，对材料的质量提出了更高的要求。在金属材料方面，对合金的成分以及杂质含量的控制也有严格的规定。因此冶金或机械工厂的试验室不但要完善试验设备，掌握多种测试手段，而且应当掌握可靠的分析方法，以便能达到及时提供准确的分析数据的要求。

我所从事金属材料分析方法的研究近三十年。1955年曾编写《材料化学分析方法》一书，并于1965年修订，由中国工业出版社出版。修订版中汇编了1963年以前的主要研究成果。该书出版以来受到广大化学分析工作者的欢迎，在生产实践中取得较好的效果。为了适应当前技术工作的需要，决定在原有基础上重新编写。目前本书选编的内容主要是我所历年的研究成果，也吸收部分经过验证的国内外先进经验。为便于读者对各方法的了解和掌握，本书对分析方法的基本原理和操作的要点都作了较详细的阐述。

为了使书名和实际内容更加符合，现更改书名为《金属材料化学分析方法》，并分三册出版，本书是第二分册。本分册第九、十章由周南同志编写，其他各章由吴诚同志编写。

限于编者的水平，本书的内容恐尚难满足实际需要，缺点、错误也在所难免，希望读者批评指正。

编者

一九八一年二月

目 录

第一章 纯铜的分析方法	1
§ 1-1 铜的测定——恒电流电解法	1
§ 1-2 铁的测定	5
§ 1-3 锰的测定	6
§ 1-4 镍的测定	8
§ 1-5 铝的测定	11
§ 1-6 镉的测定	12
§ 1-7 铅的测定	14
§ 1-8 锌的测定	18
§ 1-9 硅的测定	21
§ 1-10 磷、砷的测定	23
§ 1-11 铋的测定	25
§ 1-12 锑的测定	28
§ 1-13 锡的测定	30
§ 1-14 碲的测定	33
§ 1-15 硫的测定	33
甲、硫酸钡重量法	33
乙、燃烧碘量法	33
§ 1-16 系统分析	33
第二章 黄铜的分析方法	36
§ 2-1 铜的测定	36
甲、恒电流电解法	36
乙、碘化钾-硫代硫酸钠滴定法	38
§ 2-2 铅的测定	40
甲、铬酸铅沉淀——亚铁滴定法	40
乙、恒电流电解法	42
丙、黄铜中微量铅的测定——N-235萃取分离、二苯硫 脒光度法	45

§ 2-3	锌的测定	46
	甲、硫氰酸盐萃取分离—EDTA 滴定法	46
	乙、HEDTA 滴定法	48
§ 2-4	铁的测定	51
§ 2-5	锰的测定	53
§ 2-6	铝的测定	55
	甲、络天青 S 光度法	55
	乙、螯合滴定法	58
§ 2-7	锡的测定	62
	甲、次磷酸还原——碘酸钾滴定法	62
	乙、茜素紫萃取光度法	65
	丙、PV-CTMAB 光度法	67
§ 2-8	硅的测定	70
§ 2-9	镍的测定	73
§ 2-10	铈的测定	79
§ 2-11	铊的测定	82
§ 2-12	磷的测定——磷钒钼黄光度法	84
§ 2-13	砷的测定——蒸馏分离砷钼蓝光度法	86
§ 2-14	磷、砷的连续测定——萃取光度法	89
§ 2-15	系统分析	91
第三章	锡青铜的分析方法	93
§ 3-1	铜的测定	93
	甲、恒电流电解法	93
	乙、碘化钾-碲代硫酸钠滴定法	94
	丙、螯合滴定法	94
	丁、控制阴极电位电解法	95
§ 3-2	铅的测定	99
	甲、铬酸铅沉淀——亚铁滴定法	99
	乙、电解法	99
§ 3-3	锌的测定	99
	甲、硫酸铅钡混晶沉淀掩蔽——螯合滴定法	99
	乙、 β -DTCPA 掩蔽——螯合滴定法	100
§ 3-4	锡的测定	103

