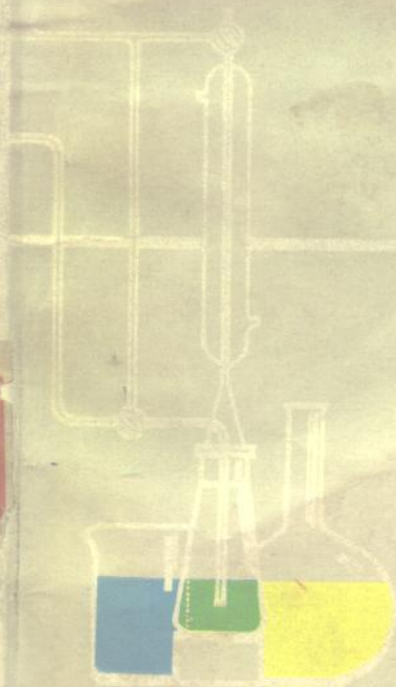


YOUSE
JINSHU
HEJIN
FENXI

有色金属

合金分析



冶金工业出版社

有色金属合金分析

冶金工业部有色金属研究院 编

冶金工业出版社

有色金属合金分析

冶金工业部有色金属研究院 编

*

冶金工业出版社出版

(北京灯市口74号)

新华书店北京发行所发行

山西新华印刷厂印刷

*

850×1168 1/32 印张 14 1/8 字数 366 千字

1981年2月第一版 1981年2月第一次印刷

印数 00.001~6.000 册

统一书号: 15062·3597 定价1.80元

3659/05

前 言

有色金属合金分析是检验合金质量的重要手段之一。为了适应有色金属合金生产发展的需要,确保合金产品质量,更好地为生产和科研服务,我们根据多年来的生产实践,并吸取了兄弟单位一些宝贵经验,编写了《有色金属合金分析》一书。

本书着重介绍了铝、镁、钛、铅、镍、钒、铌、金等八种基体合金中十几种常见元素的分析方法。分析方法以化学法为主,除个别元素外,每种元素介绍了两种以上的分析方法,以便于各单位选用或作质量检验时参考。同时在方法中突出了方法原理、要点、实验条件、分析步骤和注意事项,使分析工作者在查找选择方法时能有一个简明的了解。另外,根据当前一些厂矿等有关部门的条件和可能,书中推荐的分析方法一般均力求具有准确、快速、简便和易于普及的特点。

为便于实验室工作的科学管理,保证实验工作的安全与质量,我们还收集了分析人员需知的基本常识守则,及有关分析工作的一些技术数据和资料作为本书的附录。

在本书编写过程中,我院从事实际工作的有关同志提供了宝贵的经验,书稿写后又承蒙他们审阅,在此谨向他们表示衷心的感谢。

由于我们经验不足,水平有限,书中缺点错误在所难免,望广大分析工作者批评指正。

编 者

1978年9月

35883

说 明

一、分析所用合金试样必须处理为细屑或薄片状，并经过除油干燥。

二、分析所用试剂，除特别注明者外，均为“分析纯”。

三、试剂配制及分析所用之水，除特别注明者外，均为二次离子交换水。

四、需用试剂一项中：

(1) 浓酸或浓碱均以比重表示，过氧化氢、氟硼酸则以百分浓度表示；

(2) 所指之溶液，除指明溶剂外，均为水溶液；

(3) 溶液浓度百分数之表示，如系固体试剂按重量体积比配制，如10%氢氧化钠溶液即10克氢氧化钠溶于100毫升水中；如系液体试剂按体积比配制，如2%盐酸，指2毫升盐酸与98毫升水相混合；如用倍比数表示，如盐酸(1:2)等等，系指1体积盐酸与2体积水相混合。

五、分析步骤中所用试剂(如盐酸、氢氧化铵等)未注明浓度的均指浓酸或浓碱。

六、重量法中“称至恒重”一语，系指前后两次灼烧后，称量之差正负不超过0.3毫克。

七、极谱法中金属离子的半波电位，除特别注明者外，均系指相对于饱和甘汞电极电位。

目 录

第一章 铝合金分析	1
第一节 硅的测定	1
一、重量法	1
二、钼黄比色法	3
三、钼蓝比色法	4
第二节 铁的测定	6
一、重铬酸钾容量法	6
二、邻二氮杂菲比色法	8
三、硫氰酸盐比色法	9
四、原子吸收光谱法	11
第三节 铬的测定	12
一、硫酸亚铁铵容量法	12
二、二苯氨基脲比色法	13
三、原子吸收光谱法	16
第四节 锰的测定	17
一、硫酸亚铁铵容量法	17
二、高碘酸盐氧化比色法	19
三、原子吸收光谱法	20
第五节 镍的测定	22
一、丁二酮肟比色法	22
二、 α -糠偶酰二肟比色法	24
三、原子吸收光谱法	26
第六节 铜的测定	28
一、硫代硫酸钠容量法	28
二、双环己酮乙二酰二肟比色法	31
三、铜试剂比色法	33
四、原子吸收光谱法	35
第七节 钛的测定	36

