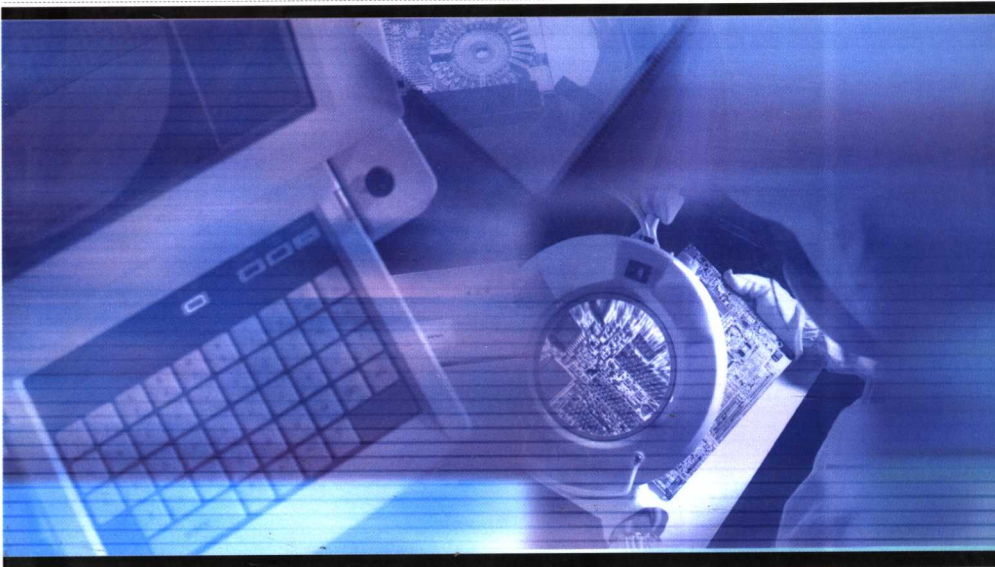


实用金属材料

化学检测技术问答

李启华 余锦 刘菊英 编著



国防工业出版社
National Defense Industry Press

图书在版编目(CIP)数据

实用金属材料化学检测技术问答 / 李启华, 余锦, 刘菊英编著. —北京: 国防工业出版社, 2007. 1

ISBN 7-118-04841-0

I. 实... II. ①李... ②余... ③刘... III. 金属材料—金属分析: 化学分析—问答 IV. TG115.3-44

中国版本图书馆 CIP 数据核字(2006)第 128349 号

※

国防工业出版社出版发行

(北京市海淀区紫竹院南路 23 号 邮政编码 100044)

国防工业出版社印刷厂印刷

新华书店经售

*

开本 850 × 1168 1/32 印张 13 字数 319 千字

2007 年 1 月第 1 版第 1 次印刷 印数 1—4000 册 定价 25.00 元

(本书如有印装错误, 我社负责调换)

国防书店: (010) 68428422

发行邮购: (010) 68414474

发行传真: (010) 68411535

发行业务: (010) 68472764

编委会名单

主 编	李启华	余 锦	刘菊英
编 委	李启华	余 锦	刘菊英
	詹廷伟	徐 芳	吴立凤
	马 英	樊 华	吴治萍

前 言

为适应机器制造工业现代化生产的快节奏;提高化学检测人员的能力;提高化学基础分析及仪器分析的检测工作效率及质量;更好地为学习化学专业知识的学生、化学检测分析人员、工业化学分析工、工厂实验室、科研单位和大专院校等有关科技人员提供实用的经验,包括在化学检测实际工作中有歧义的问题、相关标准中具体文字依据,并根据机器制造业金属材料化学检测的需要,以及二十余年来的生产及科研的化学检测实际经验、相关国家标准、工业化学分析工岗位培训教学经验等精心撰写而成。

本书由化学检测基础、24 个常见检测元素的性质、24 个常见元素分析技术、附录等内容组成。全书共计问答题 538 个。编写的问答主要根据金属材料化学检测技术方面的实际经验,具体内容涉及试样取样法、牌号表示方法、安全技术、实验室用水、规则、分析方法通则、术语等;分光光度分析、滴定分析、原子吸收分析、碳硫分析、光电直读光谱分析、ICP - AES 光谱分析、原子荧光光谱分析、X 射线荧光光谱分析等;不确定度的由来、测量不确定度评价、测量误差与测量不确定度的区别和联系、金属材料化学分析方法标准及相应的重复性与再现性计算公式等。书后附有主要参考文献及元素周期表。

