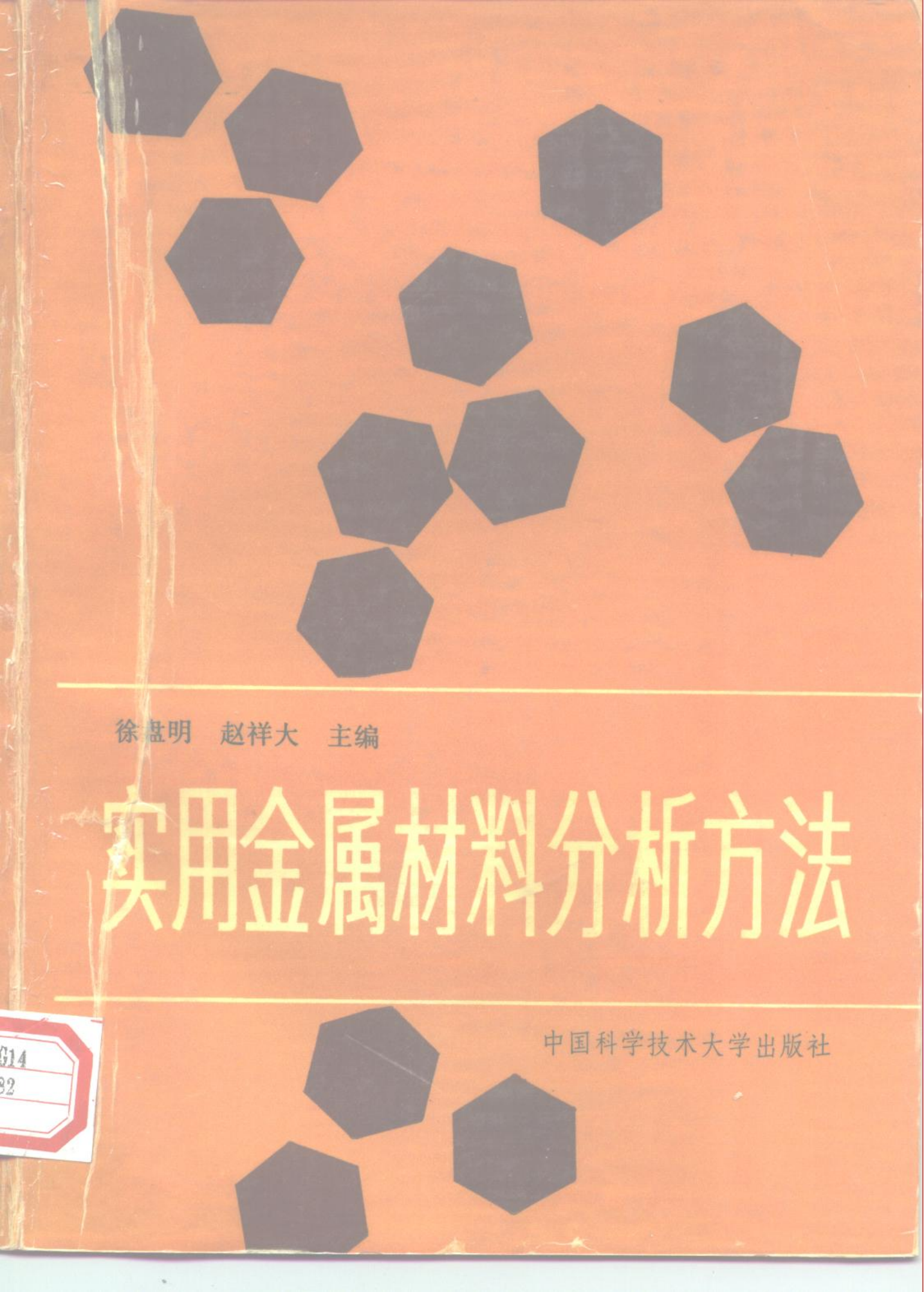




徐温明 赵祥大 主编

实用金属材料分析方法

中国科学技术大学出版社

G14
82

TG14
X82

413019

实用金属材料分析方法

徐盘明 赵祥大 主编

吴 诚 陆明刚 主审

中国科学技术大学出版社

1990·合肥

413019

实用金属材料分析方法

徐益明 赵祥大 主编

吴 诚 陆明刚 主审

责任编辑: 江建名 封面设计: 鲁开疆

中国科学技术大学出版社出版

(安徽省合肥市金寨路96号, 邮政编码: 230026)

安徽省六安新华印刷厂印刷

安徽省新华书店发行

开本: 787×1092/16 印张: 50 字数: 1245千

1990年3月第1版 1990年3月第1次印刷

印数: 1—8000册

ISBN7-312-00153-X/TG·1 (半精装) 定价: 22.00元

前 言

金属材料是工农业生产、科学研究不可缺少的物质材料。金属材料与经济建设、科技发展关系密切。长期以来,人们对金属材料的冶炼、加工、成型、改性等的兴趣有增无减,竭尽全力以增加金属材料的产量,提高产品的质量,因此对金属材料的分析测试工作,已被提高到了一个重要地位。尤其是从事有关金属材料方面工作的人们,更迫切需要有一本实用的金属材料分析的书籍。为此目的,我们结合日常金属材料分析工作的实践,并搜集了一些国内外金属材料分析新方法,编写成《实用金属材料分析方法》一书,以适应金属材料分析工作的需要。

本书着重于实际操作,同时对分析方法的原理作扼要的说明,并按金属材料分类编排被测元素成份,详尽地叙述分析操作步骤及其注意事项,指出可能出现的现象的产生原因,因而可以方便地使用书中提供的分析方法。

全书分为四篇,共三十五章。第一篇是基础理论知识,结合分析实例,集中介绍金属材料分析工作必须掌握的化学分析基础知识、基本原理、元素分离方法、试样分解。第二篇是钢铁分析方法,包括钢铁中主要元素的存在状态和分类、铸铁和球铁、普通钢、低合金钢、不锈钢、高速钢、铁合金等的分析方法。第三篇是有色金属分析方法,包括铜合金、铝合金、镁合金、锌合金、钛合金、镍合金、锡铅合金等的分析方法。第四篇是与金属材料生产加工密切相关的耐火材料及炉渣分析,电镀溶液及表面处理溶液的分析,水、焦炭、煤及润滑油的分析。