甲、次磷酸还原——碘酸钾滴定法	103
乙、槲皮素光度法	105
§ 3-5 磷的测定——磷钒钼黄光度法	107
§ 3-6 镍的测定	108
§ 3-7 锑的测定	108
§ 3-8 铁的测定	108
§ 3-9 铝的测定	111
§ 3-10 镁的测定	115
§ 3-11 硅的测定	119
§ 3-12 系统分析	122
第四章 特殊青铜及白铜的分析方法	123
§ 4-1 铜的测定	123
甲、恒电流电解法	123
乙、碘化钾-硫代硫酸钠滴定法	129
丙、螯合滴定法	129
§ 4-2 铝的测定	129
甲、铝青铜中铝的螯合滴定法	129
乙、铍青铜中铝的测定	130
丙、硅青铜及白铜中微量铝的测定——CAS-CTMAB 胶束增溶光度法	131
§ 4-3 铁的测定	132
甲、铝铁青铜中铁的测定	132
乙、铬青铜中铁的测定	132
§ 4-4 镍的测定	134
甲、铝青铜中镍的测定——碘氧化氨性丁二酮肟光度法	134
乙、铍青铜中镍的测定——过硫酸铵氧化-碱性丁二酮肟 光度法	134
丙、碘化钾分离——氨性丁二酮肟光度法	135
丁、丁二酮肟沉淀分离——螯合滴定法	138
§ 4-5 锰的测定	141
甲、光度法	141
乙、容量法	142
§ 4-6 硅的测定	143

	甲、硅青铜中硅的测定	143
	乙、特殊青铜及白铜中低含量硅(0.02~0.25%)的测定	143
	丙、特殊青铜及白铜中微量硅(0.001~0.02%)的测定	145
§ 4-7	铍青铜中铍的测定	145
§ 4-8	铍青铜中钛的测定	148
§ 4-9	铬青铜中铬的测定	150
	甲、氧化还原滴定法	150
	乙、二苯基脲酰二肼光度法	152
§ 4-10	铬青铜中铬的测定	156
§ 4-11	镉青铜中镉的测定	157
	甲、镉试剂光度法	157
	乙、螯合滴定法	159
	丙、极谱测定法	161
§ 4-12	铅的测定	162
	甲、铅青铜中铅的测定	162
	乙、特殊青铜及白铜中微量铅的测定	162
§ 4-13	铈的测定	162
	甲、铈镍青铜中铈的测定	162
	乙、特殊青铜及白铜中微量铈的测定	163
§ 4-14	锌白铜中铅、锌的测定	163
§ 4-15	特殊青铜及白铜中低含量锌的测定	163
§ 4-16	铋的测定	164
§ 4-17	磷及砷的测定	164
§ 4-18	锡的测定	165
§ 4-19	镁的测定	165
§ 4-20	稀土(总量)的测定	166
§ 4-21	钴的测定	169
§ 4-22	铜碲合金中碲的测定	172
	甲、重铬酸钾氧化法	172
	乙、分光光度法	173
§ 4-23	磷铜中间合金中磷的测定——磷钒钼黄光度法	174
§ 4-24	系统分析	175
第五章	纯铝及铝合金的分析方法	177

§ 5-1	硅的测定	177
	甲、重量法	177
	乙、光度法	181
§ 5-2	铜的测定	186
	甲、二乙氨基硫代甲酸钠光度法	186
	乙、二环己酮草酰双脲光度法	188
	丙、2,9-二甲基-1,10-二氮菲光度法	192
	丁、电解法	194
	戊、碘化钾-硫代硫酸钠滴定法	195
§ 5-3	铁的测定	196
§ 5-4	锰的测定	197
	甲、过硫酸铵氧化——高锰酸吸光光度法	197
	乙、高碘酸钾氧化——高锰酸吸光光度法	199
§ 5-5	镍的测定	202
§ 5-6	钛的测定	204
	甲、变色酸光度法	204
	乙、二安替比林甲烷法	205
§ 5-7	铬的测定	209
§ 5-8	锌的测定	210
	甲、极谱测定法	210
	乙、螯合滴定法	211
	丙、PAN 光度法	212
§ 5-9	镁的测定	214
	甲、DDTC 分离——EDTA 滴定法	214
	乙、偶氮氯膦 I 光度法	217
§ 5-10	锡的测定	219
	甲、次磷酸还原-碘酸钾容量法	219
	乙、邻苯二酚紫——十六烷基三甲基溴化铵胶束增溶 光度测定法	221
§ 5-11	钒的测定	223
§ 5-12	锆的测定	227
§ 5-13	稀土总量的测定	229
	甲、偶氮胂 III 光度法	229