本书覆盖了分析化学基础知识;化学分析专业知识,包括原子吸收分光光度计、光电直读光谱分析仪、红外碳硫分析仪、电

化学分析仪、ICP 光谱分析仪、原子荧光光谱分析仪、X 射线荧光光谱分析仪等现代分析仪器检测技术;重复性和再现性计算公式;误差及数据统计处理知识;标准物质应用知识;不确定度知识;安全知识等。

本书主要由长安汽车(集团)有限责任公司李启华研究员级高级工程师、余锦高级工程师和刘菊英工程师共同撰写、统稿和整理。重庆仪表材料研究所詹廷伟工程师;152 厂徐芳工程师、吴立凤助理工程师、马英工程师、樊华工程师、吴治萍技师等参与了部分书稿的编写、校对、打印与誊写等工作。

在本书的编写过程中,公司理化计量处刘兴智处长、王志强副处长、陈军主任、杨学彬工程师等给予了大力支持和鼓励;郑莉莉同志提供了相关技术资料咨询等帮助,在此一并致以衷心的感谢。

由于编者水平有限,书中不足和错误之处在所难免,恳请广大读者批评指正。以利共同提高。

李启华

2006 年 7 月 2 日

目 录

第一章 化学检测基础	1
1. 如何制备、贮存及使用分析实验室用水?	1
2. 如何区分化学试剂的等级、标志、符号、标签颜色和 主要用途?	1
3. 如何正确使用吸管?	2
4. 化学检测工作中常用的溶液分哪几种? 各种溶液的 浓度如何表示?	2
5. 如何配制常见元素与离子的标准溶液?	3
6. 分析天平的使用规则是什么?	9
7. 如何排除天平的常见故障?	10
8. 如何洗涤容量瓶?	14
9. 如何洗涤滴定管?	14
10. 如何洗涤吸管?	15
11. 如何将固体试料或溶液转移至容量瓶中?	15
12. 如何正确使用容量瓶?	16
13. 正确使用吸管的注意事项有哪些?	16
14. 如何正确读取滴定管的读数?	17
15. 正确使用滴定管的注意事项有哪些?	17
16. 什么是减量法称样?	18
17. 减量法称样分哪两种方法?	18
18. 多次减量法的优缺点有哪些?	18
19. 一次减量法的优缺点有哪些?	18
20. 化学检测对试料的分解有哪些要求?	19
21. 分解试料有几种方法?	19

22. 熔融法分解试料有什么优缺点?	19
23. 钢铁试料在取样时的注意事项有哪些?	19
24. 如何选择常见金属及合金的溶剂?	20
25. 什么叫滴定分析法?	22
26. 滴定分析法的主要特点是什么?	22
27. 用于滴定分析的化学反应,要具备哪些条件?	23
28. 什么叫滴定曲线? 什么叫酸碱滴定曲线?	23
29. 与酸碱滴定法相比较,氧化还原滴定法 有哪些特点?	23
30. 氧化还原滴定法可分为哪几类?	23
31. 氧化还原反应的实质是什么?	23
32. 氧化还原滴定法中重铬酸钾法较高锰酸钾法 有何优点?	23
33. 什么叫铈量法? 其反应原理是什么?	24
34. 氧化还原滴定法中的铈量法有何优点?	24
35. 什么叫金属指示剂?	24
36. 金属指示剂应具备什么条件?	25
37. 为什么金属指示剂会发生封闭现象? 如何避免?	25
38. 适合于配位滴定法的反应必须具备哪些条件?	25
39. 什么叫 EDTA 的酸效应曲线?	25
40. EDTA 酸效应曲线的主要作用是什么?	26
41. EDTA 与金属离子配合的特点是什么?	26
42. 配位滴定的终点误差与哪些因素有关?	26
43. 能适用于滴定分析的沉淀反应,应满足 哪些条件?	27
44. 为什么滴定分析会产生滴定误差?	27
45. 重量分析法选择沉淀剂的原则是什么?	27
46. 重量法中选择沉淀洗涤剂的原则是什么?	27
47. 重量分析法对沉淀式的要求有哪些?	27