本书可作为从事金属材料分析人员的工作手册,作为分析工作岗位的培训教材以及中专、高等院校分析专业师生的教学参考书。

本书由核工业部三十一信箱徐盘明、安徽大学赵祥大主编,山东省烟台机床附件研究所唐功齐、江西省机械科学研究所雷友国、上海工艺研究所严兆璋参加编写,江西省南昌柴油机厂江德铭、浙江省机械研究所顾月清也参加了部份工作。全书由上海材料研究所吴诚、中国科学技术大学陆明刚主审。

由于金属材料的品种多,分析内容复杂,分析技术不断发展,加之编者水平有限,成稿时间仓促,因此书中难免有许多不足之处,希望读者和使用单位批评指正。

编 者

1989年5月

目 次

前 言	1
-----	---

第一篇 基础理论

第一章 化学分析基础知识	1
1.1 引言	1
1.2 分析天平及分析砝码	1
一、天平的构造及原理	2
二、天平的安装和检查	3
三、分析砝码及其校正	5
四、分析天平的使用规则	6
1.3 试剂	7
1.4 水的纯化	9
一、蒸馏法制纯水	9
二、离子交换法制纯水	9
1.5 溶液的浓度	12
一、百分浓度	12
二、稀释度浓度	12
三、摩尔浓度	13
四、当量浓度	13
五、滴定度	15
六、pH	15
七、ppm和ppb	15
八、几种浓度的相互换算	16
1.6 化学分析中的一般计算	17
一、概述	17
二、用稀释方法制备溶液的计算	17
三、用纯固体物质来标定标准溶液的计算	18
四、用一已知当量浓度的标准溶液标定另一配制的标准溶液的计算	19
五、求百分含量的计算	19
六、溶液pH值的计算	20
七、配制缓冲溶液的计算	21
1.7 分析结果的处理	23
一、定量分析中的误差及其产生的原因	23
二、准确度、精密度以及误差和偏差	24
三、提高分析结果准确度的方法	26
四、有效数字及运算规则	28
五、分析结果的数据处理	29
第二章 容量分析	32
2.1 容量分析的基础知识	32
一、容量分析的特点	32
二、容量分析的分类	33
三、容量分析对化学反应的要求	33
四、容量分析的滴定方法	34
五、标准溶液和基准物质	34
六、容量器皿的校准	35
七、玻璃仪器的洗涤	38
2.2 酸碱滴定法	39
一、酸碱反应的理论基础	39
二、酸碱指示剂	42
三、一元酸碱的滴定	45
四、酸碱溶液的配制和标定	53
五、酸碱滴定法应用原理示例	55
2.3 氧化还原滴定法	61
一、氧化还原滴定的基本原理	61
二、氧化还原滴定指示剂	66
三、高锰酸钾法	67
四、重铬酸钾法	71
五、碘量法	75
六、其它氧化还原滴定方法	79
2.4 沉淀滴定法	83
一、银量法的几种指示终点的方法及其应用	83

二 硫酸根的测定(钡盐沉淀滴定法)	86	3.9 示差比色法	133
2.5 络合滴定法	87	3.10 常用比色分析仪器介绍	139
一、络合滴定的基本原理	87	一、光电比色计	139
二、酸度对络合滴定的影响	91	二、可见分光光度计	142
三、络合滴定指示剂	95	三、紫外-可见分光光度计	144
四、提高络合滴定选择性的方法	101	四、比色分析用仪器维护要点	146
五、络合滴定法的各种滴定方式	107	第四章 元素的定量分离方法	147
六、标准溶液、指示剂和缓冲溶液配制	108	4.1 概述	147
第三章 比色分析法	112	一、分离目的	147
3.1 概述	112	二、分离的效果和对分离的要求	148
一、比色分析的特点	112	三、常用的分离方法	148
二、溶液的颜色和光的吸收	112	4.2 沉淀分离法	149
3.2 光的吸收定律——比尔(Beer)定律	114	一、用无机沉淀剂进行常量组分的分离	149
一、光的吸收定律	114	二、用有机沉淀剂进行常量组分的沉淀分离	154
二、摩尔吸光系数	116	三、利用无机共沉淀剂分离富集微量组分	156
3.3 比色分析方法及测量条件的选择	117	四、利用有机共沉淀剂分离富集微量组分	158
一、等色法	117	4.3 萃取分离法	159
二、等厚法	117	一、萃取过程的基本原理	159
三、比色分析法测量条件的选择	118	二、萃取剂和萃取溶剂	161
3.4 显色反应和显色剂	120	三、萃取体系和萃取条件的选择	163
一、显色反应的类型	120	四、萃取操作技术及应用	166
二、影响显色反应的因素	122	4.4 离子交换分离法	169
三、显色剂	125	一、离子交换树脂	170
3.5 三元络合物在比色分析中的应用	125	二、离子交换的亲合力	171
一、三元络合物的优点	126	三、离子交换分离的技术方法	172
二、三元络合物的类型	127	四、离子交换分离法的应用	173
三、三元络合物在比色分析中的应用	129	4.5 其它重要的分离方法	173
3.6 干扰的消除和空白溶液的制备	130	一、电解分离法	173
一、比色分析中干扰因素及其消除方法	130	二、蒸馏、挥发分离法	174
二、空白溶液的制备及其使用	131	三、层析分离法	174
3.7 最佳比色分析条件的选择与检量线的绘制	133	第五章 试样的制取和分解	175
一、最佳比色分析条件的选择	133	5.1 试样的采取和制备	175
二、检量线的绘制	134	一、液体和气体试样的采取	175
3.8 比色分析的误差	135	二、固体试样的采取	176
一、对比尔定律偏离引起的误差	135	三 制样的一般规则	176
二、吸光度读数误差	137	5.2 试样的分解	177
		一、酸碱分解法	177
		二、熔融分解法	180
		三、试样分解方法的选择	181