	乙、偶氮氯膦 mA 光度法	233
§ 5-14	铍的测定	234
§ 5-15	铋的测定	236
§ 5-16	铊的测定	237
§ 5-17	铈的测定	238
§ 5-18	镉的测定	239
§ 5-19	硼的测定	241
§ 5-20	镓的测定	244
§ 5-21	系统分析	246
第六章	纯镁及镁合金的分析方法	247
§ 6-1	铝的测定	247
	甲、直接螯合滴定法	249
	乙、苯甲酸沉淀分离——螯合滴定法	250
	丙、一般镁合金（不含铈）及特殊镁合金（含锆或钍） 中杂质铝的测定（络天青 S 吸光光度法）	251
	丁、含铈镁合金中杂质铝的测定——络天青 S 法	253
§ 6-2	硅的测定——硅钼蓝光度法	254
§ 6-3	锰的测定	258
§ 6-4	锌的测定	260
	甲、极谱法	260
	乙、1-(2-吡啶偶氮)-2-萘酚 (PAN) 光度测定法	261
	丙、螯合滴定法	263
§ 6-5	稀土总量的测定	264
§ 6-6	锆的测定	265
§ 6-7	钍的测定（试用方法）	266
§ 6-8	铜的测定	268
	甲、二乙氨基硫代甲酸钠法	268
	乙、二乙氨基硫代甲酸铅盐置换萃取法	269
	丙、2,9-二甲基 1,10-二氮菲法	270
§ 6-9	铁的测定	270
§ 6-10	镍的测定	271
	甲、丁二铜胍萃取光度法	272
	乙、 α -糠偶酰基二胍萃取光度法	273

§ 6-11	铍的测定	275
§ 6-12	系统分析	277
第七章 纯锌及锌合金的分析方法		278
§ 7-1	铝的测定	278
	甲、直接整合滴定法	278
	乙、络天青 S 光度法	279
§ 7-2	铜的测定	281
	甲、2,9-二甲基-1,10-二氮菲光度法	281
	乙、双环己酮草酰二脲光度法	282
	丙、氨基二乙酸二硫代甲酸盐法	283
§ 7-3	镁的测定	285
	甲、二甲苯胺蓝 I 光度法	288
	乙、偶氮氟脒 I 光度法	289
	丙、整合滴定法	291
§ 7-4	铁的测定	292
§ 7-5	铈的测定	294
§ 7-6	锡的测定	295
	甲、茜素紫萃取光度法	295
	乙、邻苯二酚紫法	298
§ 7-7	砷的测定	301
§ 7-8	铅的测定	303
	甲、N-235 萃取分离——二苯硫脲吸光光度法	303
	乙、电解法	306
	丙、铬酸铅沉淀——氧化还原容量法	308
§ 7-9	镉的测定	308
§ 7-10	硅的测定	312
§ 7-11	锰的测定	313
§ 7-12	铅、镉的极谱测定	314
	甲、纯锌中铜、铅、镉的测定	315
	乙、锌合金中铅、镉的测定	315
§ 7-13	系统分析	316
第八章 纯锡、纯铅、锡基合金及铅基合金的分析方法		318
§ 8-1	锡的测定	318