48. 什么叫陈化?	27
49. 在重量分析中,陈化的作用是什么?	28
50. 如何用重量法测定铝铍中间合金中的铍量?	28
51. 什么叫气体容量法? 气体容量法测定钢铁中 碳量的基本原理是什么?	29
52. 红外碳硫分析的基本原理是什么?	29
53. 什么叫分光光度法? 分光光度法的特点是什么? ...	29
54. 在进行比色分析时,为何有时要求显色后放置 一段时间再比色,而有些分析却要求在规定的 时间内完成比色?	29
55. 分光光度法测定时,如何选择入射光的波长?	30
56. 引起偏离朗伯-比耳定律的原因有哪些?	30
57. 分光光度法中,选择显色反应时,应考虑的因素 有哪些?	30
58. 分光光度法显色反应中有哪些干扰及消除方法? ...	31
59. 比色分析法测定物质含量时,当显色反应确定 之后,应从哪几方面选择试验条件?	31
60. 如何测定精铈锭中的微量硒?	31
61. 如何测定电解金属锰中的硒量?	32
62. 什么叫原子吸收光谱? 原子吸收光谱法的基本 原理是什么?	33
63. 原子吸收光谱法和分光光度法有何相同之处?	34
64. 原子吸收光谱法和分光光度法有何不同之处?	34
65. 原子吸收光谱法具有哪些特点?	34
66. 原子吸收光谱分析常用哪些分析方法? 进行 某项测定时,有哪些步骤?	35
67. 利用原子吸收光谱法测定痕量元素和测定高含量 组分时,为提高测量准确度,可采取哪些措施?	35
68. 原子吸收光谱分析有哪些干扰? 如何消除干扰? ...	35
69. 什么叫原子发射光谱?	36

70. 什么叫火焰发射光谱法?	36
71. 什么叫原子发射光谱法?	36
72. 发射光谱定量分析的基本原理是什么?	36
73. 发射光谱分析的内标法的工作原理是什么?	37
74. ICP 光源有何特点?	37
75. 使用 ICP 光源有哪些注意事项?	38
76. ICP - AES 分析方法的基本原理是什么?	38
77. Thermo Electron (IRIS Intrepid II XSP 等) ICP 光谱 仪工作原理是什么?	39
78. ICP - AES 光谱分析法中, 如何对金属试料进行 溶解前处理?	40
79. ICP - AES 光谱分析的干扰情况及如何处理?	42
80. ICP - AES 光谱分析法中, 样品的分离与预富集 情况如何?	42
81. 什么叫原子荧光光谱法?	43
82. 什么叫 X 射线荧光光谱法?	43
83. 什么叫系统误差? 什么叫随机误差?	43
84. 什么叫准确度? 什么叫精密度? 各用什么表示? ...	44
85. 什么叫不确定度?	44
86. 什么是重复性(r)?	44
87. 什么是再现性(R)?	44
88. 钢铁产品牌号表示方法应符合什么规定?	44
89. 粉末冶金材料、铸铁(件)、铸钢(件)、铁合金、 高温合金、耐蚀合金、精密合金等产品的牌号表示 方法应分别符合什么规定?	44
90. 混合稀土元素符号用什么表示?	45
91. 碳、硅、锰的平均含量分别为 0.60%、1.75%、 0.75% 的高级优质弹簧钢, 如何表示其牌号?	45
92. 平均含碳量为 1.60%, 含铬量为 11.75%, 含钼量 为 0.50%, 含钒量为 0.22% 的合金工具钢, 如何	