第二篇 钢铁化学分析方法

一般规定	183	光度法)	249
第六章 钢铁基础知识	184	七、钨的测定(硫氰酸盐直接光度法)	247
6.1 钢的分类和钢号的表示方法	184	八、硼的测定(HPTA光度法)	248
6.2 铸铁的分类和铸铁牌号的表示方法	199	7.13 普通钢铁的化学成分表	249
6.3 合金元素在钢铁中的存在形式及其影响	201	第八章 合金钢的分析方法	251
第七章 普通钢铁的分析方法	209	8.1 磷的测定	252
7.1 碳的测定	209	一、方法(甲)	252
7.2 硫的测定	213	二、方法(乙)	252
7.3 非水滴定法定碳碘酸钾法定硫	215	8.2 硅的测定	253
7.4 电导法测碳硫	216	一、低含量硅钼蓝光度法	253
7.5 硅的测定(硅钼蓝光度法)	219	二、高含量硅钼蓝光度法	254
7.6 磷的测定	221	三、重量法	255
7.7 锰的测定	225	8.3 锰的测定	256
7.8 铬的测定(二苯偕肼光度法)	229	一、过硫酸铵容量法(亚砷酸钠-亚硝酸钠法)	256
7.9 镍的测定(丁二酮肟光度法)	231	二、过硫酸铵-银盐氧化光度法	257
7.10 生铁系统快速分析	232	8.4 铬的测定	258
一、磷的测定	232	一、过硫酸铵银盐容量法(I)	259
二、硅的测定	233	二、过硫酸铵银盐容量法(II:高锰酸钾回滴定法)	261
三、锰的测定	234	三、铬钒连续测定法	263
四、铬的测定	234	8.5 钒的测定	265
五、镍的测定	234	一、高锰酸钾氧化-硫酸亚铁铵容量法	266
六、钼的测定	235	二、PAR-H ₂ O ₂ 光度法	267
七、铜的测定	236	三、钽试剂-氯仿萃取光度法	268
八、钛的测定	236	8.6 镍的测定	270
7.11 球墨铸铁中稀土总量和镁的直接测定	237	一、丁二酮肟重量法	271
一、稀土总量的测定(草酸掩蔽-偶氮氯膦I光度法)	238	二、丁二酮肟光度法	272
二、镁的测定(偶氮氯膦I光度法)	239	三、萃取分离-丁二酮肟光度法	273
三、稀土总量(偶氮氯膦-mA光度法)和镁的联合直接测定	240	8.7 钼的测定	274
7.12 合金铸铁的分析	242	一、氯化亚锡还原-硫氰酸盐光度法	275
一、锰的测定	242	二、抗坏血酸还原-硫氰酸盐光度法	277
二、硅的测定	243	三、硫氰酸盐-乙酸丁酯萃取光度法	278
三、磷的测定	244	8.8 钨的测定	280
四、铬的测定	244	一、硫氰酸盐直接光度法	281
五、钼的测定(硫氰酸盐光度法)	245	二、氯化四苯砷-硫氰酸盐-三氯甲烷萃取光度法	283
六、铜的测定(双环己酮草酰二脲		8.9 钛的测定	284
		一、变色酸光度法	285

二、二安替比林甲烷光度法	286
8.10 铝的测定	287
一、铬天青S光度法	289
二、EDTA容量法	292
8.11 硼的测定	293
一、次甲基蓝-二氯乙烷萃取光度法	295
二、1-羟基-4(对甲基氨基)蒽醌 (HPTA)光度法	297
三、氟硼酸根离子选择性电极法	298
8.12 铈的测定(二甲酚橙光度法)	300
8.13 合金结构钢、合金工具钢等的化学 成分表	301
第九章 不锈钢的分析方法	313
6.1 磷的测定(磷钼蓝光度法)	313
一、快速分析法	313
二、系统分析法	314
9.2 硅的测定(硅钼蓝光度法)	315
一、快速分析法	315
二、直接光度法	315
6.3 铬的测定	316
一、过硫酸铵银盐容量法	316
二、高氯酸氧化容量法	317
9.4 镍的测定(丁二酮肟光度法)	318
一、丁二酮肟光度法(溴酸钾为氧化剂)	318
二、丁二酮肟光度法(碘为氧化剂)	319
9.5 锰的测定	320
一、过硫酸铵-银盐氧化光度法	320
二、磷酸-3价锰容量法	320
9.6 钛的测定	322
一、变色酸性	322
二、二安替比林甲烷光度法	323
9.7 钼的测定(硫氰酸盐光度法)	324
一、硫氰酸盐光度法(氯化亚锡还原法)	324
二、硫氰酸盐光度法(抗坏血酸还原法)	325
9.8 钒的测定(高锰酸钾氧化- 亚铁容量法)	326
9.6 铝的测定	327
一、EDTA容量法	327
二、铬天青S光度法	328
9.10 铜的测定(BCO光度法)	330

9.11 钴的测定	331
一、亚硝基-R盐法	332
二、5-CI-PADAB光度法	333
9.12 铈的测定	334
一、氯代磺酚S光度法	336
二、二甲酚橙光度法	337
9.13 化合氮的测定	338
一、酸碱滴定法	339
二、纳氏试剂光度法	340
9.14 不锈钢的化学成分表	341
第十章 高速钢的分析方法	345
10.1 钨的测定	345
一、硫氰酸盐直接光度法	345
二、 β -萘啉重量法	347
10.2 铬的测定(过硫酸铵银盐容量法)	349
10.8 钼的测定	350
一、铬钼的连续测定法	350
二、二苯胺磺酸钠光度法	352
10.4 钼的测定(硫氰酸盐直接光度法)	353
一、氯化亚锡还原法	353
二、抗坏血酸还原法	354
10.5 锰的测定	355
一、高碘酸钾氧化光度法	355
二、过硫酸铵银盐氧化光度法	356
10.6 硅的测定(硅钼蓝光度法)	357
10.7 磷的测定(磷钼蓝光度法)	358
一、氯化钠-氯化亚锡-抗坏血酸法	358
二、正丁醇-三氯甲烷萃取光度法	359
10.8 钴的测定(亚硝基-R盐光度法)	360
10.9 镍的测定(丁二酮肟光度法)	361
10.10 铜的测定(BCO光度法)	362
10.11 铝的测定(EDTA容量法)	363
10.12 高速工具钢的化学成分表	365
第十一章 铁合金的分析方法	365
11.1 锰铁的分析	366
一、锰的测定(磷酸-3价锰容量法)	366
二、磷的测定(钼钒黄光度法)	367
三、硅的测定	368
11.2 硅铁的分析	369
一、硅的测定	369

