

金属与合金的 快速半微量分析

〔苏联〕E.И.尼基琴娜 著

郭培棠 等译

5.3

中国工业出版社

金属与合金的 快速半微量分析

〔苏联〕Е.И.尼基琴娜 著

郭培棠 等译

姚元愷 总校

中国工业出版社

本书叙述铝、镁、铜及其合金，以及钢的半微量定性和定量分析。用0.05~0.1克试样可测定金属及其合金中的主要组份及某些杂质的含量，半微量法具有常量分析同样的准确度，用半微量法能显著加速分析过程，且减少试剂的消耗。

本书可供工厂试验室和科学研究机关工作人员使用，亦可作为专科及高等学校半微量定性和定量实验课程的教科书。

Е. И. Никитина

УСКОРЕННЫЕ ПОЛУМИКРОХИМИЧЕСКИЕ МЕТОДЫ
АНАЛИЗА МЕТАЛЛОВ И СПЛАВОВ

Госхимиздат Москва 1956

金属与合金的快速半微量分析

郭培棠等译、姚元愷 总校

(根据原冶金工业出版社重印)

冶金工业部科学技术情报产品标准研究所书刊编辑室编辑 (北京灯市口71号)

中国工业出版社出版 (北京佟麟阁路10号)

北京市书刊出版业营业许可出字第110号

中国工业出版社第三印刷厂印刷

新华书店北京发行所发行·各地新华书店经售

开本 $850 \times 1168^{1/32}$ ·印张 $8^{9/16}$ ·字数205,000

1958年10月北京第一版

1965年10月北京新版·1965年10月北京第一次印刷

印数0001—1,570·定价(科四) 1.00元

统一书号: 15165·4173 (冶金-644)

目 录

序言	7
緒論	8
第一章 微量和半微量定性及定量分析原理	11
微量定性分析操作方法	11
显微結晶分析	11
操作技术	12
点滴分析	16
操作技术	17
仪器	18
半微量定量分析操作法	21
操作技术	23
半微量定量分析的測定誤差	27
取样	34
第二章 原生鋁、鎂及其合金	36
定性分析	36
銅的檢定	37
鎂的檢定	40
鉄的檢定	41
鋅的檢定	43
錳的檢定	44
鋇的檢定	45
鐳的檢定	47
鈦的檢定	48
鉻的檢定	49
鈷的檢定	51
鋁的檢定	52
鉀的檢定	53
鈣的檢定	55
鈉的檢定	55
錫的檢定	56

銻的檢定	57
鉍的檢定	59
鉛的檢定	60
磷的檢定	61
氯化物的檢定	62
定量分析	63
銅的測定	63
鎂的測定	68
鐵的測定	74
鋅的測定	80
錳的測定	89
鎘的測定	92
鎳的測定	94
鉻的測定	97
鋁的測定	99
鉀的測定	106
鈣的測定	107
鈉的測定	113
錫的測定	116
銻的測定	120
硅的測定	125
氯化物的測定	131

第三章 銅合金、金屬复盖层和貴金屬 134

銅合金的定性分析	134
青銅及黃銅的檢定	134
鐵的檢定	134
錫的檢定	135
鋅的檢定	135
鎳的檢定	135
鉻的檢定	136
鋁的檢定	136
鉍的檢定	136
銻的檢定	136

銅合金的定量分析	136
青銅及黃銅內錫、鉛、銅、鉄及鋅的測定方法	
(由同一試樣)	137
錫的測定 (单独称樣)	142
鎳的測定	144
銅的測定 (单独称樣)	144
銻的測定	145
鉄的測定 (单独称樣)	148
鋁的測定 (单独称樣)	151
錳的測定	152
敏的測定	152
硅的測定	154
磷的測定	156
金屬复盖層的分析	159
錫复盖層の檢定	159
鋁复盖層の檢定	159
鎳复盖層の檢定	159
銀复盖層の檢定	160
含磷复盖層の檢定	160
含氮复盖層の檢定	160
鋅复盖層の檢定	160
一些貴金屬的分析	161
含銀、鉑、鈱合金的分析	161
含金合金的分析	163
第四章 鋼、生鉄及鑄基合金 (尼赫罗姆)	165
定性分析	165
鉻的檢定	165
鎳的檢定	165
錳的檢定	166
鈦的檢定	166
鉬的檢定	166
錫的檢定	167
鈾的檢定	169

