

合金与化工材料分析



HEJIN YU HUAGONG CAILIAO FENXI

合金与化工材料分析

甘肃人民出版社

75.251/294

合金与化工材料分析

吴智典 许敬修
陈宏让 徐秋华 马则兰

合金与化工材料分析

吴智典 许敬修

陈宏让 徐秋华 马则兰

甘肃人民出版社出版

(兰州庆阳路230号)

甘肃省新华书店发行 天水新华印刷厂印刷

开本787×1092毫米1/32 印张9 插页1 字数170,000

1981年3月第1版 1981年3月第1次印刷

印数: 1—3,300

书号: 15096·42 定价: 0.87元

前 言

认真、精确地对原材料、成品、半成品进行理化分析，是保证产品质量的主要环节，先进的化学分析手段，是产品质量的可靠保证。本着总结经验、互通情报、互相学习、取长补短的愿望，吸取有关资料的优点，结合我们在实际工作中的一些体会，编写了《合金与化工材料分析》这本书，渴望她对从事理化分析工作的同志能有所裨益。

本书内容分为铝合金、铜合金、镁合金、钢铁、焊料及化工材料的分析等六个部分，书中重点介绍了容量法、重量法、比色法，对一些元素的极谱分析也做了介绍。为了使操作者加深对分析方法的理解，每个方法的原理部分除用文字叙述外，还尽量用化学方程式来表达。对于分析中常用的掩蔽剂、酸碱指示剂、金属指示剂等，都编入附录部分，以便工作时查找。

本书在编辑校验过程中，还得到了一些化学分析工作者的帮助，在这里表示感谢。

一九八〇年七月 于兰州

35905

目 录

铝 合 金 的 分 析

一、铝合金中硅的测定 (重量法)	(1)
二、铝合金中硅、铁、铜的测定 (比色法)	(3)
三、铝合金中铁的测定 (比色法)	(8)
四、铝合金中镁的测定	(10)
(一) 氰化钾法	(10)
(二) 铜试剂法	(13)
(三) 铬变酸2R比色法	(15)
(四) 偶氮氯膦I比色法	(17)
五、铝合金中锌的测定	(20)
(一) 氰化钾法	(20)
(二) EDTA容量法	(22)
六、铝合金中锰的测定 (容量法)	(25)
七、纯铝中硅、铁的测定 (比色法)	(27)
八、铝锰中间合金中锰、铁的测定	(27)
九、铝合金中铜、镍、锌的极谱测定	(29)
十、铝合金中铬的测定	(34)
十一、铝合金中硼的测定	(37)

铜 合 金 的 分 析

一、铜合金中铜的测定 (碘量法)	(40)
------------------------	------

二、铜合金中铅的测定	(42)
(一) 碘量法	(42)
(二) 重铬酸钾容量法	(44)
(三) PAR 比色法	(47)
三、铜合金中硅的测定	(51)
(一) 重量法	(51)
(二) 比色法	(53)
四、铜合金中锰的测定 (容量法)	(54)
五、锡磷青铜中磷的测定 (比色法)	(56)
六、青铜中锡的测定 (络合滴定法)	(58)
七、青铜中钛的测定 (比色法)	(61)
八、铝铁青铜中铁的测定 (重铬酸钾法)	(63)
九、青铜中铝的测定 (络合滴定法)	(65)
十、青铜中铍的测定 (重量法)	(67)
十一、铍青铜中铍的测定	(68)
(一) 比色法	(68)
(二) 容量法	(71)
十二、铜合金中铜、锌的连续测定 (容量法)	(73)
十三、硅黄铜中铜、锌的测定	(75)
十四、德银中锌的测定 (氰化钾法)	(78)
十五、铜硅中间合金中硅的测定 (重量法)	(80)
十六、铜硅中间合金中铁的测定 (比色法)	(82)
十七、铜合金中镍、锌的极谱测定	(84)
十八、铜合金中锡、铅的极谱测定	(86)
十九、德银中镍、锌的极谱测定	(89)

镁合金的分析

一、镁合金中硅、铁、铜、锰的测定（比色法）	(92)
二、镁合金中铝的测定（络合滴定法）	(98)
三、镁合金中锌的测定	(99)
（一）络合滴定法一	(99)
（二）络合滴定法二	(101)
四、镁合金中锰的测定（容量法）	(103)
五、稀土镁中间合金的分析（比色法）	(105)
六、镁合金中锌的极谱测定	(109)