二、磷的测定(磷钼蓝光度法)	370	11.6 钒铁的分析	380
11.3 铬铁的分析	371	一、钒的测定(硫酸亚铁铵容量法)	380
一、铬的测定(过硫酸铵银盐氧化容量法)	371	二、磷的测定	381
二、磷的测定(钼钒黄光度法)	373	三、硅的测定(重量法)	384
三、硅的测定(硅钼蓝光度法)	374	11.7 钨铁的分析	384
11.4 钼铁的分析	375	一、钨的测定	384
一、钼的测定	375	二、磷的测定(乙酸丁酯萃取钼蓝光度法)	386
二、锰的测定(高锰酸钾光度法)	376	11.8 硅铁稀土镁合金的分析	387
三、磷的测定(钼钒黄光度法)	377	一、试液的制取和硅的测定	387
四、硅的测定(硅钼蓝光度法)	377	二、稀土总量的测定	388
11.5 钛铁的分析	377	三、铁的测定	389
一、钛的测定	377	四、钙镁的测定	389
二、磷、硅的系统分析	379	11.9 铁合金的化学成分表	390

第三篇 有色金属及合金的分析方法

第十二章 纯铜的分析方法	396	13.2 铅的测定	418
12.1 铜的测定(恒电流电解法)	396	一、铬酸铅沉淀-亚铁滴定法	418
12.2 铁的测定(1, 10-二氮菲光度法)	399	二、黄铜中微量铅的测定(N-235萃取分离, 二苯硫脲光度法)	419
12.3 锰的测定(过硫酸铵银盐氧化光度法)	399	13.3 锌的测定	420
12.4 镍的测定	400	一、硫氰酸盐萃取分离-EDTA滴定法	420
一、丁二酮肟光度法	400	二、HEDTA滴定法	421
二、PAN萃取光度法	402	三、硫氰酸盐沉淀分离-铅锌的EDTA滴定法	423
12.5 镉的测定(二苯硫脲萃取光度法)	402	13.4 铁的测定	425
12.6 铅的测定(二苯硫脲萃取光度法)	403	一、EDTA-H ₂ O ₂ 光度法	425
12.7 锌的测定	405	二、1, 10-二氮菲光度法	426
12.8 磷、砷的测定	407	13.5 锰的测定	427
12.9 铋的测定	408	13.6 锡的测定	428
12.10 铈的测定	409	一、次磷酸钠还原-碘酸钾滴定法	429
12.11 锡的测定	410	二、茜素紫萃取光度法	431
12.12 碳的测定	411	13.7 铈的测定(丁二酮肟光度法)	432
12.13 硫的测定(燃烧碘量法)	411	13.8 铝的测定	433
12.14 纯铜的化学成分表	413	一、络合滴定法	434
第十三章 黄铜的分析方法	413	二、铬天青S光度法	435
13.1 铜的测定	413	13.9 硅的测定(硅钼蓝光度法)	437
一、碘量法	414	13.10 铈的测定(孔雀绿-苯萃取光度法)	439
二、恒电流电解法	416	13.11 铋的测定(碘化钾-马钱子碱	

光度法)	449	15.4 镍的测定	466
13.12 磷、砷的连续测定——萃取光度法	441	一、过硫酸铵氧化碱性丁二酮肟光度法	466
13.13 黄铜的化学成分表	441	二、碘化钾分离-氨性丁二酮肟光度法	468
第十四章 锡青铜的分析方法	446	三、丁二酮肟沉淀分离-络合滴定法	470
14.1 锡的测定	447	15.5 锰的测定	471
一、恒电流电解法	447	一、高锰酸光度法	471
二、碘量法	447	二、磷酸-3价锰容量法	471
三、络合滴定法	447	15.6 硅的测定	472
14.2 铅的测定	448	一、硅钼蓝光度法	472
一、铬酸铅沉淀-亚铁滴定法	448	二、正丁醇萃取-硅钼蓝光度法	473
二、硫氰酸盐沉淀法分离铅、锌的连续EDTA滴定法	448	15.7 铍青铜中铍的测定(铬天青S光度法)	473
14.3 锌的测定	450	15.8 铍青铜中钛的测定(变色酸光度法)	475
一、硫酸铅钡混晶沉淀掩蔽-EDTA滴定法	450	15.9 铬青铜中铬的测定	476
二、 β -DTCPA掩蔽-EDTA滴定法	451	一、氧化还原滴定法	476
14.4 锡的测定	452	二、二苯偕肼光度法	476
一、络合滴定法	452	15.10 锡青铜中锡的测定(络合滴定法)	477
二、次磷酸还原-碘酸钾滴定法	453	15.11 铅的测定	479
14.5 砷的测定(磷钼钒黄光度法)	455	一、铅青铜中铅的测定	479
14.6 镍的测定	456	二、特殊青铜及白铜中杂质铅的测定	479
14.7 铁的测定(乙酰丙酮光度法)	456	15.12 铈镍青铜中铈的测定	479
14.8 硅的测定(正丁醇萃取-硅钼蓝光度法)	457	15.13 磷和砷的测定	479
14.9 铈的测定	459	15.14 稀土(总量)的测定(偶氮胂Ⅲ光度法)	481
14.10 镁的测定(二甲苯胺蓝Ⅰ光度法)	459	15.15 磷铜中间合金中磷的测定(磷钒钼黄光度法)	482
第十五章 特殊青铜和白铜的分析方法	461	15.16 青铜和白铜的化学成分表	483
15.1 铜的测定	462	第十六章 纯铝和铝合金的化学分析方法	483
一、碘量法	462	16.1 硅的测定	490
二、络合滴定法	462	一、硅钼蓝光度法	490
15.2 铝的测定	462	二、重量法	492
一、铝青铜中铝的络合滴定法	462	16.2 铜的测定	494
二、铍青铜中铝的测定(DDB光度法)	462	一、二乙胺硫代甲酸钠光度法	494
三、硅青铜及白铜中微量铝的测定(CAS-CTMAB胶束增溶光度法)	463	二、二环己酮草酰双脲光度法	496
15.3 铁的测定	465	16.3 铁的测定	498
一、EDTA- H_2O_2 光度法	465	一、EDTA- H_2O_2 光度法	498
二、硫氰酸盐光度法	465	二、1, 10-二氮菲光度法	499
		16.4 锰的测定	500
		一、过硫酸铵氧化-高锰酸光度法	500