一、二安替匹林甲烷比色法	36
二、过氧化氢比色法	38
第八节 镁的测定	40
一、EDTA容量法	40
二、原子吸收光谱法	42
第九节 银的测定	44
一、硫氰酸铵容量法	44
二、双硫脲比色法	46
三、原子吸收光谱法	49
第十节 铍的测定	50
一、铍试剂Ⅲ比色法	50
二、原子吸收光谱法	53
第十一节 铈的测定	54
一、结晶紫比色法	54
二、原子吸收光谱法	56
第十二节 硼的测定	58
一、蒸馏分离-姜黄素比色法	58
二、次甲基蓝比色法	60
第十三节 稀土元素的测定	62
一、偶氮胂Ⅲ比色法	62
二、偶氮氮膦Ⅲ比色法	63
第十四节 锆的测定	65
一、茜素磺酸钠比色法	65
二、偶氮胂Ⅲ比色法	68
三、二甲酚橙比色法	69
第十五节 钽的测定	71
一、磷-钨-钽酸比色法	71
二、苯甲酰基苯胺比色法	72
第十六节 锆的测定	74
一、亚硝基R盐比色法	74
二、5-Cl-PADAB 比色法	77
三、原子吸收光谱法	78

第十七节 锌的测定	80
一、高分子胺萃取-PAN比色法	80
二、氨性底液-极谱法	83
三、原子吸收光谱法	84
第十八节 铅的测定	85
一、盐酸底液-极谱法	85
二、原子吸收光谱法	86
第十九节 镉的测定	88
一、盐酸底液-极谱法	88
二、原子吸收光谱法	89
第二章 镁合金分析	91
第一节 硅的测定	91
一、重量法	91
二、钼蓝比色法	92
第二节 铝的测定	94
一、氢氧化铵-氯化铵分离-氟化钾容量法	94
二、吡啶分离-氟化钾容量法	96
三、铬天青-S比色法	98
四、原子吸收光谱法	100
第三节 铁的测定	101
一、硫氰酸盐比色法	101
二、邻二氮杂菲比色法	102
三、原子吸收光谱法	104
第四节 铜的测定	105
一、双环己酮乙二酰二胺比色法	105
二、铜试剂比色法	106
三、新亚铜灵比色法	107
四、原子吸收光谱法	110
第五节 锰的测定	111
一、硫酸亚铁铵容量法	111
二、高碘酸盐氧化比色法	113
三、原子吸收光谱法	114

第六节 钛的测定	115
一、过氧化氢比色法	115
二、二安替匹林甲烧比色法	116
第七节 镍的测定	117
一、丁二酮肟比色法	117
二、 α -糠偶酰二肟比色法	118
三、原子吸收光谱法	120
第八节 铍的测定	121
一、乙酰丙酮萃取分离-铍试剂Ⅲ比色法	121
二、原子吸收光谱法	123
第九节 镉的测定	125
一、氨性底液-极谱法	125
二、原子吸收光谱法	126
第十节 锑的测定	127
一、结晶紫比色法	127
二、碘化钾比色法	129
三、原子吸收光谱法	130
第十一节 氯的测定	131
一、氯化银比浊法	131
二、离子选择电极法	132
第十二节 锂的测定	134
一、火焰光度法	134
二、原子吸收光谱法	135
第十三节 锆的测定	137
一、EDTA容量法	137
二、茜素磺酸钠比色法	138
三、偶氮胂Ⅲ比色法	140
第十四节 稀土元素的测定	141
一、EDTA容量法	141
二、硫酸亚铁铵容量法	143
三、偶氮胂Ⅲ比色法	144
第十五节 锌的测定	146

一、EDTA容量法	146
二、高分子胺萃取-PAN比色法	148
三、原子吸收光谱法	150
第三章 钛合金分析	152
第一节 铝的测定	152
一、氢氧化钠分离-EDTA容量法	152
二、铬天青-S比色法	155
三、原子吸收光谱法	157
第二节 铁的测定	159
一、磺基水杨酸比色法	159
二、邻二氮杂菲比色法	160
三、原子吸收光谱法	161
第三节 硅的测定	164
一、钼蓝比色法(水解法)	164
二、钼蓝比色法(不分离钛)	166
第四节 钒的测定	168
一、硫酸亚铁铵容量法	168
二、原子吸收光谱法	170
第五节 铬的测定	171
一、硫酸亚铁铵容量法(含钒)	171
二、硫酸亚铁铵容量法(不含钒)	174
三、原子吸收光谱法	176
第六节 锰的测定	178
一、亚砷酸钠-亚硝酸钠容量法	178
二、高碘酸盐氧化比色法	180
三、原子吸收光谱法	181
第七节 钼的测定	183
一、硫氰酸盐比色法	183
二、二硫酚比色法	185
第八节 锡的测定	187
一、铁粉还原碘滴定法	187
二、原子吸收光谱法	189