	甲、碘滴定法	318
	乙、整合滴定法	322
	丙、纯铅中微量锡的测定(PV-CTMAB 光度法)	323
§ 8-2	铅的测定	325
	甲、铅基合金及锡基合金中常量铅的测定——整合滴定法	325
	乙、纯锡及锡基轴承合金中杂质铅的测定——二甲酚橙分光光度法	326
§ 8-3	铈的测定	329
	甲、溴酸钾滴定法	329
	乙、碘滴定法	331
	丙、锡基合金及铅基合金中铈的碘化物光度测定法	333
	丁、纯锡及纯铅中微量铈的测定——孔雀绿萃取光度法	336
§ 8-4	铜的测定	339
	甲、锡基及铅基合金中铜的二乙氨硫代甲酸钠 (DDTC) 光度法	339
	乙、锡基及铅基合金中铜的氨基二乙酸二硫代甲酸盐 (IDTC) 光度法	341
	丙、铅铈合金、纯锡及纯铅中微量铜的 DDTC 萃取光度法	342
§ 8-5	镍的测定——丁二肟光度测定法	343
§ 8-6	砷的测定	345
	甲、蒸馏分离——钼蓝光度测定法	345
	乙、铅基合金中砷的直接钼蓝光度测定法	347
	丙、砷钼杂多酸萃取分离砷钼蓝光度法	348
§ 8-7	镉的测定	350
§ 8-8	铁的测定	353
§ 8-9	铋的测定	354
	甲、纯铅中铋的测定——硫脲光度法	355
	乙、铅基及锡基合金中铋的测定——硫脲光度法	356
	丙、纯锡及锡基合金(含铅<1%者)中微量铋的测定——2,3-二甲氧马钱子碱光度法	357
§ 8-10	锌的测定	359
§ 8-11	纯铅中微量银的测定	362

§ 8-12	纯铅中钙、镁的测定——EDTA 螯合滴定法	364
§ 8-13	铝的测定	366
§ 8-14	系统分析	368
第九章	易熔合金的分析方法	370
§ 9-1	铋的测定	370
§ 9-2	铅的测定	372
§ 9-3	镉的测定	374
§ 9-4	锌的测定	376
§ 9-5	铜的测定	377
第十章	银合金的分析方法	378
§ 10-1	银钨合金中银的测定——控制电位电解法	378
§ 10-2	银镍合金中银的测定——控制电位电解法	379
§ 10-3	银镍合金中镍的测定	380
§ 10-4	银镍合金中铜的测定	382
§ 10-5	银镁合金中银的测定——控制电位电解法	383
§ 10-6	银镁合金中镁的测定	383
§ 10-7	银镉合金中银的测定——控制电位电解法	384
§ 10-8	银镉合金中镉的测定	384
§ 10-9	不含锡的银焊合金中银的测定	385
§ 10-10	银焊合金中铜的测定——控制电位电解法	385
§ 10-11	银焊合金中镉的测定	386
§ 10-12	银焊合金中锌的测定	387
§ 10-13	银焊合金中镍的测定	388
§ 10-14	不含锡的银铜合金中银的测定	390
§ 10-15	银铜合金中铜的测定	390
§ 10-16	银铜合金中镍的测定	391
§ 10-17	银铜合金中锌的测定	392
§ 10-18	银铜合金中磷的测定	393
§ 10-19	银锰合金中银的测定	394
§ 10-20	银锰合金中锰的测定	396
	甲、氧化还原滴定法	396
	乙、螯合滴定法	397

§ 10-21	银铜合金中银的测定	398
§ 10-22	银铜合金中铜的测定	399
§ 10-23	银铜合金中银的测定	400
§ 10-24	银碳合金(银石墨)中银的测定	401
§ 10-25	铜碳合金(铜石墨)中铜的测定	402
第十一章	纯镍及镍基合金的分析方法	404
§ 11-1	镍的测定	404
	甲、丁二酮肟沉淀重量法	404
	乙、丁二酮肟沉淀分离—EDTA 滴定法	407
	丙、不经分离的 EDTA 滴定法(试行方法)	408
§ 11-2	铬的测定—氧化还原滴定法	411
	甲、过硫酸铵氧化法	413
	乙、高氯酸氧化法	414
§ 11-3	铁的测定	416
	甲、硫氰酸盐光度法	416
	乙、耐热镍基合金中铁的测定—1,10-二氮菲光度法	419
§ 11-4	钴的测定	420
	甲、亚硝基红盐光度法	420
	乙、电位滴定法(试用方法)	424
§ 11-5	锰的测定	426
§ 11-6	钛的测定	428
§ 11-7	耐热镍基合金中钨的测定	429
	甲、二氯化锡还原法	432
	乙、抗坏血酸还原法	434
§ 11-8	耐热镍基合金中钼的测定	435
§ 11-9	耐热镍基合金中铈的测定	437
§ 11-10	耐热镍基合金中铈的测定	440
§ 11-11	耐热镍基合金中钽的测定	442
§ 11-12	铝的测定	443
	甲、高温镍基合金中铝的螯合滴定法	443
	乙、耐热镍基合金中铝的络天青 S 光度测定法	445
	丙、纯镍中微量铝的光度测定法	447
§ 11-13	耐热镍基合金中硼的测定	449