二、高碘酸钾氧化-高锰酸光度法	501
16.5 镍的测定	503
16.6 铬的测定(二苯偕肼光度法)	504
16.7 钛的测定(变色酸光度法)	505
16.8 锌的测定	506
一、络合滴定法	506
二、PAN光度法	508
16.9 镁的测定	509
一、偶氮氯膦Ⅰ直接光度法	509
二、络合滴定法(氢氧化钠沉淀分离滴定)	510
16.10 锡的测定	512
一、次磷酸还原-碘酸钾容量法	512
二、邻苯二酚紫-十六烷基三甲基溴化铵 胶束增溶光度法	513
16.11 钼的测定	514
一、偶氮胂Ⅲ光度法	514
二、二甲酚橙光度法	515
16.12 稀土总量的测定	516
一、偶氮胂Ⅲ光度法	516
二、偶氮氯膦-mA光度法	518
16.13 纯铝和铝合金的化学成分表	522
第十七章 纯镁和镁合金的分析方法	522
17.1 铝的测定	523
一、络合滴定法	524
二、铬天青S光度法	525
17.2 硅的测定(硅钼蓝光度法)	527
17.3 锌的测定	529
一、极谱法	529
二、PAN光度法	529
三、络合滴定法(硫化物沉淀分离-络合 滴定法)	530
17.4 锰的测定(高锰酸光度法)	531
17.5 稀土总量的测定	532
17.6 铈的测定	533
17.7 钍的测定	534
17.8 铜的测定	535
17.9 铁的测定	535
17.10 铍的测定	536
17.11 纯镁和镁合金的化学成分表	537
第十八章 纯锌和锌合金的分析方法	538
19.1 铜的测定	539
一、二环己酮草酰双脲光度法	

(BCO法)	539
二、二乙胺硫代甲酸钠光度法	540
18.2 铝的测定	541
一、络合滴定法	541
二、铬天青S光度法	542
18.3 镍的测定	543
18.4 铁的测定	544
18.5 铈的测定	545
18.6 锡的测定	546
一、茜素紫萃取光度法	546
二、邻苯二酚紫光度法	547
18.7 铅的测定	548
一、N-235萃取分离-二苯硫脲光度法	548
二、铬酸钾沉淀-氧化还原容量法	550
三、电解法	550
18.8 镉的测定	550
18.9 硅的测定	552
18.10 锰的测定	553
18.11 纯锌和锌合金的化学成分表	553
第十九章 钛和钛合金的分析方法	554
19.1 铝的测定	554
一、铬天青S光度法	554
二、氢氧化钠分离-络合滴定法	555
19.2 铬的测定	556
一、过硫酸铵氧化法	556
二、二苯偕肼光度法	557
19.3 钒的测定(高锰酸钾滴定法)	557
19.4 铁的测定	558
一、1, 10-二氮菲光度法	558
二、磷基水杨酸光度法	559
19.5 钼的测定(硫氰酸盐光度法)	560
19.6 锰的测定	561
一、亚砷酸钠-亚硝酸钠容量法	561
二、高碘酸盐氧化光度法	562
19.7 铜的测定	563
一、二环己酮草酰双脲光度法	563
二、铜试剂-三氯甲烷萃取光度法	564
19.8 锡的测定	565
一、碘量法(铁粉还原-碘酸钾滴定法)	565
二、碘量法(次磷酸钠还原)	

碘酸钾滴定法)	566
19.9 硅的测定(硅钼蓝光度法)	567
19.10 金属钛中钛的测定	568
19.11 纯钛中锌的测定(PAN- TritonX-100光度法)	569
19.12 钛和钛合金的化学成分表	570
第二十章 纯镍和镍基合金的分析方法	571
20.1 镍的测定	572
一、丁二酮肟沉淀重量法	572
二、丁二酮肟沉淀分离-EDTA滴定法	573
20.2 铬的测定(过硫酸铵氧化容量法)	574
20.3 铁的测定	576
一、硫氰酸盐光度法	576
二、1, 10-二氮菲光度法	577
20.4 锰的测定	578
20.5 钛的测定	579
20.6 钴的测定(亚硝基红盐光度法)	580
20.7 铝的测定	582
一、较高含量铝的测定(络合滴定法)	582
二、耐热镍基合金中铝(0.5%~5%)的 铬天青S光度法	583
三、微量铝的光度测定法	583
20.8 硅的测定	585
20.9 磷、砷的测定	588
20.10 耐热镍基合金中钨、钼、钽、 铌、稀土总量的测定	590
一、钨的测定	590
二、钼的测定	591
三、钽的测定	593
四、钼的测定	594
五、钼的测定(姜黄素直接光度法)	595
六、稀土总量的测定	598
20.11 碳、硫的测定	600

