

高速分析

任继平 杨重光 编著



河南科学技术出版社

54.63
234
d.1

高速分析

任继平 杨重光 编著

31575/23



内 容 提 要

高速分析是我国化学分析工作者创立的一种新型定量分析方法,在湿式分析领域内集分析方法的快、准、简、廉于一体,单项分析的时间一般不超过300秒钟。本书首先简述了高速分析的基本理论,然后系统介绍了钢铁、铁合金、有色金属及其合金、炉渣及表面处理溶液的最新实用高速分析方法。

本书可供冶金、机械、铁道、电力等工业部门材料化验人员阅读,对大中专院校化学分析专业师生、科研及其他部门的化学分析工作者亦有一定的参考价值。

高 速 分 析

任继平 杨重光 编著

责任编辑 韩家显

河南科学技术出版社出版

(郑州市花园路64号楼)

河南第一新华印刷厂印刷

河南省新华书店发行

850×1168毫米 32开本 10.25印张 245千字

1987年4月第1版 1987年4月第1次印刷

印数 1—6,800册

统一书号13245·67 定价2.00元

序

材料的高速分析是机械工业部上海材料研究所于五十年代末期首先创立的一种定量分析方法，具有快、准、简、廉的特点。单元素测定时间，一般只需几十秒至二百多秒钟。其分析速度在湿法分析中居于领先地位。它不需要特殊仪器设备，操作简单，易于推广，特别适合我国国情，并已广泛应用于炉前分析、半成品和成品分析等方面，成为冶金、机械、铁道、电力等部门材料成分分析的重要测试手段。

党的十一届三中全会以来，中国机械工程学会理化检验学会，先后召开了两次学术年会和两次全国性高速分析学术交流会，开拓了理论研究和应用的新领域。遗憾的是迄今还没有一本有关高速分析的专著出版。为了填补空白，中年工程师任继平、杨重光，将多年收集的有关文献资料和在科研、教学与生产实践等方面取得的成果，经过整理与验证，编写了《高速分析》一书，比较全面和系统地介绍了钢铁、有色金属及其合金、铁合金、表面处理溶液、炉渣等材料的高速分析方法，并对高速分析的理论，作了有益的探讨，提出了自己的观点。可以说《高速分析》一书既是高速分析工作者的实用手册，也可供化学分析专业师生参考。尽管有些理论观点尚待商榷，但仍不失抛砖引玉之意。特为之序。

周 俊

1986年秋于河南省理化检验学会

前 言

高速分析是我国化学分析工作者创立的一种新型定量分析方法。这种技术集分析方法的快、准、简、廉于一体，推广应用于工业生产，产生了巨大的经济效益。20余年的实践证明，高速分析是一种适合我国国情的重要分析手段，是一个具有发展前途的、有强大生命力的分析化学分支。

为了更好地推广和普及高速分析，根据中国机械工程学会理化检验学会的安排，我们于1982年9月至1986年6月在河南开封先后举办了四次颇具规模的高速分析学习班，来自全国20多个省、市、自治区的200多名化学分析工作者参加了学习。我们曾四次编写讲义（开封柴油机厂董建中工程师参加了第一、二次讲义的编写工作），作为学习班的教材。

但是，这本讲义作为一本书正式出版尚嫌粗糙。一则在编写讲义时，由于资料收集不太全面，有些情报掌握得不够及时，致使讲义从内容上看比较片面，其中有些问题的提法尚欠妥当，有些情况的介绍已属过时之谈。基于上述原因，我们决定在四次讲义的基础上重新进行编写。对理论部分，主要根据周宗祥先生等已经发表的有关论述和我们的见解作了大量的补充；实用分析方法部分扩大了应用范围，增写了试样的高速溶解、各元素的测定原理、测定条件及注意事项等，内容涉及普通钢铁、合金钢、球墨铸铁、铁合金、有色金属及其合金、炉渣及表面处理溶液的高速分析。

书中介绍的分析方法以手工操作的高速分析方法为主，除个别元素外，每种元素介绍了两种以上的分析方法，以便于读者选用或参考。同时重点介绍了各种分析方法的反应原理、分析步骤和操作要领，使分析工作者在查找、选择具体分析方法时能够对此种方法有一个简明的了解。

我们期望奉献给读者的这本书能够尽量地反映出我国高速分析的概况。本书不仅可用作介绍分析化学这一新分支的教科书，又是一本内容丰富、新颖、实用的参考书，也可作为广大化学分析工作者日常工作中查阅使用的手册。