第九节 锆的测定	191
一、EDTA容量法	191
二、茜素磺酸钠比色法	192
三、邻苯二酚紫比色法	194
四、偶氮胂Ⅲ比色法	196
第十节 硼的测定	197
一、蒸馏分离-姜黄素比色法	197
二、次甲基蓝比色法	199
第十一节 铜的测定	201
一、铜试剂比色法	201
二、双环己酮乙二酰二胺比色法	203
三、原子吸收光谱法	204
第十二节 铈的测定	205
一、氯磺苯酚S比色法	205
二、硫氰酸盐萃取比色法	208
三、PAR比色法	209
第十三节 钴的测定	212
一、亚硝基R盐比色法	212
二、原子吸收光谱法	213
第十四节 氯的测定	214
一、硫氰酸汞-铁盐间接比色法	214
二、硫化钠比色法	217
三、氯化银比浊法	219
四、离子选择电极法	220
第四章 锆合金分析	225
第一节 锡的测定	225
一、铝片还原碘滴定法	225
二、极谱法	226
第二节 铁的测定	228
一、磺基水杨酸比色法	228
二、硫氰酸盐比色法	230
三、原子吸收光谱法	231

第三节 镍的测定	232
一、丁二酮肟比色法	232
二、原子吸收光谱法	233
第四节 铬的测定	234
一、二苯氨基脲比色法	234
二、原子吸收光谱法	236
第五节 钼的测定	237
一、硫氰酸盐比色法	237
二、二硫酚比色法	239
第六节 铜的测定	240
一、铜试剂比色法	240
二、新亚铜灵比色法	241
三、原子吸收光谱法	243
第七节 硅的测定	244
钼蓝比色法	244
第八节 硼的测定	246
一、姜黄素比色法	246
二、乙基紫-苯萃取比色法	249
第九节 氯的测定	251
一、氯化银比浊法	251
二、离子选择电极法	252
第十节 钨的测定	253
一、硫氰酸盐比色法	253
二、二硫酚比色法	254
第十一节 钨的测定	257
一、萃取分离-方波极谱法	257
二、高分子胺萃取-原子吸收光谱法	258
第十二节 铍的测定	260
一、铍试剂Ⅲ比色法	260
二、乙酰丙酮萃取分离-铬天青-S比色法	261
第五章 镍合金分析	264
第一节 钨的测定	264

一、氢氧化钠分离-硫氰酸盐比色法	264
二、硫氰酸盐比色法	266
第二节 钼的测定	268
一、氢氧化钠分离-硫氰酸盐比色法	268
二、硫氰酸盐差示比色法	269
第三节 铬的测定	270
硫酸亚铁铵容量法	270
第四节 铁的测定	272
一、重铬酸钾容量法	272
二、邻二氮杂菲比色法	274
三、原子吸收光谱法	276
第五节 锰的测定	277
一、氧化锌分离-硫酸亚铁铵容量法	277
二、过硫酸铵氧化比色法	280
三、原子吸收光谱法	281
第六节 硅的测定	282
一、钼蓝比色法(混酸-氢氟酸溶样)	282
二、钼蓝比色法(硝-盐混酸溶样)	284
第七节 磷的测定	285
一、萃取-钼蓝比色法	285
二、钼蓝比色法	288
第八节 钒的测定	289
一、硫酸亚铁铵容量法	289
二、苯甲酰基苯胺比色法	291
第九节 钨的测定	292
一、铜铁试剂、铜试剂分离-EDTA容量法	292
二、铬天青-S比色法	295
三、原子吸收光谱法	297
第十节 钴的测定	298
一、亚硝基R盐比色法	298
二、原子吸收光谱法	299
第十一节 硫的测定	301