一、碳的测定	600
二、硫的测定	600
20.12 纯镍中锡、铅、锌、镁、铋、铟 的测定	601
一、锡的测定	601
二、铅的测定	602
三、锌的测定	604
四、镁的测定	605
五、铋的测定	606
六、铟的测定	606
20.13 纯镍和镍基合金的化学成分表	607
第二十一章 锡、铅及其合金的分析方法	607
21.1 锡基合金的分析	612
一、锡的测定	612
二、铅的测定	616
三、铋的测定	620
四、铜的测定	622
21.2 铅基合金的分析	623
一、铅的测定(络合滴定法)	624
二、锡的测定	626
三、铋的测定	628
四、铜的测定	631
五、镍的测定(丁二酮肟光度法)	632
六、砷的测定	633
七、铋的测定	635
21.3 锡铅焊料的分析	636
一、锡、铅的测定(络合滴定法)	636
二、铋的测定	638
21.4 锡铅及其合金的化学成分表	638
第二十二章 易熔合金的分析方法	641
22.1 铋的测定	641
22.2 铅的测定	642
22.3 镉的测定	644
22.4 锌的测定	644
22.5 铜的测定	645
22.6 易熔合金的化学成分表	645

第四篇 其它物料分析

第二十三章 粘土质耐火材料的分析方法	647
23.1 二氧化硅的测定	649

一、氟硅酸钾容量法	649
二、混合酸-动物胶-氯化铵重量法	651

23.2 三氧化二铝的测定	652	滴定法)	678
一、络合滴定法(氟化铍取代法)	653	26.5 氧化镁的测定	680
二、铁铝的连续络合滴定法	655	第二十七章 炉渣的分析方法	681
23.3 三氧化二铁的测定	656	27.1 碱性炉渣的分析	681
一、络合滴定法	657	一、氧化亚铁的测定(重铬酸钾滴定法)	681
二、EDTA- H_2O_2 光度法	657	二、二氧化硅的测定(硅钼蓝光度法)	682
23.4 氧化钛的测定(过氧化氢光度法)	658	三、全铁和三氧化二铝的测定	683
23.5 氧化钙、氧化镁的测定	659	四、氧化钙和氧化镁的测定	683
一、氧化钙的测定	659	五、氧化锰的测定	685
二、氧化镁的测定	660	六、五氧化磷的测定	685
第二十四章 石灰石、白灰和白云石的分析方法	661	27.2 含氟炉渣和难溶渣的分析	685
24.1 二氧化硅的测定	662	一、二氧化硅的测定	685
24.2 三氧化二铁的测定	663	二、全铁和三氧化铝的测定	686
24.3 三氧化二铝的测定	664	三、氧化钙和氧化镁的测定	686
24.4 氧化钙、氧化镁的测定	665	第二十八章 化学镀镍溶液的分析方法	686
一、石灰石中氧化钙和氧化镁的测定	666	28.1 次磷酸钠的测定	687
二、白云石中氧化钙和氧化镁的测定	667	一、硫酸铈滴定法	687
24.5 系统分析法	667	二、碘量法	688
一、二氧化硅、二三氧化物(差减重量法)	668	28.2 亚磷酸钠的测定(碘量法)	688
二、氧化钙、氧化镁的测定	668	28.3 硫酸镍的测定	689
第二十五章 硅质耐火材料的分析方法	669	第二十九章 电镀镍溶液的分析方法	690
25.1 灼烧减量的测定	670	29.1 硫酸镍和硫酸镁的联合测定	691
25.2 二氧化硅的测定	670	29.2 硫酸镁的测定	693
一、挥发法	670	29.3 硫酸钠的测定	694
二、动物胶-氯化铵重量法	671	一、氯化钡沉淀滴定法	694
25.3 三氧化二铁、三氧化二铝的测定	671	二、EDTA滴定法	694
一、三氧化二铁的测定	671	29.4 硼酸的测定(酸碱滴定法)	695
二、三氧化二铝的测定	672	29.5 氯化钠的测定	697
25.4 氧化钙、氧化镁的测定	674	29.6 杂质的测定	698
一、氧化钙的测定	674	一、铜的测定	698
二、氧化镁的测定	674	二、铁的测定(硫氰酸盐光度法)	700
第二十六章 镁质耐火材料的分析方法	675	三、硝酸根的定性检验	700
26.1 二氧化硅的测定(硅钼蓝光度法)	675	第三十章 氰化镀铜溶液的分析方法	701
26.2 三氧化二铁的测定(EDTA- H_2O_2 光度法)	676	30.1 铜的测定	701
26.3 三氧化二铝的测定(铝试剂光度法)	677	一、EDTA滴定法	701
29.4 氧化钙的测定(EGTA		二、碘量法	702
		30.2 游离氰化物的测定	703
		30.3 氢氧化钠的测定	703
		30.4 碳酸盐的测定	704
		30.5 酒石酸钾钠的测定	705
		一、氧化还原滴定法	705

二、醋酸铅滴定法	706
第三十一章 镀锌溶液的分析方法	707
31.1 氯化镀锌溶液的分析	707
一、锌的测定	708
二、总氯化物的测定	709
三、氢氧化钠的测定	709
四、碳酸钠的测定	710
五、硫化钠的测定	711
31.2 三乙醇胺-氢氧化钠镀锌液的分析	711
一、锌的测定	711
二、氢氧化钠的测定	712
三、三乙醇胺的测定(钼酸铵光度法)	712
第三十二章 镀铬溶液的分析方法	713
32.1 铬酐的测定	714
一、亚铁滴定法	714
二、比重法	714
32.2 3价铬的测定(亚铁滴定法)	715
32.3 硫酸的测定	715
一、硫酸钡重量法	716
二、硫酸钡沉淀-EDTA滴定法	716
三、燃烧法	717
第三十三章 表面处理溶液的分析方法	719
33.1 浸蚀溶液的分析	719
一、硫酸或盐酸的测定	719
二、氯化物的测定	719
33.2 去油溶液的分析	720
一、氢氧化钠和碳酸钠混合液的测定	720
二、氢氧化钠、碳酸钠和磷酸三钠混合液的测定	721
三、氢氧化钠、碳酸钠、磷酸三钠和硅酸钠混合液的测定	722
33.3 锌钝化液的分析	723
一、铬酐及3价铬的测定	723
二、硫酸的测定	724
三、硝酸的测定	724
33.4 钢铁氧化溶液的分析	725
一、氢氧化钠及碳酸钠的测定	725
二、亚硝酸钠的测定	726
33.5 磷化溶液的分析	726