銅的檢定	170
鈷的檢定	170
鋁的檢定	170
鈮的檢定	171
鉍的檢定	171
鋅的檢定	172
鈣、錫、銻、鉍的檢定	172
定量分析	172
鉻的測定	172
鎳的測定	177
錳的測定	183
鈦的測定	186
鉬的測定	191
鎢的測定	195
釩的測定	199
銅的測定	202
鋁的測定	204
鈮的測定	206
鈣的測定	207
銻的測定	208
硅的測定	214
鐵的測定	218
鎂的測定	222
碳的測定	224
磷的測定	232
附 錄	245
I. 滴定溶液的配制	245
II. 在不同溫度和壓力下，每厘米 ³ 二氧化碳氣體內的 含碳百分數	251
參考文獻	270

金属与合金的 快速半微量分析

〔苏联〕E.И.尼基琴娜 著

郭培棠 等译

姚元愷 总校

中国工业出版社

本书叙述铝、镁、铜及其合金，以及钢的半微量定性和定量分析。用0.05~0.1克试样可测定金属及其合金中的主要组份及某些杂质的含量，半微量法具有常量分析同样的准确度，用半微量法能显著加速分析过程，且减少试剂的消耗。

本书可供工厂试验室和科学研究机关工作人员使用，亦可作为专科及高等学校半微量定性和定量实验课程的教科书。

Е. И. Никитина

УСКОРЕННЫЕ ПОЛУМИКРОХИМИЧЕСКИЕ МЕТОДЫ
АНАЛИЗА МЕТАЛЛОВ И СПЛАВОВ

Технииздат Москва 1956

* * *

金属与合金的快速半微量分析

郭培棠等译 姚元性 总校

(根据原冶金工业出版社俄文版)

*

冶金工业部科学技术情报产品标准研究所书刊编辑室编辑 (北京灯市口71号)

中国工业出版社出版 (北京佟麟阁路10号)

北京市书刊出版业营业许可出字第110号

中国工业出版社第三印刷厂印刷

新华书店北京发行所发行·各地新华书店经售

*

开本850×1168¹/₃₂·印张8⁹/₁₆·字数205,000

1958年10月北京第一版

1965年10月北京新一版·1965年10月北京第一次印刷

印数0001—1,570·定价(科四)1.00元

*

统一书号: 15165·4173 (冶金-644)

目 录

序言	7
緒論	8
第一章 微量和半微量定性及定量分析原理	11
微量定性分析操作方法	11
显微結晶分析	11
操作技术	12
点滴分析	16
操作技术	17
仪器	18
半微量定量分析操作法	21
操作技术	23
半微量定量分析的測定誤差	27
取样	34
第二章 原生鋁、鎂及其合金	36
定性分析	36
銅的檢定	37
鎂的檢定	40
鉄的檢定	41
鋅的檢定	43
錳的檢定	44
鎳的檢定	45
鏽的檢定	47
鈦的檢定	48
鉻的檢定	49
鈷的檢定	51
鋁的檢定	52
鉀的檢定	53
鈣的檢定	55
鈉的檢定	55
錫的檢定	56

銻的檢定	57
鉍的檢定	59
鉛的檢定	60
磷的檢定	61
氯化物的檢定	62
定量分析	63
銅的測定	63
鎂的測定	68
鐵的測定	74
鋅的測定	80
錳的測定	89
鎘的測定	92
鎳的測定	94
鉻的測定	97
鋁的測定	99
鉀的測定	106
鈣的測定	107
鈉的測定	113
錫的測定	116
銻的測定	120
硅的測定	125
氯化物的測定	131
第三章 銅合金、金屬复盖层和貴金屬	134
銅合金的定性分析	134
青銅及黃銅的檢定	134
鉄的檢定	134
錫的檢定	135
鋅的檢定	135
鎳的檢定	135
鉻的檢定	136
鋁的檢定	136
鉍的檢定	136
銻的檢定	136