由于笔者的水平有限，本书在内容编排、理论叙述、资料引用方面如有缺点和错误，敬希读者不吝指正。

此外，在本书的成书过程中我们曾得到各方面的支持。有些理论问题的阐述曾得到周宗祥先生的指教。中国机械工程学会理化检验学会常务理事、河南省理化检验学会理事长周俊副教授审阅和修改了全书，并热诚为本书作序。我们工作中的长期合作者董建中工程师以及开封市科委、科协，开封市机械工程学会和笔者所在单位领导也对本书的出版给予了鼓励与支持，在此一并表示感谢。

任继平 杨重光

1986年秋于开封

目 录

一般规定	(1)
第一章 高速分析的产生	(3)
第一节 分析化学的发展	(3)
第二节 化学分析和仪器分析	(4)
第三节 高速分析的产生	(7)
第二章 高速分析的基本理论	(11)
第一节 定量分析中的几个问题	(11)
一、定量分析的实质	(12)
二、分析过程中的时间因素	(14)
三、分析工序的简与繁	(14)
第二节 高速分析的形成因素	(16)
一、试样溶解高速化	(16)
二、反应与作用高速化	(22)
三、取消及合并操作工序	(25)
四、高速终点测定	(30)
五、新的高速分析体系	(32)
六、控制秒钟化	(33)
第三章 高速分析常用仪器和设备	(37)
第一节 扭力天平	(37)
第二节 玻璃仪器	(40)

一、烧杯和锥形瓶·····	(40)
二、量器·····	(41)
第三节 高速比色计·····	(43)
第四章 普通钢铁及合金钢的高速分析·····	(47)
第一节 钢铁试样的高速溶解·····	(47)
一、溶剂选择常识·····	(47)
二、钢铁高速分析中常用的溶剂·····	(48)
第二节 碳、硫的测定·····	(52)
(一)电弧炉燃烧, 酸碱滴定、非水滴定连续测定法··	(56)
(二)电弧炉燃烧, 碘量法、气体容量法连续测定法··	(61)
(三)立式管式炉燃烧, 电导法连续测定法·····	(65)
第三节 磷的测定·····	(68)
一、概述·····	(68)
二、碳钢、低合金钢中磷的测定·····	(74)
(一)氟化钠—氯化亚锡光度法·····	(74)
(二)铋盐—抗坏血酸光度法(I)·····	(76)
(三)铋盐—抗坏血酸光度法(II)·····	(77)
三、高锰钢中磷的测定·····	(78)
——氟化钠—氯化亚锡光度法	
四、铬钢、铬镍钢、铬钼钢中磷的测定·····	(79)
——氟化钠—氯化亚锡光度法	
五、含钨钢中磷的测定·····	(80)
——氟化铵—氯化亚锡光度法	
六、铸铁中磷的测定·····	(82)
——氟化钠—氯化亚锡光度法	
第四节 硅的测定·····	(83)

一、概述	(83)
二、碳钢、低合金钢中硅的测定	(85)
(一)硅钼蓝光度法(I)	(85)
(二)硅钼蓝光度法(II)	(86)
三、高合金钢中硅的测定	(87)
(一)盐酸、过氧化氢溶样, 硅钼蓝光度法	(87)
(二)硝酸、盐酸、氢氟酸溶样, 硅钼蓝光度法	(88)
四、高钨钢中硅的测定	(90)
——硅钼蓝光度法	
五、钢中低硅的测定	(91)
——硅钼蓝光度法	
六、生铁(白口铁)中硅的测定	(92)
——硅钼蓝光度法	
第五节 锰的测定	(93)
一、概述	(93)
二、碳钢、低合金钢中锰的测定	(95)
(一)高锰酸光度法(I)	(95)
(二)高锰酸光度法(II)	(95)
三、高合金钢中锰的测定	(96)
——高锰酸光度法	
四、铬钢、铬镍钢、铬钼钢中锰的测定	(97)
——高锰酸光度法	
五、高锰钢中锰的测定	(98)
——高锰酸光度法	
六、铸铁中锰的测定	(98)
(一)高锰酸光度法(I)	(98)

(二)高锰酸光度法(Ⅱ)·····	(99)
第六节 铬的测定·····	(100)
一、概述·····	(100)
二、碳素钢中残余铬的测定·····	(103)
——二苯偕肼光度法	
三、低合金钢中铬的测定·····	(103)
(一)二苯偕肼光度法(Ⅰ)·····	(103)
(二)二苯偕肼光度法(Ⅱ)·····	(104)
四、铅钢、铬镍钢、铬钼钢中铬的测定·····	(106)
——二苯偕肼光度法	
五、铬镍不锈钢中铬的测定·····	(107)
——铬酸光度法	
六、高铬合金钢中铬的测定·····	(108)
——高氯酸氧化,亚铁容量法	
七、碳钢、低合金钢中低铬的测定·····	(109)
——二苯偕肼光度法	
八、合金铸铁中铬的测定·····	(110)
——二苯偕肼光度法	
九、合金铸铁中锰、铬的连续测定·····	(111)
十、钢铁中锰、铬的连续测定·····	(112)
第七节 镍的测定·····	(114)
一、概述·····	(114)
二、碳素钢中残余镍的测定·····	(116)
——丁二酮肟光度法	
三、钢中镍的测定·····	(116)
(一)碱性丁二酮肟光度法·····	(116)