钢铁的分析

一、钢铁中碳的测定	(112)
二、钢铁中硫的测定	(117)
三、钢铁中磷、锰、硅的测定（比色法）	(119)
四、普通钢中铜的测定（比色法）	(124)
五、合金钢中铬、钒的连续测定（容量法）	(126)
六、合金钢中硅的测定（比色法）	(129)
七、合金钢中磷的测定（比色法）	(131)
八、高铬合金钢中锰的测定（氧化锌分离法）	(133)
九、含铬 2 % 以上的合金钢中锰的测定（比色法）	(136)
十、高铬合金钢中铬的测定（尿素法）	(137)
十一、含铬 2 % 以下的合金钢中铬、锰的连续测定	(140)
十二、含钨合金钢中钼的测定（比色法）	(141)
十三、合金钢中钛的测定	(143)

(一) 比色法一·····	(143)
(二) 比色法二·····	(145)
十四、合金钢中镍的测定·····	(147)
(一) 比色法·····	(147)
(二) 络合滴定法·····	(148)
十五、合金钢中钨的测定·····	(150)
(一) 重量法·····	(150)
(二) 比色法·····	(152)
十六、合金钢中铜的测定 (比色法) ·····	(154)
十七、合金钢中钼的测定 (比色法) ·····	(156)
十八、生铁中硅、磷的测定 (比色法) ·····	(158)
十九、球墨铸铁中镁的测定 (偶氮氯膦 I 比色法)	
·····	(161)
二十、球墨铸铁中稀土的测定 (偶氮氯膦 II 比色法)	
·····	(164)
二十一、磁钢中钴的测定 (络合滴定法) ·····	(166)
二十二、磁钢中镍的测定 (络合滴定法) ·····	(169)
二十三、磁钢中镍、钴的连续测定·····	(171)
二十四、磁钢中铝的测定·····	(174)
(一) 络合滴定法一·····	(174)
(二) 络合滴定法二·····	(176)
二十五、磁钢中铜的测定 (碘量法) ·····	(179)
二十六、磁钢中锰的测定 (比色法) ·····	(181)
二十七、磁钢中硅的测定 (比色法) ·····	(182)
二十八、磁钢中钛的测定 (比色法) ·····	(183)
二十九、羰基铁粉中氮的测定·····	(183)

焊 料 的 分 析

一、锡铅焊料中锡的测定 (络合滴定法)	(185)
二、锡铅焊料中铅的测定	(187)
(一) 容量法	(187)
(二) 络合滴定法	(189)
三、铝焊料中铝的测定 (络合滴定法)	(192)
四、铝焊料中硅的测定 (比色法)	(194)
五、铝焊料中锌的测定 (容量法)	(194)
六、铝焊料中铜的测定 (比色法)	(194)
七、银焊料中铜的测定 (碘量法)	(194)
八、银焊料中锌的测定 (容量法)	(196)
九、银焊料中银的测定 (容量法)	(198)

化 工 材 料 的 分 析

一、氯化铵的测定	(200)
二、氯化钾的测定	(201)
三、氯化钙的测定	(203)
四、熔炼铝合金用的变质剂中氟化钠的测定	(205)
五、硝酸银的测定	(209)
(一) 重量法	(209)
(二) 容量法	(210)
六、硫酸铜的测定 (容量法)	(212)
七、硫氰酸铵的测定	(214)
八、硫酸的测定	(215)
九、氢氧化钠、氢氧化钾的测定	(216)
十、硫酸镍的测定	(218)

十一、氧化锌的测定	(219)
十二、硫酸镁的测定	(220)
十三、氧化铋失重的测定	(222)
十四、硫酸锰的测定	(222)
十五、水玻璃中二氧化硅、氧化钠和模数的测定	(224)
十六、亚硝酸钠的测定	(227)
十七、型砂中氟添加物的测定	(229)
十八、三氧化铬的测定	(232)
十九、马日夫盐的测定	(236)
二十、造型用砂或土的测定	(244)
二十一、硬钢纸板中氯化锌的测定	(250)
二十二、滑石粉中残渣的测定	(251)

附 录

一、极谱分析常用标准溶液的配制	(253)
二、常用混合指示剂	(254)
三、常用金属指示剂的配制	(258)
四、常用酸碱指示剂的变色范围	(261)
五、常用掩蔽剂	(263)
六、缓冲溶液的制备	(270)
七、常用酸碱的近似当量	(271)
八、常用熔剂熔融温度及器皿的使用	(271)
九、滤光片的选用	(272)
十、有色物质离子的颜色	(272)
十一、换算因素表	(274)
十二、国际原子量表	(276)
十三、化学元素周期表	(278)

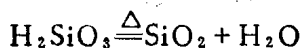
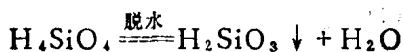
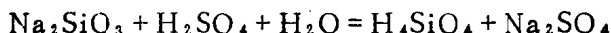
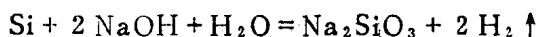
铝合金的分析