銅合金的定量分析	136
青銅及黃銅內錫、鉛、銅、鉄及鋅的測定方法 (由同一試樣)	137
錫的測定 (单独称樣)	142
鎳的測定	144
銅的測定 (单独称樣)	144
銻的測定	145
鉄的測定 (单独称樣)	148
鋁的測定 (单独称樣)	151
錳的測定	152
鉍的測定	152
硅的測定	154
磷的測定	156
金屬复盖層的分析	159
錫复盖層の檢定	159
銅复盖層の檢定	159
鎳复盖層の檢定	159
銀复盖層の檢定	160
含磷复盖層の檢定	160
含氮复盖層の檢定	160
鋅复盖層の檢定	160
一些貴金屬的分析	161
含銀、鉑、鈦合金的分析	161
含金合金的分析	163
第四章 鋼、生鉄及鎳基合金 (尼赫罗姆)	165
定性分析	165
鉻的檢定	165
鎳的檢定	165
錳的檢定	166
鈦的檢定	166
鉬的檢定	166
錫的檢定	167
釩的檢定	169

銅的檢定	170
鈷的檢定	170
鋁的檢定	170
鈮的檢定	171
鉍的檢定	171
鋅的檢定	172
鈣、錫、銻、鉍的檢定	172
定量分析	172
鉻的測定	172
鎳的測定	177
錳的測定	183
鈦的測定	186
鉬的測定	191
鎢的測定	195
釩的測定	199
銅的測定	202
鋁的測定	204
鈮的測定	206
鈣的測定	207
銻的測定	208
硅的測定	214
鐵的測定	218
鎂的測定	222
碘的測定	224
磷的測定	232
附錄	245
I. 滴定溶液的配制	245
II. 在不同溫度和壓力下，每厘米 ³ 二氧化碳氣體內的 含碳百分數	251
參考文獻	270

序 言

在生产上常常要求金屬与合金的分析要又快、又省、又准确。只有微量分析能满足这些要求，因微量分析除了准确，快速而又操作简单外，在分析物料量非常小的情况下也可以应用。

本書綜合了关于有色金屬，黑色金屬和合金的微量和半微量定性、定量分析的材料。这些材料的大部份都是著者多年来在合金的半微量化学分析領域內的工作成果。

書中先是研討鋁、鎂以及鋁基、鎂基合金的分析法，然后是銅合金和金屬保护层的分析法，最后是鋼、生鉄和鎳基合金的分析法。本書內容如此排列是根据以下几点确定的：1) 鋁合金、鎂合金的微量和半微量分析方法在现代文献中介绍得很少；2) 著者在自己的研究工作中很詳細地研究了鋁合金和鎂合金的分析並拟制了分析方法；这一点不免也在本書內反映出来。銅合金与黑色合金的分析，著者給予較少的注意，而这部份材料主要是取自期刊杂志。

第三章有一小部份內容叙述了微量的定性化学反应，这是根据著者研究零件上金屬保护层及貴金屬的分析而推荐的。这些方法对完成类似第三章所述的实际問題可能有所裨益。

著者对化学科学副博士 Н. И. 勃洛克宝貴的指示和意見謹致深刻的謝意。

緒 論

近十年来在各种物料的化学分析領域內，人們注意到以更快速的微量和半微量方法代替一般常量化学分析方法。

微量法在生物学和医学上^[1,2]早已得到公認並且广泛地应用于实际中，而在有机分析上也摺棄了一般常量法^[3-6]。微量和半微量的定性和定量分析法现在广泛应用于盐类、矿物、矿石及气体分析上^[7-24]。在金屬和合金的分析方面，微量法也逐漸开始取得了地位。微量定性分析应用于快速辨别合金^[25-29]及当研究金屬結構时测定其保护层^[30-32]。半微量分析則应用于鋼及貴金屬不取鑽屑的点滴分析方面^[33-37]，也可以用在合金的定量分析上^[38-43, 45-57]。

