

金属的化学分析

国防工业出版社

75.251
241.2
C.2

金属的化学分析

沪东造船厂质量检验组 编

30090/13

国防工业出版社

内 容 简 介

本书分为两部分：一、介绍黑色金属（包括普通钢、低合金钢、合金钢、生铁、合金铸铁和铁合金）的化学分析方法；二、介绍有色金属（包括铜合金、铝合金、镁合金、白合金、锌合金、银焊条和钴基合金）的化学分析方法。

分析方法大都采用比色法、络合滴定、容量法、重量法和极谱法等。在每一方法中均介绍了试样溶解、适用范围、方法要点、所需试剂、操作方法以及注意事项等。

本书可供机械制造厂、造船厂和冶金厂等化学分析工作者参考。

金属的化学分析

沪东造船厂质量检验组 编

*

国防工业出版社出版

北京市书刊出版业营业许可出字第074号

新华书店北京发行所发行 各地新华书店经售

国防工业出版社印刷厂印装

*

850×1168¹/₃₂ 印张8¹¹/₁₆ 210千字

1972年10月第一版 1972年10月第一次印刷

统一书号：15034·1258 定价：0.90元

前 言

在党的“九大”团结、胜利路线的指引下，全国人民意气风发，斗志昂扬，以“抓革命，促生产，促工作，促战备”的实际行动，响应毛主席“备战、备荒、为人民”的伟大号召，各条战线上捷报频传，形势越来越好。

我厂广大革命职工，怀着对伟大领袖毛主席的深厚无产阶级感情，遵照毛主席“一切产品，不但求数量多，而且求质量好”的教导，为了把好产品质量关，认真、精确地进行了产品质量中的化学分析工作。几年来，从“战争学习战争”，虚心向兄弟单位学习，在化学分析工作方面积累了一些经验。为“要认真总结经验”和“互通情报”，我们吸取了上海材料研究所和其他单位的先进经验，结合我厂实践中取得的一些经验，编写了《金属的化学分析》这本书，以便互相交流经验，取长补短。

本书介绍了黑色金属和有色金属的化学分析方法，大部分为系统分析，适用于单个试样、成批试样和炉前分析，只需称取一个试样，经溶解分别吸取试液后，按操作方法进行，就可得出许多元素的含量。如低合金钢、合金铸铁等，称取一个试样，即可测出硅、锰、磷、镍、铬、铜、钼、钒、铝及钛等十个元素的含量，不仅节省了人力、试剂和时间，而且使工厂各部门的生产环节能更好的得以配合。

由于各种材料元素的含量高低不一样，可以从本书各方法适用范围一项中，找出适宜的方法进行测定。如钢铁中的铬，铜合金中的铝，若含量低的，可用比色法测定，含量高的，可用容量法测定。

本书还列举了一些诸如普通低合金、高强度钢、耐高温金属

4
等材料中硼、铍、锆、铌、钽及稀土等不常见的元素分析方法。

由于我们学习马克思主义、列宁主义、毛泽东思想不够，加之业务水平有限，书中难免有错误和缺点，请同志们在工作实践中提出宝贵意见。

沪东造船厂质量检验组

1971.9.18.

毛主席语录

在生产斗争和科学实验范围内，人类总是不断发展的，自然界也总是不断发展的，永远不会停止在一个水平上。因此，人类总得不断地总结经验，有所发现，有所发明，有所创造，有所前进。