一、游离酸度及总酸度的测定	726
二、锰、锌的联合测定	727
三、亚硝酸钠的测定	728
第三十四章 水、煤(焦炭)和润滑油的分析	729
方法	729
34.1 水分析	729
一、碱度的测定	72
二、硬度的测定	731
三、氯化物的测定	732
四、溶解氧的测定	733
34.2 煤(焦炭)的分析	734
一、水分的测定	735
二、灰分的测定	738
三、挥发分的测定	739
四、固定碳的计算	740
五、全硫的测定	740
六、利用工业分析结果计算发热量	741
七、灰渣含碳量的测定	744
34.3 润滑油的分析	744
一、粘度的测定	744
二、水分的测定	751
三、酸值的测定	752
四、润滑油腐蚀试验法	754
五、机械杂质的测定	755
第三十五章 化验室一般技术和管理	757
35.1 化学试剂的合理存放	757
35.2 常见危险物品的分类	758
35.3 特殊器皿的使用规则	759
35.4 化验室常用易耗品(非化学试剂)	761
35.5 化验室常用仪器、设备	763
35.6 化验室三废处理方法	767
35.7 化验室一般安全规则和操作	768
35.8 化验室安全用电的一般措施	769
35.9 化验室用房要求和室内设施	772

附录

I 常用酸、碱溶液的浓度和密度	773
II 波美浓度与比重对照表	788
III 钢铁分析允许差范围	782
IV 国际原子量表	785

第一篇 基础理论

第一章 化学分析基础知识

1.1 引言

分析化学是研究物质组成的分析方法、分析步骤以及有关理论的一门科学。根据分析目的又可以分成定性分析和定量分析两个部分。定性分析的任务是鉴定物质由那些元素或离子所组成，对于有机物质还需要确定其官能团及分子结构；定量分析的任务是测定物质各组成部分的含量。

分析化学是研究物质及其变化的重要方法之一。在化学学科本身的发展上，以及与化学有关的各学科领域中，分析化学都起着重要的作用。在国民经济建设中，分析化学的实用意义就更加明显了。在许多工业，如冶金工业、化学工业和机械工业等部门中，分析化学起着工业生产上的“眼睛”作用。原料、材料、中间产品和出厂成品的质量检查，生产过程的控制和管理，都需要应用分析化学；新技术和新工艺的探索和推广也常以分析结果作为重要依据之一。总之，由于分析化学不仅可能用以解决生产上的一些分析检验问题，而且在改进现代生产、实现自动化的进程和提高经济效益中，也大有用武之地，所以分析化学在我国实现工业、农业、国防和科学技术现代化的伟大建设中，也起一定作用。

由于分析对象是多种多样的，因此，分析的方法也是各不相同的。一般可把这些方法分为两大类，即化学分析方法与仪器分析方法。化学分析方法是以化学反应为基础的分析方法，仪器分析方法是以物质的物理和物理化学性质为基础的分析方法。

本书是根据我国广大工厂和高校实验室的实际状况和目前广大化验人员的工作需要，以化学分析为主要内容进行编写的。

在基础理论部分，简要介绍在日常分析中的基本原理和一般处理技术，着重介绍了氧化还原滴定法、络合滴定法、比色分析法和分离技术等。

在实用方法部分，以钢铁、有色金属、原材料及表面处理溶液为主要对象，按材料特征分类，介绍目前先进、可靠和实用的分析方法。

1.2 分析天平及分析砝码

分析天平是化验室中最重要的仪器之一。根据称量的灵敏度和准确度，分成不同的等级

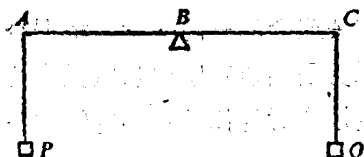
和型号。国产分析天平的型号和精度级别列于表1.1。

表1.1 国产分析天平的型号和精度级别

名 称	型 号	最大称量(g)	分度值(感量)	分度值/最大载荷	精度级别
阻尼天平	TG—628B	100	0.1	2×10^{-6}	五 级
半机械加码电光天平	TG—328B	200	0.1	5×10^{-7}	三 级
全机械加码电光天平	TG—328A	200	0.1	5×10^{-7}	三 级
微量天平	TG—332A	20	0.01	5×10^{-7}	三 级
全机械加码单盘天平	TG—100	100	0.1	1×10^{-6}	四 级

一、天平的构造及原理

分析天平是根据杠杆原理设计而成的。如图1.1所示，杠杆 ABC ， B 为支点， A 为重点， C 为力点。在 A 及 C 上分别载重 P 及 Q ， Q 为被称物品的重量， P 为各种砝码的总重量。当达到平衡时，即 ABC 杠杆呈水平状态时，根据杠杆原理，支点两边的力矩相等，即 $P \times AB = Q \times BC$ 。若 B 点正好是 ABC 的中点，则



$$AB=BC, \text{ 故 } Q=P.$$

由此可知，当力臂相等，杠杆处于平衡状态时，重点和力点上的重量就相等。此时，砝码的总量等于被称物重量。

下面简单介绍常见的分析天平的构造。

1. 阻尼天平

阻尼天平的正视图见图1.2。天平的主要组成部分是天平横梁，由铝合金制成。横梁上装有三个三棱形的玛瑙刀，其中一个装在横梁的中间，刀口向下，称为中刀或支点刀；另两个等距离地分别安装在横梁两端，刀口向上，称为承重刀。三个刀口的棱边完全平行，并处同一水平面上。