表示其牌号?	45
93. 平均含碳量为 0.85%, 含钨量为 6.00%, 含钼量为 5.00%, 含铬量为 4.00%, 含钒量为 2.00% 的高速工具钢, 如何表示其牌号?	45
94. 含碳量上限为 0.03%, 平均含铬量为 19%, 含镍量为 10% 的超低碳不锈钢, 如何表示其牌号?	45
95. 含碳量上限为 0.01%, 平均含铬量为 19%, 含镍量为 11% 的极低碳不锈钢, 如何表示其牌号?	45
96. 什么叫合金元素?	45
97. 什么叫一级标准物质?	46
98. 什么叫二级标准物质?	46
99. 标准物质定值测量数据处理的第一程序是什么? ...	46
100. 如何研制高镁含铍铸造铝合金标准物质?	46
101. 08Al 是指什么?	48
102. 如何理解测定酸溶铝 (Als) 可以用测定总含铝量代替?	49
103. 如何保证分析型实验室纯化水机的使用安全?	49
104. 如何保证实验室抽风柜及管道的使用安全?	49
105. 不确定度的由来?	49
106. 何谓测量不确定度?	50
107. 何谓标准不确定度?	51
108. 何谓包含因子?	51
109. 何谓自由度?	51
110. 测量误差与测量不确定度有哪些区别和联系?	51
第二章 常见检测元素的性质	53
111. 铝元素的性质如何?	53
112. 砷元素的性质如何?	54
113. 硼元素的性质如何?	54
114. 碳元素的性质如何?	56
115. 钴元素的性质如何?	56

116. 铬元素的性质如何?	57
117. 铜元素的性质如何?	58
118. 铁元素的性质如何?	58
119. 镁元素的性质如何?	59
120. 锰元素的性质如何?	60
121. 钼元素的性质如何?	61
122. 铌元素的性质如何?	61
123. 镍元素的性质如何?	62
124. 磷元素的性质如何?	62
125. 铅元素的性质如何?	63
126. 硫元素的性质如何?	63
127. 硅元素的性质如何?	64
128. 锡元素的性质如何?	65
129. 钛元素的性质如何?	65
130. 钒元素的性质如何?	66
131. 钨元素的性质如何?	67
132. 锌元素的性质如何?	68
133. 锆元素的性质如何?	69
134. 稀土元素的性质如何?	69
第三章 常见元素分析技术	71
一、铝的测定	71
135. 常见测定铝的方法有哪些?	71
136. 如何理解“余量”?	72
137. Na_3AlF_6 沉淀分离中应注意些什么?	72
138. 用 $\text{Zn}-\text{EDTA}$ 掩蔽 Fe 、 Ni 等元素对铬天青 S 分光光度法测铝是否有影响?	73
139. 铜铁试剂分离 - 铬天青 S 分光光度法测定 中应注意什么?	74
140. 用碱分离 - EDTA 滴定法测定铝量时, 应特别注意些什么?	74

141. 用铬天青 S 分光光度法测定铝量时, 应特别注意些什么?	75
142. 如何用铬天青 S 分光光度法测定航空液压 油中的痕量铝?	75
143. 用铜铁试剂沉淀分离 - 铬天青 S 分光光度法 测定铝量时,应特别注意些什么?	76
144. 原子吸收法测定铝时的条件选择及其干扰?	77
145. 航空液压油中痕量铝的测定方法有何特点?	78
146. 光电直读光谱法测定的铝量为酸溶铝吗?	78
147. 碱分离 - EDTA 滴定法测定合金钢中铝量方法中, 分取的 NaOH 强碱性溶液中加入酚酞指示剂后, 为何没有红色现象出现?	78
148. 如何测定工业硅及硅铁中的铝量?	79
149. GB/T 223.9—2000 铬天青 S 分光光度法测定铝 含量中有哪几个问题?	79
150. 如何使用铬天青 S 快速分析光度法测定 铝含量?	83
二、砷的测定	86
151. GB/T 223.32—1994 滴定法测定砷量的基本 原理是什么?	86
152. GB/T 223.32—1994 滴定法测定砷量有哪些 注意事项?	86
153. GB/T 223.31—1994 蒸馏分离 - 钼蓝分光光度法 测定砷量的基本原理如何?	87
154. GB/T 223.31—1994 蒸馏分离 - 钼蓝分光光度法 测定砷量的干扰元素有哪些?	87
155. GB/T 223.31—1994 蒸馏分离 - 钼蓝分光光度法 测定砷量时应注意些什么?	87
三、硼的测定	88
156. GB/T 223.6—1994 中和滴定法测定硼量,为何要	

