

金属材料

化学分析

赵 俭 宋恩烈 编著

JIN
SHI

HA
JIA

责任编辑 马静
封面设计 本忠
责任校对 依人

金属材料化学分析

赵 俭 宋恩烈

辽宁大学出版社出版 (沈阳市崇山西路3段4号)
辽宁省新华书店发行 沈阳市第九印刷厂印刷

*

开本: 787×1092 1/32 印张: 11.5 字数: 230千
1988年8月第1版 1988年8月第1次印刷

印数: 1—5,500

*

ISBN 7-5610-0373-0
Q·14 定价: 3.00元

前 言

《金属材料化学分析》是一本实用的分析化学专业书籍，也是一本化学分析工作者必备的工作手册。全书共分十章，其中包括钢铁分析、钢铁系统分析、铁合金分析、铜及铜合金分析、铝及铝合金分析、锌及锌合金分析、铅基及锡基合金分析、镁合金分析、镍及镍合金分析、分析基础、附表等内容。

书中重点介绍了金属材料常用化学分析方法的方法要点、测定范围、试剂、分析方法、工作曲线或计算、注意事项等，因此，本书又是供分析人员学习的一本参考书。

全书文字精练，通俗易懂，介绍的分析方法都是目前国内化学分析工作者常用的比较成熟的方法，并具有快速可靠、最新实用、方便掌握等特点，尤其适用于直接从事于金属材料化学分析人员使用。

本书可供机械、冶金、质检、地质、国防等部门从事化学分析人员使用，亦可供科研院所的科研人员及大专院校有关专业师生参考。

限于作者的水平，书中可能存在不少缺点或错误，尚望读者及同行批评指正。

八八年三月

目 录

第一章 钢铁分析	1
第一节 碳的测定 气体容量法	1
第二节 硫的测定 燃烧碘量法	5
第三节 硅的测定 硅钼蓝吸光光度法	8
第四节 锰的测定	13
一、高锰酸吸光光度法.....	13
二、亚砷酸钠—亚硝酸钠容量法.....	15
第五节 磷的测定	17
一、氯化亚锡还原—磷钼蓝吸光光度法.....	17
二、抗坏血酸还原—磷钼蓝吸光光度法.....	18
第六节 铬的测定	20
一、过硫酸铵氧化—亚铁容量法.....	20
二、二苯偕肼吸光光度法.....	23
第七节 镍的测定	25
一、丁二酮肟吸光光度法.....	25
二、丁二酮肟分离—EDTA容量法.....	27
第八节 铜的测定 BCO吸光光度法	30
第九节 钛的测定	33
一、变色酸吸光光度法.....	33
二、二安替比林甲烷吸光光度法.....	34
三、过氧化氢吸光光度法.....	36

第十节	钼的测定	硫氰酸盐吸光光度法	37
第十一节	钒的测定	高锰酸钾氧化—亚铁容量法	39
第十二节	铝的测定		42
	一、铬天青 S 吸光光度法		42
	二、铜试剂分离—EDTA 容量法		44
第十三节	铈的测定		46
	一、硫氰酸盐吸光光度法		46
	二、对苯二酚吸光光度法		48
	三、8-羟基喹啉重量法		50
第十四节	硼的测定	次甲基蓝—二氯乙烷萃取吸光光度法	52
第十五节	铈的测定	氯代磺酚 C 吸光光度法	55
第十六节	稀土的测定	偶氮氯膦 III 吸光光度法	58
第十七节	镁的测定	偶氮氯膦 I 吸光光度法	60
第十八节	钴的测定	亚硝基 R 盐吸光光度法	63
第十九节	铋的测定	马钱子碱—三氯甲烷萃取吸光光度法	65
第二十节	铈的测定	孔雀绿—苯萃取吸光光度法	67
第二十一节	砷的测定	碘化砷—苯萃取砷钼蓝吸光光度法	70
第二十二节	锡的测定		72
	一、茜素紫—异戊醇萃取吸光光度法		72
	二、邻苯二酚紫—十六烷基三甲基溴化铵吸光光度法		72

	度法.....	74
第二章	钢铁系统分析	77
第一节	普通钢系统分析Si Mn P Cr Ni Cu.....	77
第二节	铸铁系统分析Si Mn P Cr Mo Cu Ni Ti V.....	80
第三节	低合金钢系统分析 Cr Ni Mo Cu Mn P Ti V.....	85
第四节	不锈钢系统分析Cr Ni Ti Mo Mn P V Cu.....	92
第五节	高速钢系统分析W Cr Mo Cu V Mn Co.....	101
第三章	铁合金分析	109
第一节	锰铁中锰的测定 硝酸铵氧化容 量法.....	109
第二节	硅铁中硅的测定 氟硅酸钾容量法.....	111
第三节	铬铁中铬的测定 过硫酸铵氧化 容量法.....	113
第四节	钨铁中钨的测定.....	115
	一、硫氰酸盐吸光光度法.....	115
	二、硝酸铵重量法.....	117
第五节	钼铁中钼的测定 钼酸铅重量法.....	119
第六节	钒铁中钒的测定 过硫酸铵氧化— 亚铁容量法.....	121
第七节	钛铁中钛的测定.....	122
	一、过氧化氢吸光光度法.....	122
	二、硫酸高铁铵容量法.....	124