	甲、姜黄素直接光度测定法	449
	乙、1-羟基-4-(对甲苯胺基)-蒽醌直接光度测定法	454
§ 11-14	耐热镍基合金中稀土总量的测定	456
§ 11-15	铜的测定	460
	甲、氨基二乙酸二硫代甲酸盐光度法	460
	乙、新亚铜灵萃取光度法	461
§ 11-16	硅的测定	462
§ 11-17	磷、砷的测定	467
§ 11-18	铈的测定	471
§ 11-19	铈的测定	473
§ 11-20	纯镍中锡的测定	475
§ 11-21	纯镍中铅的测定	476
§ 11-22	纯镍中锌的测定	479
§ 11-23	纯镍中镁的测定	481
§ 11-24	碳的测定	483
§ 11-25	纯镍中硫的测定	483
	甲、硫酸钡重量法	483
	乙、燃烧碘量法	485
§ 11-26	系统分析	485
第十二章	钛及钛合金的分析方法	487
§ 12-1	铝的测定	487
	甲、络天青 S 光度法	487
	乙、8-羟基喹啉重量法	488
§ 12-2	铬的测定	490
	甲、过硫酸铵氧化法	490
	乙、二苯基羧酸二胍光度法	491
§ 12-3	铁的测定	492
	1,10-二氮菲光度测定法	492
§ 12-4	铜的测定	494
	二乙氨基二硫代甲酸钠光度法	494
§ 12-5	锰的测定	497
	高锰酸光度法	497
§ 12-6	钼的测定	498

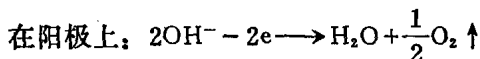
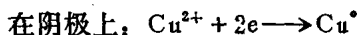
	甲、硫氰酸盐直接光度法	498
	乙、硫氰酸盐萃取光度法	499
§ 12-7	锡的测定	501
	碘滴定法	501
§ 12-8	钒的测定	502
	高锰酸钾滴定法	502
§ 12-9	硅的测定	503
	硅钼蓝光度法	503
§ 12-10	钼的测定	505
	甲、1-亚硝酸基-2-萘酚光度法	505
	乙、亚硝基红盐光度法	506
§ 12-11	纯钛中锌的测定	507
	PAN-Triton X-100 光度法	507

第一章 纯铜的分析方法

本章所述方法适用于纯度在 99.4% 以上的纯铜的全分析, 包括铜的电解测定法和各项杂质元素的测定法。

§ 1-1 铜的测定——恒电流电解法

用恒电流电解法测定纯铜中铜, 是在含硫酸和硝酸的酸性溶液中进行。当在两铂电极间加上一个适当的电压使两电极上分别发生电解反应。在阴极上有金属铜析出, 而在阳极上则有氧气逸出:



电解终了时将积镀在铂阴极上的金属铜烘干并称重。然后根据其重量计算纯铜试样中铜的百分含量。要达到定量分析的要求, 在阴极上析出的金属铜必须是纯净、光滑和紧密的镀层。否则测定的结果不准确。

电解时首先要防止试样中共存的杂质和铜一起在阴极还原析出。用恒电流法电解时能和铜一起析出的金属有砷、铋、锡、铌、钼、金、银、汞、硒、碲等。如试样属一号或二号铜, 铜含量要求大于 99.9%, 其中砷、铋、铌、锡等杂质的含量都很低, 只要保持稍高的酸度, 或在电解开始及近终了时加入数毫升 3% 的过氧化氢就可避免或延迟这些杂质的析出。对含砷较高的试样尚可加入数克硝酸铵使砷氧化而防止其积镀。钼、金、银、汞在纯铜中的共存量都在百万分之几以下, 故方法中不考虑其干扰。如有硒、碲存在可使氧化至六价而避免其干扰。如所分析的试样含有较多的杂质可按杂质含量的多少, 选择适宜的措施, 如仅含砷