一、铝合金中硅的测定(重量法)

1. 方法要点:

氢氧化钠溶解样品, 硫酸脱水, 灼烧后以二氧化硅的形式称重。

反应式:



2. 试剂:

1) 氢氧化钠: 固体。

2) 盐酸: 1 : 2, 2%。

3) 硫酸: 浓, 1 : 2。

4) 硝酸: 浓。

3. 分析方法:

称取试样0.5000g于500ml银烧杯中, 加氢氧化钠4g, 水10ml, 盖上银表面皿, 待剧烈作用后, 加热煮沸至溶液澄清为止。取下冷却, 转入已盛有1 : 2的硫酸20ml的400ml烧杯中(注意不要使碱液接触杯壁及玻璃棒, 以免玻璃中的二氧

化硅溶解,使结果偏高)。用1:2的盐酸20ml洗银杯及盖后,用水洗两次,再用1:2的硫酸洗银杯及盖,最后用水洗3—4次(洗液均需转入烧杯中),加入浓硫酸20ml,浓硝酸5ml,搅均后,于电炉上加热蒸发产生三氧化硫白烟至盐类刚刚析出取下,冷却后,加热水200ml,充分搅拌加热至盐类溶解,在低温处静止5分钟,待沉淀下降后,用定量滤纸过滤,用2%的热盐酸洗6—8次,再用60℃热水洗3次后,将沉淀连同滤纸转入已灼烧称至恒重的坩埚中灰化后,于高温炉中灼烧至950℃保持30分钟,取出于干燥器中冷却(时间和空坩埚一致)称量。

计算:

$$\text{Si}\% = \frac{A \times 0.4672 \times 100}{G_{\text{未}}}$$

式中 A——二氧化硅重量(g);

0.4672——二氧化硅换算成硅的系数;

$G_{\text{未}}$ ——未知样重(g)。

4. 注意事项:

1) 试样溶好后,要小心地转入烧杯中,不可溅出,银杯及盖必须洗涤干净,否则结果偏低。

2) 发烟时间以盐类刚刚析出为好,过长形成的盐类难以溶解,结果偏高;过短正硅酸脱水不完全,结果偏低。

3) 在作仲裁分析时,必须把铂金坩埚及沉淀称重后,用1:2硫酸2—4滴湿润,加氢氟酸2ml于通风橱内小心蒸发至完全排除三氧化硫的白烟,再灼烧称重。

5. 允许误差:

Si %

误差%

0.50—1.00	±0.035
1.00—2.50	±0.05
2.50—4.00	±0.06
4.00—6.00	±0.07
6.00—8.00	±0.10
11.00—13.00	±0.15

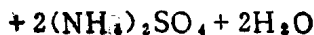
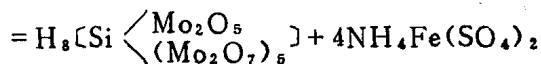
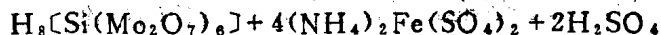
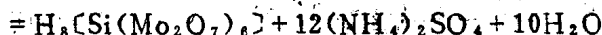
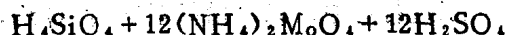
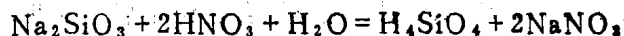
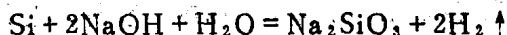
二、铝合金中硅、铁、铜的测定（比色法）

A、硅的测定

1. 方法要点:

氢氧化钠溶解样品，1：1硝酸中和，使硅成为正硅酸。在适当酸度下，正硅酸与钼酸根形成硅钼黄络离子，然后，在硫草混合酸存在下，用硫酸亚铁铵将硅钼黄还原成硅钼蓝，借此进行比色测定。

反应式:



2. 试剂:

1) 硝酸: 1:1。

2) 氢氧化钠: 固体。

3) 钼酸铵: 5% (过滤后使用)。

4) 硫酸: 1:4。

5) 硫酸亚铁铵: 6% (当日配制), 100ml内加1:1硫酸6滴。

6) 硫草混合酸: 1:3的硫酸和3%的草酸铵1:1混合。

3. 分析方法:

称取试样0.3000g, 于银烧杯中, 加氢氧化钠10g, 水10ml左右, 盖上银表皿, 待剧烈作用后, 加热煮沸至溶液澄清为止。取下冷却转入已盛有1:1硝酸50ml的300ml烧杯中 (注意不能使碱液接触杯壁及玻棒, 以免玻璃中的二氧化硅溶解, 使结果偏高), 用1:4的硫酸3滴管洗银杯及盖, 并用水洗4—5次 (洗液均需转入烧杯中), 如有沉淀, 在低温下加热使盐类溶解, 稍冷后转入250ml容量瓶中冷至室温, 以水稀释至刻度, 摇均备用。