加入甘露醇?	88
157. GB/T 223.6—1994 中和滴定法测定硼量,在操作中应注意些什么?	88
158. GB/T 223.75—1991 甲醇蒸馏—姜黄素光度法测定硼量,有哪些注意事项?	88
159. 如何采用新硼试剂(HPTA)光度法测定硼量?	89
160. 光电直读光谱法测定的硼量是否为酸溶硼?	90
161. 如何测定铝合金中的硼量?	90
162. 用亚甲基蓝-1,2-二氯乙烷萃取分光光度法测定硼量时,应特别注意些什么?	91
163. 用新硼试剂(HPTA)分光光度法测定硼量时,应特别注意些什么?	91
四、碳的测定	91
164. 碳的分析性质如何?	91
165. 燃烧重量法测定钢铁中碳的含量时,应注意哪些问题?	93
166. 气体容量法测定钢铁中碳量应注意哪些问题?	94
167. 如何选择燃烧法测定钢铁中碳量、硫量用助熔剂?	95
168. 用气体容量法测定碳量时,应特别注意些什么? ...	96
169. 用非水滴定法测定碳量时,应特别注意些什么? ...	96
170. 钢铁中的总碳量和游离碳是何意?	96
171. 钢铁中碳含量的常用测定方法有哪些?	97
172. 在测定钢铁及合金中的碳量时,对取样有什么要求?	98
173. 用不锋利的车刀强力车取钢铁试料时,其碳量检测结果偏高还是偏低?	99
174. 对于表层脱碳钢铁试料,取样时未去除脱碳层,其碳量检测结果偏高还是偏低?	99
175. 对于表层渗碳钢铁试料,取样时未去除渗碳层,	

其碳量检测结果偏高还是偏低?	99
176. 若采用线切割的方法制取钢铁试料,其碳量 检测结果偏高还是偏低?	99
177. 用钻床或车床高转速钻取或车取钢铁试料时, 其碳量检测结果偏高还是偏低?	99
178. 对于 $w(C) < 0.010\%$ 钢铁试料, 测定碳量前应注意什么?	99
179. 如何理解超低碳、极低碳?	100
180. 用燃烧法测定钢铁中碳量时,对所用的氧气 为什么要净化?	100
181. 用燃烧法测定钢铁中碳量前,为什么瓷舟或 坩埚要灼烧处理?	100
182. 用燃烧法测定钢铁中碳量时,对助熔剂 有何要求?	101
183. 不同钢铁试料所用助熔剂种类及加入量 如何选择?	103
184. 怎样选用管式燃烧炉瓷管?	105
185. 对气体容量法定碳仪的气密性有何要求?	105
186. 如何检查气体容量法定碳仪各部分的气密性? ...	105
187. 用气体容量法测定碳量时,有哪些注意事项?	105
188. 用气体容量法测定碳量时,为什么要除硫?	106
189. 用气体容量法测定碳量时,使用除硫剂的 注意事项有哪些?	107
190. 用气体容量法测定碳量时,如何控制试料燃烧时 的氧气流量?	107
191. 用气体容量法测定钢铁中碳量时,如何选择氢氧化钾 吸收液浓度?	108
192. 用气体容量法测定钢铁中碳量时,校正系数 f 是 如何得来的?	108
193. 用气体容量法测定碳量时,为什么要求燃烧后的	