玛瑙刀口的角度和锋刃完整程度直接影响天平的质量，故应特别保护刀口。在不使用或加減物体和加減砝码时，必须利用旋钮控制升降枢把天平梁托起，使玛瑙刀和刀叉分开。为了提高称量速度，在两个称盘上方装有空气阻尼器。阻尼器由铝制筒形套盒组成。外盒固定在天平支柱上，内盒比外盒略小，但正好套入外盒中，两盒间隙均匀，没有摩擦。当启动天平时，内盒能自由地上、下移动，由于盒内空气阻尼作用，使天平横梁能较快地停止摆动而达到平衡。

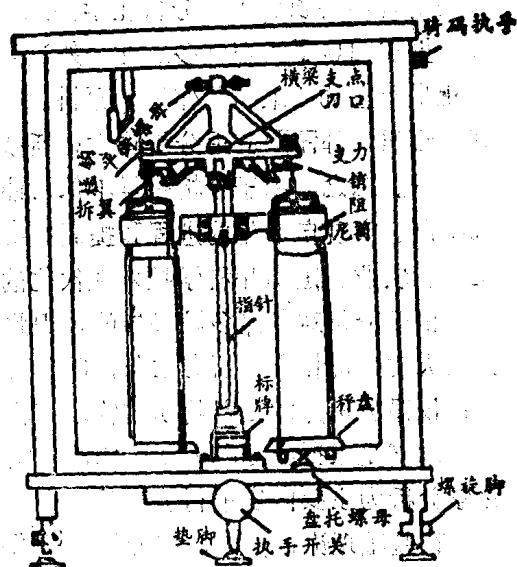


图1.2 有阻尼的普通天平

2. 电光天平

电光天平的正视图见图1.3。电光天平是在阻尼天平的基础上改进而成的，但增加两个装置，机械加码装置和光学读数装置。机械加码装置是通过转动指数盘加减圈状砝码(圈码)的装置。大小砝码全部是由指数盘操纵自动加取的，称为全机械加码电光天平，1g以下的砝码是由指数盘操纵自动加取的，称为半机械加码电光天平。光学读数装置是：光源发出的光线经聚光后，照射到天平指针下端的刻度标尺上。指针的偏移经过放大，并由反射镜反射到投影屏上，可以准确读出10mg以下的重量。

3. 单盘天平

单盘天平的正视图如图1.4所示，它与上面介绍的分析天平不同之处是：前两种天平属

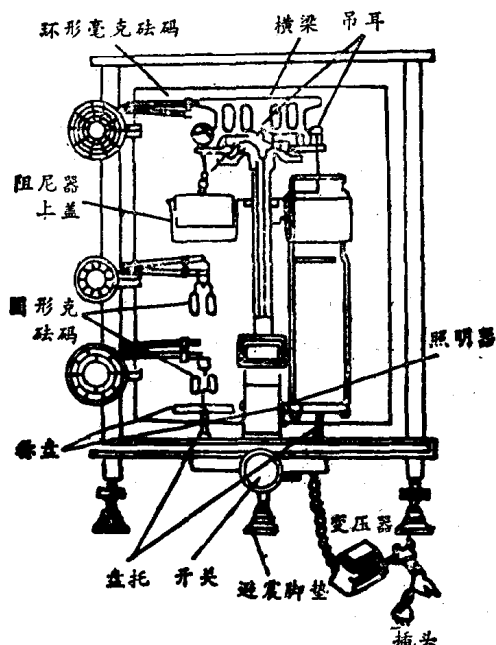


图1.3 全加码电光分析天平

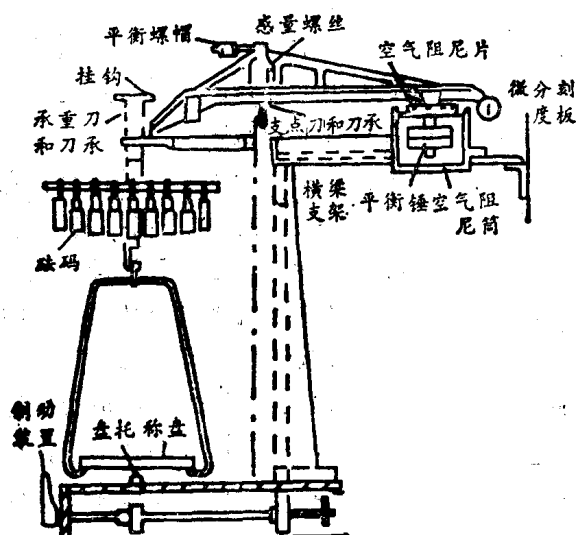


图1.4 单盘天平

等臂天平，而单盘天平是不等臂天平。单盘天平中只有一个天平盘，它挂在天平梁的一个臂上，同时所有的砝码也都挂在盘的上部。另一臂上装有固定的重锤和阻尼片，使天平保持平衡状态。称量时采用减码式，将称量物放在盘内，必须减去与称量物重量相等的砝码，才能使天平恢复平衡。显然，减去的砝码的重量就是称量物的重量。

单盘天平有阻尼和电光装置，加减砝码全部用旋钮控制，所以称量物体时，简便迅速。而且灵敏度不受负载变化的影响，尽管盘上的载重不同，但臂上的载重不变，因此，天平的灵敏度不变。此外，单盘天平还消除了一般分析天平由于两臂不等长而引起的称量误差。

二、天平的安装和检查

1. 天平的安装

- (1) 分析天平应安放在牢固平稳的台面上，避免振动、潮湿、阳光照射和接触腐蚀性气体。
- (2) 用软毛刷清扫天平各部件灰尘，刀刃和刀承可用浸有无水乙醇的棉花或软毛笔拂拭，特别注意不可碰伤刀口(电光天平、透镜、反射镜面，只能用毛刷轻刷，不可擦拭)。然后将天平放在天平台上，垫好脚垫，调节螺旋脚，使水准器的水泡对准圆圈中心位置。