认识从实践始，经过实践得到了理论的认识，还须再回到实践去。

团结起来，争取更大的胜利！

毛主席语录

坚持政治挂帅，加强党的领导，大搞群众运动，实行两参一改三结合，大搞技术革新和技术革命。

世间一切事物中，人是第一个可宝贵的。在共产党领导下，只要有了人，什么人间奇迹也可以造出来。

人的正确思想，只能从社会实践中来，只能从社会的生产斗争、阶级斗争和科学实验这三项实践中来。

目 录

一般规定	13
一、黑色金属的化学分析	14
1. 钢铁中碳、硫同时测定法	14
2. 普通钢及低合金钢的化学分析方法	19
试样的溶解	19
磷的测定 (磷钒钼黄比色法)	20
磷的测定 (钼蓝比色法)	22
硅的测定 (硅钼蓝比色法)	24
镍的测定 (丁二肟比色法)	26
锰的测定 (高锰酸比色法)	28
铬的测定 (二苯胺基脲比色法)	29
铜的测定 (铜试剂比色法及 BCO 比色法)	31
铝的测定 (铬天菁 S 比色法)	33
钒的测定 (二苯胺磷酸钠比色法)	36
钼的测定 (硫氰酸盐比色法)	39
钛的测定	41
1) 变色酸比色法	41
2) 过氧化氢比色法	43
3. 合金钢的化学分析方法	45
试样的溶解 (一)	45
硅的测定 (硅钼蓝比色法)	46
镍的测定 (丁二肟比色法)	48
试样的溶解 (二)	49
磷的测定 (磷钒钼黄比色法)	50
锰的测定	50
1) 高锰酸比色法	50
2) 三价锰容量法	51

6.

铜的测定 (铜试剂比色法)	53
钼的测定 (硫氰酸盐比色法)	54
钒的测定 (二苯胺磺酸钠比色法)	55
铝的测定	57
1) 铬天菁S比色法	57
2) 容量法	58
高锰试样中铝的测定 (容量法)	59
钛的测定	61
1) 变色酸比色法	61
2) 过氧化氢比色法	62
钨的测定 (硫氰酸盐比色法)	64
铬的测定 (容量法)	67
钒的测定 (容量法)	70
铬、钒的连续测定 (容量法)	72
铬的测定	75
稀土总量的测定	76
1) 直接快速偶氮胂Ⅲ比色法	76
2) 甲基异丁酮萃取, 偶氮胂Ⅲ比色法	79
3) 铜试剂分离偶氮胂Ⅲ比色法	82
钽的测定 (结晶紫比色法)	85
铈和锆的测定 (附铈铁中铈的测定)	87
微量硼的测定 (次甲基蓝比色法)	92
铈钢中硼的测定 (次甲基蓝比色法)	97
锡的测定 (容量法)	99
4. 生铁和合金铸铁的化学分析方法	101
试样的溶解	101
磷的测定 (磷钒钼黄比色法)	102
硅的测定 (硅钼蓝比色法)	103
镍的测定 (丁二肟比色法)	104
锰的测定 (高锰酸比色法)	105
铬的测定 (二苯胺基脲比色法)	106
钼的测定 (硫氰酸盐比色法)	107
铜的测定 (铜试剂比色法)	108
钒的测定 (二苯胺磺酸钠比色法)	109

钛的测定	111
1) 变色酸比色法	111
2) 过氧化氢比色法	112
钨的测定 (硫氰酸盐比色法)	114
球墨铸铁中镁的测定 (EDTA络合滴定法)	115
球墨铸铁中稀土、镁的测定	117
5. 铁合金的化学分析方法	120
碳、硫的测定	120
锰铁中锰的测定	120
1) 三价锰容量法	120
2) 过氯酸法	120
3) EDTA 容量法	121
锰铁中硅的测定 (钼蓝比色法)	122
锰铁中磷的测定 (钒钼黄比色法)	123
硅铁中硅的测定	124
1) 比重法	124
2) 重量法	129
3) 容量法	129
4) 钼蓝比色法	130
硅铁中磷的测定 (钒、钼黄及磷、钼蓝比色法)	132
1) 磷钒钼黄法	132
2) 钼蓝法	132
硅铁中锰的测定 (高锰酸比色法)	133
铬铁中铬的测定 (容量法)	133
铬铁中磷的测定 (钒钼黄比色法)	134
铬铁中锰的测定 (高锰酸比色法)	135
铬铁中硅的测定 (钼蓝比色法)	136
铬铁中镍的测定 (丁二肟比色法)	136
钒铁中钒的测定 (容量法)	136
铬铁中磷的测定 (钒钼黄比色法)	137
钒铁中硅的测定 (钼蓝比色法)	138
钒铁中锰的测定 (高锰酸比色法)	138
钼铁中钼的测定	139
钼铁中锰的测定 (高锰酸比色法)	140