混合气体、冷凝管液体、氢氧化钾吸收液的 温度接近一致?	109
194. 用气体容量法测定碳量时,为了防止温差的出现 而产生测试误差,应注意什么?	110
195. 用气体容量法测定碳量时,如何消除量气管与吸收器 之间管路中残留气体的影响?	110
196. 在分析高含碳量的试料后,为什么不宜立即进行低 含碳量试料的分析?	111
197. 用气体容量法联合测定碳量、硫量时,为什么碳量 分析结果会偏低?	111
198. 用气体容量法测定碳量时,如何消除硫 的干扰?	111
199. 非水滴定测定金属试料中碳量的方法 有何特点?	112
200. 用非水滴定法测定钢铁中碳量时,氧气流量如何 控制?	112
201. 用非水滴定法测定钢铁中碳量时,硫的干扰为什么 较严重?	112
202. 用非水滴定法测定钢铁中碳量时,滴定速度 如何选择?	113
203. 如何评定高频燃烧-红外吸收法测定合金结构钢中 碳量的不确定度?	113
204. 电导法测定钢铁中碳量的特点如何?	116
205. 纯钨熔点很高,为什么钨粒可作为高频燃烧- 红外光谱法的助熔剂?	116
206. 为什么高频感应燃烧炉能使金属试料 快速升温?	117
207. 分析金属试料中碳量的标准分析方法有哪些? ...	117
208. 为什么能用红外光谱法测定钢铁中的碳量?	118
209. 分析金属试料中碳量的主要化学反应有哪些? ...	119

210. 分析金属试料中碳量的管式高温炉有何特点? ...	119
211. 分析金属试料中碳量的电弧燃烧炉有何特点? ...	120
212. 分析金属试料中碳量的高频感应炉有何特点? ...	121
213. 采用光电直读光谱法分析钢铁试料后,若对碳量 分析结果有疑问时,应该如何处理?	121
五、钴的测定	122
214. 为什么能用铁氰化钾滴定法测定钴?	122
215. 如何使用亚硝基 R 盐光度法测定钴?	123
216. 原子吸收法测定钴时有哪些干扰因素?	123
217. 测定金属试料中钴量的标准分析方法有哪些? ...	124
六、铬的测定	125
218. 如何将铬(Ⅲ)氧化为铬(Ⅵ)?	125
219. 用过硫酸铵氧化滴定法测定铬量时,有哪些 注意事项?	126
220. 用滴定法测定铬量时,如何消除钒、铈的干扰? ...	126
221. 用硫酸亚铁铵标准滴定溶液滴定铬(Ⅵ)时, 有哪些注意事项?	127
222. 用高氯酸氧化滴定法测定铬量时,有哪些 注意事项?	128
223. 如何使用高氯酸氧化滴定法测定铬量?	129
224. 用过硫酸铵氧化容量法测定铬量时,为什么 要进行指示剂校正?	132
225. 用滴定法测定铬量时,为何有时可以不进行 指示剂校正?	132
226. 用过硫酸铵氧化滴定法测定铬量时,怎样才能 保证试料分解完全?	132
227. 为什么可以用过硫酸铵氧化铬(Ⅲ) 至铬(Ⅵ)?	134
228. 用过硫酸铵氧化滴定法测定铬量时,如何判断 溶液中铬(Ⅲ)全部被氧化为铬(Ⅵ)?	134

229. 用过硫酸铵氧化滴定法测定铬量时,如何控制溶液的酸度?	135
230. 用过硫酸铵氧化滴定法测定铬量时,应加入多少过硫酸铵?	135
231. 用过硫酸铵氧化滴定法测定铬量时,如何完全分解过量部分的过硫酸铵?	135
232. 用过硫酸铵氧化滴定法测定铬量时,如何避免 Cr_2O_7^- 被还原?	136
233. 用高氯酸氧化滴定法测定铬量时,如何掌握氧化时间?	136
234. 用高氯酸氧化滴定法测定铬量时,为什么不宜快速冷却?	137
235. 溶解含铬试料时,有哪些注意事项?	137
236. 用二苯碳酰二肼光度法测定铬量时,如何保证铬(Ⅲ)被氧化完全?	138
237. 用二苯碳酰二肼光度法测定铬量时,对显色反应的酸度有何要求?	138
238. 用二苯碳酰二肼光度法测定铬量时,干扰元素有哪些?	139
239. 用二苯碳酰二肼光度法测定铬量时,如何消除干扰?	139
240. 用二苯碳酰二肼光度法测定铬量时,为什么要用碳酸钠分离大量的铁?	140
241. 用过硫酸铵氧化滴定法测定铬量时,应特别注意些什么?	141
242. 用高氯酸氧化-亚铁滴定法测定铬量时,应特别注意些什么?	142
243. 用二苯卡巴肼光度法测定铬量时,应特别注意些什么?	142
244. 用二苯卡巴肼快速光度法测定铬量时,应特别	