一、燃烧-中和法	301
二、燃烧-副品红比色法	305
三、次甲基蓝比色法	307
第六章 钒合金分析	312
第一节 钛的测定	312
一、碱分离-硫酸高铁铵容量法	312
二、二安替匹林甲烷比色法	313
第二节 锆的测定	315
一、苦杏仁酸沉淀重量法	315
二、TOPO萃取分离-邻苯二酚紫比色法	317
第三节 硅的测定	318
一、钼蓝比色法	318
二、甲基异丁酮萃取-钼蓝比色法	319
第四节 铁的测定	321
一、邻二氮杂菲比色法	321
二、原子吸收光谱法	322
第五节 铈的测定	323
一、纸色层分离-重量法	323
二、硫氰酸盐萃取比色法	325
第六节 铬的测定	327
一、8-羟基喹啉萃取-二苯氨基脲比色法	327
二、极谱法	329
第七节 铝的测定	330
一、铬天青-S比色法	330
二、苯甲酰基苯胺-苯萃取分离, 铬天青-S比色法	332
第八节 钼的测定	334
硫氰酸盐比色法	334
第七章 铌合金分析	336
第一节 钛的测定	336
一、硫酸高铁铵容量法	336
二、二安替匹林甲烷比色法	337
第二节 钼的测定	339

一、高锰酸钾容量法	339
二、硫氰酸盐差示比色法	341
第三节 钴的测定	343
一、氟钴酸钡分离-EDTA容量法	343
二、二甲酚橙比色法	347
三、TOPO萃取分离-邻苯二酚紫比色法	348
第四节 铬的测定	350
一、硫酸亚铁铵容量法	350
二、二苯氨基脲比色法	351
第五节 钨的测定	351
一、硫氰酸盐比色法	352
二、硫氰酸盐差示比色法	354
第六节 铁的测定	355
一、硫氰酸盐比色法	355
二、邻二氮杂菲比色法	356
第七节 铝的测定	357
一、氢氧化钠分离-EDTA容量法	357
二、铝试剂比色法	359
第八节 硅的测定	362
一、硅钼酸钾容量法	362
二、萃取钼蓝比色法	364
第九节 硼的测定	366
一、次甲基蓝比色法	366
二、姜黄素比色法	367
第八章 金合金分析	369
第一节 银的测定	369
一、重量法	369
二、EDTA容量法	371
三、安培滴定法	374
四、原子吸收光谱法	376
第二节 铜的测定	377
一、EDTA容量法	377

二、原子吸收光谱法	381
第三节 镉的测定	382
一、EDTA容量法	382
二、原子吸收光谱法	385
第四节 锌的测定	386
一、氨性底液极谱法	386
二、原子吸收光谱法	388
第五节 锰的测定	390
一、过硫酸铵氧化比色法	390
二、原子吸收光谱法	392
第六节 镍的测定	393
一、EDTA容量法	393
二、原子吸收光谱法	395
附录	
附录一、实验室安全须知	397
附录二、分析天平使用须知	400
附录三、铂器皿使用须知	401
附录四、国际原子量表	403
附录五、常用试剂的浓度和比重	404
附录六、常用酸、碱指示剂	405
附录七、常用氧化-还原指示剂	415
附录八、常用络合滴定指示剂	417
附录九、常用缓冲溶液的配制	426
附录十、常见离子与EDTA络合物的稳定常数	426
附录十一、pH标准溶液	427
附录十二、金属氢氧化物沉淀和溶解的pH值	428
附录十三、比色分析波长的选择	429
附录十四、原子吸收光谱法测定常见元素的 一般条件	429
附录十五、普通掩蔽剂	430
附录十六、常用试剂缩写(中英对照)	432

第一章 铝合金分析

第一节 硅的测定

一、重量法

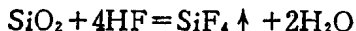
试样用碱分解，酸化后硅转化为硅酸 $\text{SiO}_2 \cdot x\text{H}_2\text{O}$ 。或直接用酸溶解。其中部分硅酸以凝胶形式析出，另一部分（有时是全部），保留在胶体溶液中。经硫酸、盐酸或高氯酸脱水，使硅酸凝聚，全部转变为不溶于水的硅酸 H_2SiO_3 。将沉淀过滤，烘干灰化后，在 950°C 灼烧，以二氧化硅形式称重。



如果试样中含有钨，能与硅酸沉淀夹杂在一起，此时灼烧温度不能高于 800°C 。因灼烧后生成的三氧化钨在 850°C 以上，开始部分挥发，灼烧时间越长，挥发量越多，不易恒重。

铅、锡、锑、铋及钽含量高时对硅的测定有影响，应该通过不同的处理方式消除干扰。

硅酸沉淀时，往往吸附一部分杂质，如铁及铝等。高温灼烧时，它们形成氧化物，增加二氧化硅的重量。应将称重后的二氧化硅（包括夹杂物），用氢氟酸-硫酸处理，使硅以四氟化硅形式逸出。



将除硅后的残渣，再灼烧称重。两次称量之差即为二氧化硅的重量。

（一）方法要点

试样用氢氧化钠溶解，酸化后，用硫酸脱水，沉淀过滤并灼烧至恒重。然后用氢氟酸及硫酸处理，再灼烧至恒重，由前后两次重量之差计算硅的含量。

本法适用于铝合金中含 0.5% 以上的硅的测定。