钼铁中磷的测定 (钼钼黄比色法)	140
钼铁中硅的测定 (钼蓝比色法)	141
磷铁中磷的测定 (钼钼黄比色法)	142
磷铁中锰的测定 (高锰酸比色法)	143
钛铁中钛的测定	143
1) 过氧化氢比色法	143
2) 容量法	144
钛铁中磷、硅、锰、铬、铜的测定	145
钨铁中钨的测定 (硫氰酸盐比色法)	149
钨铁中硅的测定 (钼蓝比色法)	150
钨铁中磷的测定 (钼蓝比色法)	151
铌铁中铌的测定	153
硼铁中硼的测定 (容量法)	153
稀土硅铁中稀土与铈的测定	155
1) 稀土总量的快速测定	155
2) 铈的测定——快速法	156
3) 稀土总量, 铈的连续测定 (氧化稀土沉淀分离)	158
稀土硅铁中钍的测定 (偶氮胂Ⅲ比色法)	160
稀土硅铁中铝的测定 (络合滴定法)	162
稀土硅铁中钙、镁的测定 (络合滴定法)	163
稀土硅铁中铁的测定 (容量法)	165
稀土硅铁中硅的测定 (重量法)	166
稀土硅铁中钛的测定 (过氧化氢比色法)	167
稀土硅铁中锰的测定 (高锰酸比色法)	168
稀土硅铁中磷的测定 (钼钼黄比色法)	169

二、有色金属的化学分析

1. 铜合金的分析方法

试样的溶解

铜锌的连续测定

锌的测定 (络合滴定法)

铅的测定

 1) 络合滴定法

 2) 打萨宗比色法

铁的测定 (EDTA-过氧化氢比色法)

铁与铝的测定 (硫氰酸盐法与铝试剂比色法)	178
铝的测定	180
1) 铬天菁S比色法	180
2) 络合滴定法	182
镍的测定 (丁二肟比色法)	183
锡的测定	184
1) 槲皮素比色法	184
2) 重量法	185
3) 次亚磷酸钠还原法	186
4) 络合滴定法	188
硅的测定 (钼蓝比色法)	189
磷的测定 (钼钼黄比色法)	191
锰的测定	193
1) 亚砷酸钠-亚硝酸钠容量法	193
2) 三价锰容量法	195
低锰的测定 (高锰酸比色法)	196
高锰的测定 (高锰酸比色法)	197
钛的测定	198
1) 过氧化氢比色法	198
2) 变色酸比色法	199
稀土的测定 (铜试剂分离-偶氮胂Ⅲ比色法)	202
铍的测定 (铬天菁S比色法)	204
2. 磷铜的分析方法	206
磷的测定 (络合滴定法)	206
铜的测定 (滴定法)	208
3. 铝合金的分析方法	208
试样溶液制备	208
硅的测定 (钼蓝比色法)	209
锰的测定 (高锰酸比色法)	211
铬的测定 (二苯胺基尿比色法)	212
铁的测定 (硫氰酸盐比色法)	213
铜的测定 (铜试剂比色法)	214
镍的测定 (丁二肟比色法)	215
钛的测定	216

1) 变色酸比色法	216
2) 过氧化氢比色法	218
镁的测定	219
1) 络合滴定法——不含锰	219
2) 络合滴定法——含锰	221
3) 络合滴定法——含稀土	222
稀土的测定 (偶氮胂Ⅲ比色法)	224
锌的测定	226
1) 极谱法	226
2) 络合滴定法——锌 $<0.2\%$	226
3) 络合滴定法——锌 $<1\%$	228
4) 络合滴定法——锌 2% 以上	229
硼的测定 (次甲基蓝比色法)	230
铍的测定	233
1) 乙酰丙酮分离 (络天菁S比色法)	233
2) 直接络天菁S比色法	236
钴的测定 (偶氮胂Ⅲ比色法)	237
4. 镁合金的分析方法	238
试样溶解	238
硅的测定 (钼蓝比色法)	238
铝的测定 (铝试剂比色法)	239
锰的测定 (高锰酸比色法)	240
铁的测定 (硫氰酸盐比色法)	241
镍的测定 (丁二肟比色法)	242
铜的测定 (铜试剂比色法)	243
锌的测定	244
1) 络合滴定法	244
2) 极谱法	245
稀土的测定 (偶氮胂Ⅲ比色法)	246
5. 白合金的分析方法	247
锡的测定 (碘滴定法)	247
铜、锡的快速测定 (络合滴定法)	248
铜的测定	250
1) 铜试剂比色法	250