用0.01克或更少量（至0.00001克）的試料进行测定时，一般屬於微量分析。

取樣量0.02—0.1克进行测定时則屬於半微量分析。微量法和半微量法都可以定量地测定物質至十分之几，百分之几、甚至千分之几毫克。由于现代微量分析上所用的試剂灵敏度大，就保証了使用少量原始样品分析时的精确性。

微量法和半微量法与一般常量法比較有一系列的优点。用少量样品操作就显著地減少了藥品的消耗，縮減了各种分析操作过程（如蒸发、过滤、洗滌等等）的时间。用微量和半微量分析法，可不破坏制品表面而测定其化学成份；当在原始物料很少而一般常量法不能应用的情况下，可以圓滿地完成分析。从所試驗的零件表面上或合金片上取出几滴溶液就足够进行合金的微量定性分析。此外，半微量分析使用較小尺寸的實驗室玻璃器皿，因此在工厂實驗室內进行分析操作时就只需要較小的工作台面；用半微量法操作使實驗室內有毒气体也減少了。

微量和半微量分析的特点是快速，經濟，並且准确——这是在生产条件上非常重要的。

此外，在近代极力避免使用硫化氢的分析法，且在有其他离子存在时检定一种离子而不必预先分离已成为可能。由于点滴分析法引用到分析实践上^[58-60]，应用最简单的辅助方法而不使用硫化氢已经能快速且足够准确地检出阳离子。

显微结晶分析法也可以在有其他阳离子存在时区别一种阳离子，而不需用硫化氢来分离阳离子。目前已经知道相当多的依据化合物结晶形状来检定许多阳离子的高灵敏性和特效性的反应^[13-15, 17, 19, 20, 22-24]。

定性检定合金组成部份时可以应用已知的点滴分析和显微结晶分析反应。同时最好仅选择不必预先分离其他离子就可以检出未知离子的特效性最大的反应和条件。实践证明，正由于显微结晶反应与点滴法检定元素反应的配合，并对每种情况慎重地选择某种方法就可能快速且易于进行金属与合金的定性全分析以及合金的分类，而不需要使用硫化氢以分离各种成份的复杂操作。

有色金属和黑色金属的半微量定量分析应用的方法也是尽可能在分析操作上省去分离步骤。大多数分析方法是在有其他成份存在时直接测定各个成份。

由于在分析上广泛应用了络合物和有机试剂，就可能在合金和纯金属的少量样品内测定万分之几和十万分之几的任何物质。有机试剂和金属形成的内络合物在一定条件下大部份是有特效性的。

分析化学上应用有机试剂和络合物扩展了许多元素的检出量下限（Нижние границы открытия），提高了反应的灵敏度和检出限量（Открываемый минимум）。现在几乎对每种元素都具有可能检出 10^{-7} 、 10^{-9} 克物质的反应。

使用灵敏的有机试剂及利用微量分析技术（以微量天秤，微量滴定管操作），应用少于 1.0 克的试样可以显著地简化并加速在纯金属与合金内少量杂质的测定。在最终过程时必须量出十分之几或百分之几毫克的物质绝对量，亦即以半微量法可以完全准确测出的量。

分析實驗室的一般設備對於合金與金屬的半微量定量分析完全適用，不過尺寸要小一些。特殊儀器則需要微量天秤、小尺寸的鉑電極及微量滴定管。

在本書所敘述的合金半微量定量分析法中，要求使用微量天秤的情況很少，只是在重量法最後稱量化合物時才使用。重量法，容量法以及比色法在稱取樣品0.1克時都是用普通分析天秤。這樣就擴大了在工廠實驗室應用迅速、準確而又經濟的半微量分析法的可能性。

在這本書里，關於合金中每種成份的定量測定，大多都給出單項的半微量分析法，一個成份的測定和其它成份無關，從而使以小量樣品測定的過程更簡易也更精確了。