(二) 氨性丁二酮肟光度法·····	(117)
四、铬钢、铬镍钢、铬钼钢中镍的测定·····	(119)
——氨性丁二酮肟光度法	
五、不锈钢中镍的测定·····	(120)
——氨性丁二酮肟光度法	
六、合金钢中镍的测定·····	(121)
——丁二酮肟光度法	
第八节 钼的测定·····	(123)
一、概述·····	(123)
二、碳钢、低合金钢中钼的测定·····	(127)
(一) 氯化亚锡还原, 硫氰酸盐光度法(Ⅰ)·····	(127)
(二) 氯化亚锡还原, 硫氰酸盐光度法(Ⅱ)·····	(128)
(三) 氯化亚锡还原, 硫氰酸盐光度法(Ⅲ)·····	(129)
三、合金铸铁、低合金钢、高合金钢中钼的测定·····	(130)
(一) 氯化亚锡还原, 硫氰酸盐光度法·····	(130)
(二) 抗坏血酸还原, 硫氰酸盐光度法·····	(131)
四、高钼不锈钢中钼的测定·····	(132)
——抗坏血酸还原, 硫氰酸盐光度法	
五、合金钢中钼的测定·····	(133)
——硫氰酸盐示差光度法	
第九节 铜的测定·····	(135)
一、概述·····	(135)
二、碳素钢中残余铜的测定·····	(137)
——铜试剂光度法	
三、碳钢、低合金钢中铜的测定·····	(138)
(一) BCO 光度法(Ⅰ)·····	(138)

(二)BCO 光度法 (I)	(139)
四、钢中铜的测定	(140)
——BCO 光度法	
五、低合金钢、高合金钢中铜的测定	(142)
——铜试剂光度法	
第十节 钒的测定	(144)
一、概述	(144)
二、低合金钢中钒的测定	(146)
(一)PAR-H ₂ O ₂ 光度法	(146)
(二)钼试剂氟仿萃取光度法	(148)
三、合金钢中钒的测定	(148)
——二苯胺磺酸钠光度法	
第十一节 钛的测定	(150)
一、概述	(150)
二、铸铁、低合金钢中钛的测定	(151)
——变色酸光度法	
三、高合金钢中钛的测定	(152)
——变色酸光度法	
第十二节 钨的测定	(153)
一、概述	(153)
二、合金钢中钨的测定	(158)
——硫氰酸盐光度法	
三、高速钢中钨的测定	(159)
——钨蓝光度法	
第十三节 铝的测定	(160)
一、概述	(160)

二、低合金钢中铝的测定	(163)
——铬天青S光度法	
三、普通钢中铝的测定	(165)
——铬天青S光度法	
第十四节 稀土总量的测定	(166)
一、概述	(166)
二、稀土球墨铸铁及低合金钢中稀土总量的测定	(169)
(一)偶氮氯膦Ⅲ光度法	(169)
(二)偶氮氯膦Ⅲ—溴化十六烷基三甲基胺光度法	(171)
三、球墨铸铁中稀土总量的测定	(173)
(一)偶氮氯膦-mA光度法(I)	(173)
(二)偶氮氯膦-mA光度法(II)	(174)
第十五节 镁的测定	(175)
(一)偶氮氯膦I光度法(I)	(178)
(二)偶氮氯膦I光度法(II)	(180)
第十六节 锆的测定	(181)
第五章 铁合金的高速分析	(184)
第一节 铁合金试样的高速溶解	(184)
第二节 磷的测定	(185)
一、硅铁中磷的测定	(185)
——氟化钠—氯化亚锡光度法	
二、钒铁中磷的测定	(187)
——氟化钠—氯化亚锡光度法	
三、锰铁中磷的测定	(188)
——氟化钠—氯化亚锡光度法	