吸取上述溶液5ml于250ml容量瓶中, 用少量水冲洗瓶壁, 用吸管加钼酸铵5ml, 于沸水中加热30秒钟, 立即流水冷却至室温, 加水30ml, 硫草混合酸40ml后, 立即用吸管加硫酸亚铁铵10ml进行还原, 以水稀释至刻度摇均, 30秒钟后在已预热15—20分钟的Φ3K—M比色计上, 用红色滤光片, 0.5cm比色皿, 以水为空白, 读取消光值。

计算:

$$\text{Si}\% = \frac{T_E \times E_{\text{未}} \times 100}{G_{\text{未}} \times 0.02}$$

式中
$$T_E = \frac{\text{标样重} \times \text{标样百分含量 (Si)}}{\text{标样消光值} \times 50}$$

$E_{\text{未}}$ ——未知样消光值；

$G_{\text{未}}$ ——未知样重 (g)。

4. 注意事项：

1) 硅含量为8.95%的621号标样称取0.2500g，硅含量为5.71%的标样称取0.4000g，使标样和试样消光相近，减小误差。

2) 硅钼黄络离子的形成与温度、酸度、钼酸铵的浓度关系很大，故必须严格控制，否则酸度过高结果偏高，酸度过低结果偏低。

3) 试样中和或经低温加热后，溶液发黄，加3%的双氧水一滴，使黄色退去。

4) 钼酸铵溶液若有沉淀，过滤后使用。半个月重新配制一次。

5) 从显色到读得消光值，一般不得超过30分钟。

6) 本方法也适合ZL7铝合金中硅的测定，称样为0.1700g。

5. 允许误差：

Si%

误差%

6.00—8.00

±0.25

11.00—13.00

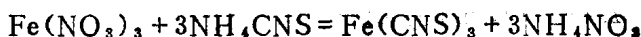
±0.30

B、铁的测定

1. 方法要点：

3价铁离子在微酸性溶液中与硫氰酸根形成棕红色的硫氰酸铁络合物，借此进行比色测定。

反应式:



2. 试剂:

硫氰酸铵: 20%。

3. 分析方法:

吸取测硅后的溶液25ml, 于250ml干燥的三角瓶中, 用吸管加硫氰酸铵5ml, 水20ml摇均, 用绿色滤光片, 1cm比色皿, 水为空白, 在581型比色计上读取消光值。

计算:

$$\text{Fe}\% = \frac{T_E \times E_{\text{未}} \times 100}{G_{\text{未}} \times 0.1}$$

式中 $T_E = \frac{\text{标样重} \times \text{标样百分含量}(\text{Fe})}{\text{标样消光值} \times 10}$

$E_{\text{未}}$ ——未知样消光值;

$G_{\text{未}}$ ——未知样重 (g)。

4. 注意事项:

1) 铁的比色在容量瓶中进行或在三角瓶中进行, 均需显色一个就读取一个消光值。

2) 根据含铁量高低适当减增称样重或吸取的毫升数。

5. 允许误差:

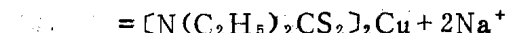
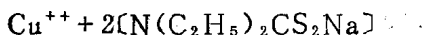
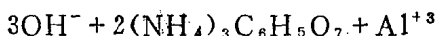
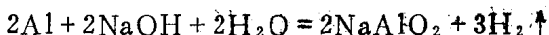
Fe%	误差%
<0.20	±0.006
0.20—0.50	±0.02
0.50—1.00	±0.04
1.00—2.00	±0.08

C、铜的测定

1. 方法要点:

在氨性溶液中,有保护胶存在下,2价铜离子与二乙氨基二硫代甲酸钠形成褐色胶体溶液,借此作为铜的比色。铁铝的干扰用柠檬酸铵消除,锰的干扰用盐酸羟胺消除。

反应式:



2. 试剂:

1) 柠檬酸铵: 50%。

2) 动物胶: 0.5% (过滤后使用)。

3) 氨水: 1:1。

4) 铜试剂: 0.2%, 0.5g于250ml乙醇中。

3. 分析方法:

吸取上述溶液 5 ml 于盛有 10ml 柠檬酸铵, 10ml 氨水, 50ml 水, 10ml 胶水的 100ml 容量瓶中, 用吸管加入铜试剂 10ml, 稀释至刻度摇匀, 用蓝色滤光片, 2cm 比色皿, 水为空白, 读取消光值。

计算:

$$\text{Cu}\% = \frac{T_E \times E_{\text{未}} \times 100}{G_{\text{未}} \times 0.02}$$