2) 极谱法	252
铈的测定 (高锰酸钾滴定法)	252
铅的测定	253
1) 络合滴定法	253
2) 络合滴定法	254
3) 打萨宗比色法	255
6. 锌合金的分析方法	257
7. 银焊条的分析方法	257
银的测定 (硫氰酸钾滴定法)	257
铜和锌的测定	258
8. 钴基合金的快速分析方法	258
碳与硫的测定	258
测定钨、锰、铬及钴试样溶液的制备	258
钨的测定 (硫氰酸盐比色法)	259
锰的测定 (高锰酸比色法)	259
铬的测定 (容量法)	260
钴的测定 (亚硝基红盐比色法)	261
铁的测定	262
1) 钼试剂比色法	262
2) 硫氰酸钠比色法	262
镍的测定 (PAN比色法)	263
附录: 容量法定碳温度压力校正系数表	265



一 般 规 定

- (1) 试剂配制及分析所用的水，均用蒸馏水。
- (2) 试剂一律采用化学纯品。
- (3) 方法中所载的溶液未指明溶剂外，均为水溶液。如15%过硫酸铵溶液，系指 100 毫升溶液中含有过硫酸铵 15 克。
- (4) 方法中所载例如：1:2 的溶液，系指盐酸(比重1.19)、硫酸(比重1.84)、硝酸(比重 1.42) 或氨水(比重0.90) 1 份(指体积而言) 与水 2 份的溶液。
- (5) 方法中所载硫酸、盐酸、硝酸未指明浓度者，系指比重 1.84 的硫酸，比重 1.19 的盐酸与比重 1.42 的硝酸。
- (6) 有毒试剂(例如氢氟酸)的蒸发，必须在通风橱内进行。
- (7) 比色皿内外壁，必须清洁。
- (8) 每次分析时，带入已知含量的试样，以便发现操作中的不正常现象。
- (9) 加试剂的次序应按操作进行，每加一种试剂必须摇匀。
- (10) 比色溶液，必须清彻。
- (11) 比色皿内的溶液，测定完毕后，必须立刻倒出去洗净(例如氯化亚锡等能将玻璃污损)。

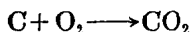
一、黑色金属的化学分析

1. 钢铁中碳、硫同时测定法

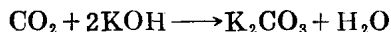
适用范围 普通钢、低合金钢、合金钢、铸铁、铁合金以及其他在1300°C能熔融的合金等。

方法要点

1) 试样在高温下(1150~1300°C)通入氧气燃烧,碳则被氧化而生成二氧化碳

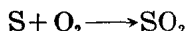


将此气体通过浓的氢氧化钾溶液,将CO₂吸收。

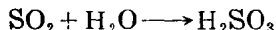


根据减少的体积来计算出碳的百分含量。

2) 在燃烧过程中,硫同时被氧化成二氧化硫

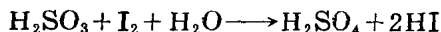
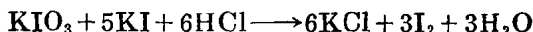


将此气体通入吸收液中,则生成亚硫酸



然后利用氧化还原反应,用碘液来滴定亚硫酸,计算出硫百分含量。

吸收液的反应



所需仪器

(1) 附有减压气压表的氧气瓶(表的规格0~16公斤/250公斤);

(2) 洗气瓶 容量在250毫升内,储硫酸80~100毫升;

(3) 安全瓶 用空的洗气瓶安装,防止洗气瓶内硫酸逆流;

(4) 定碳管式炉 附有电阻器、电流表、热电偶、高温计等;