四、钼铁中磷的测定	(189)
(一)氟化钠—氯化亚锡光度法	(189)
(二)钼盐—抗坏血酸光度法	(190)
第三节 锰的测定	(191)
一、硅铁中锰的测定	(191)
——高锰酸光度法	
二、锰铁、金属锰中锰的测定	(192)
——硝酸铵氧化, 三价锰容量法	
三、磷铁中锰的测定	(194)
——高锰酸光度法	
四、钛铁中锰的测定	(196)
——高锰酸光度法	
五、稀土硅铁镁合金中锰的测定	(197)
——高锰酸光度法	
第四节 硅的测定	(198)
一、钼铁中硅的测定	(198)
——硅钼蓝光度法	
二、钒铁中硅的测定	(199)
——硅钼蓝光度法	
第五节 铬的测定	(201)
第六节 钒的测定	(202)
第七节 铜的测定	(204)
第八节 铁的测定	(205)
第九节 稀土总量、镁的测定	(207)
第六章 铜合金的高速分析	(211)
第一节 铜合金试样的高速溶解	(211)

第二节 铜的测定.....	(211)
第三节 铅的测定.....	(213)
一、锡青铜及黄铜中铅的测定.....	(213)
——偶氮胂Ⅲ光度法	
二、铜合金中常量铅的测定.....	(216)
——甲基百里酚蓝光度法	
第四节 锌的测定.....	(218)
一、锡青铜中锌的测定.....	(218)
——二甲酚橙光度法	
二、硅黄铜中锌的测定.....	(221)
——EDTA络合滴定法	
第五节 铁的测定.....	(222)
一、铜合金中铁的测定.....	(222)
(一)Fe(Ⅱ)—EDTA—H ₂ O ₂ 光度法.....	(222)
(二)邻菲罗啉光度法.....	(224)
二、黄铜中铁的测定.....	(225)
——磺基水杨酸光度法	
三、铅青铜中铁的测定.....	(227)
——磺基水杨酸光度法	
第六节 镍的测定.....	(228)
第七节 硅的测定.....	(230)
(一)硅钼蓝光度法(Ⅰ).....	(230)
(二)硅钼蓝光度法(Ⅱ).....	(230)
第八节 磷的测定.....	(231)
一、磷青铜中磷的测定.....	(231)
——氟化钠—氯化亚锡光度法.....	(231)

二、磷铜合金中磷的测定·····	(232)
——磷钒钼黄光度法	
三、黄铜中磷的测定·····	(235)
——氟化钠—氯化亚锡光度法	
第九节 锰的测定·····	(236)
第十节 稀土总量的测定·····	(237)
第十一节 锡青铜的高速系统分析·····	(238)
第七章 纯铝及铝合金的高速分析·····	(243)
第一节 纯铝及铝合金试样的高速溶解·····	(243)
第二节 硅的测定·····	(243)
一、纯铝及普通铝合金中硅的测定·····	(243)
——碱溶样，硅钼蓝光度法	
二、高硅铝合金中硅的测定·····	(245)
(一)碱溶样，硅钼蓝光度法·····	(245)
(二)硝酸、盐酸、氢氟酸溶样，硅钼蓝光度法·····	(246)
第三节 铁的测定·····	(247)
第四节 铜的测定·····	(248)
第五节 镁的测定·····	(249)
第六节 镍的测定·····	(250)
第七节 钛的测定·····	(252)
第八节 锑的测定·····	(253)
第九节 稀土的测定·····	(255)
第十节 高硅铝合金的高速系统分析·····	(256)
第八章 金属镁及镁合金的高速分析·····	(260)
第一节 金属镁及镁合金试样的高速溶解·····	(260)
第二节 镁合金中锌的测定·····	(261)

第三节	金属镁中微量铝、铍的连续测定·····	(262)
第九章	炉渣的高速分析·····	(266)
第一节	二氧化硅的测定·····	(266)
第二节	五氧化二磷的测定·····	(267)
第三节	氧化钙的测定·····	(268)
第四节	全氧化铁的测定·····	(268)
(一)	EDTA 络合滴定法·····	(268)
(二)	三氯化钛滴定法·····	(269)
第十章	表面处理溶液的高速分析·····	(272)
第一节	概述·····	(272)
第二节	镀前处理溶液的测定·····	(274)
一、	酸洗溶液中游离酸(盐酸)的测定·····	(274)
——	中和滴定法	
二、	去油溶液中氢氧化钠的测定·····	(275)
——	中和滴定法	
第三节	镀铬溶液的测定·····	(276)
一、	铬酸酐的测定·····	(276)
——	碘量法	
二、	三氧化二铬的测定·····	(277)
——	吸收光度法	
三、	铁的测定·····	(277)
——	磺基水杨酸光度法	
四、	硫酸根的测定·····	(278)
(一)	燃烧碘量法·····	(278)
(二)	硫酸钡一曲通 X-100 浊度分析法·····	(279)
五、	氟硅酸的测定·····	(280)