第八节	磷铁中磷的测定	磷钼酸铵容量法	126
第九节	铌铁中铌的测定	8-羟基喹啉重量法	128
第十节	硼铁中硼的测定	碳酸钙中和—酸 碱容量法	130
第十一节	稀土镁中间合金的测定		132
	一、硅的测定	氟硅酸钾容量法	132
	二、稀土的测定	草酸盐重量法	133
	三、钙、镁的测定	EDTA容量法	135
第四章	铜及铜合金分析		138
第一节	铜的测定		138
	一、电解法		138
	二、碘量法		140
第二节	锌的测定	EDTA容量法	142
第三节	铅的测定		144
	一、铬酸铅沉淀—亚铁容量法		144
	二、甲基百里酚兰吸光光度法		146
第四节	锡的测定		148
	一、EDTA络合滴定法		148
	二、氧化苏木精—CTMAB吸光光度法		150
	三、邻苯二酚紫—CPB吸光光度法		152
第五节	锡青铜中锡、锌、铅系统光度分析		155
第六节	铁的测定		157
	一、EDTA—过氧化氢吸光光度法		157
	二、1,10—二氮菲吸光光度法		159
第七节	锰的测定	高锰酸吸光光度法	161
第八节	磷的测定		163

一、磷钒钼黄吸光光度法	163
二、磷钒钼黄差示吸光光度法	165
第九节 硅的测定 钼蓝吸光光度法	167
第十节 铝的测定	169
一、EDTA络合滴定法	169
二、偶氮氯磷 I 吸光光度法	171
三、铬天青 S 吸光光度法	173
第十一节 镍的测定 丁二酮肟吸光光度法	175
第十二节 铍的测定 铬天青 S 吸光光度法	177
第十三节 铬的测定 二苯偕肼吸光光度法	179
第十四节 钛的测定 过氧化氢吸光光度法	181
第五章 铝及铝合金分析	183
第一节 铝的测定 EDTA容量法	183
第二节 硅的测定 钼蓝吸光光度法	185
第三节 锰的测定 高锰酸吸光光度法	187
第四节 铬的测定 二苯偕肼吸光光度法	188
第五节 铜的测定 BCO吸光光度法	190
第六节 铁的测定 硫氰酸盐吸光光度法	192
第七节 镍的测定 丁二酮肟吸光光度法	193
第八节 钛的测定 变色酸吸光光度法	195
第九节 镁的测定 偶氮氯磷 I 吸光光度法	197
第十节 锌的测定	199
一、EDTA容量法—I 法	199
二、EDTA容量法—II 法	201
第十一节 铝合金系统分析 Si Mn Cr Cu Fe Ti Ni	203

第六章 锌及锌合金分析	208
第一节 锌的测定 EDTA容量法.....	208
第二节 铝的测定.....	211
一、EDTA容量法.....	211
二、偶氮氯膦 I 吸光光度法.....	213
第三节 铜的测定 BCO 吸光光度法.....	213
第四节 镁的测定 偶氮氯膦 I 吸光光度法.....	215
第五节 铁的测定 1,10-二氮菲吸光光度法.....	217
第六节 锡的测定 邻苯二酚紫吸光光度法.....	219
第七章 铅基及锡基合金分析	222
第一节 铅的测定 EDTA容量法.....	222
第二节 锡的测定 EDTA容量法.....	224
第三节 铈的测定 溴酸钾容量法.....	226
第四节 铜的测定 铜试剂吸光光度法.....	228
第五节 铁的测定 1,10-二氮菲吸光光度法.....	231
第六节 砷的测定 砷钼蓝吸光光度法.....	233
第八章 镁合金分析	236
第一节 镁的测定 EDTA容量法.....	236
第二节 硅、铝、锰、铁、镍、铜的系统分析.....	237
一、试样溶解及母液制备.....	237
二、硅的测定 硅钼蓝吸光光度法.....	238
三、铝的测定 铝试剂吸光光度法.....	239
四、锰的测定 高锰酸吸光光度法.....	241
五、铁的测定 硫氰酸盐吸光光度法.....	242
六、镍的测定 丁二酮肟吸光光度法.....	243
七、铜的测定 铜试剂吸光光度法.....	245

第九章 镍及镍合金分析	247
第一节 镍的测定 丁二酮肟沉淀分离— EDTA容量法.....	247
第二节 铁的测定 硫氰酸盐吸光光度法.....	250
第三节 铬的测定 亚铁容量法.....	252
第四节 硅的测定 钼蓝吸光光度法.....	254
第五节 钴、锰、钼、钨、铜系统分析.....	256
一、试样溶液的制备.....	256
二、钴的测定 亚硝基R盐吸光光度法	257
三、锰的测定 高锰酸吸光光度法.....	258
四、钼的测定 硫氰酸盐吸光光度法.....	260
五、钨的测定 硫氰酸盐吸光光度法.....	262
六、铜的测定 IDTC吸光光度法	263
第六节 铝的测定 铬天青S吸光光度法.....	265
第十章 分析基础	268
第一节 分光光度分析.....	268
一、朗伯—比尔定律.....	268
二、分光光度法的灵敏度表示法.....	269
三、朗伯—比尔定律适用范围.....	270
四、标准曲线或工作曲线.....	272
五、光度分析用标准溶液.....	272
六、正确选用标准样品.....	273
七、可见光区电磁辐射的颜色和互补色.....	273
八、掩蔽剂的使用.....	274
九、缓冲溶液.....	275
十、显色剂的使用.....	276

十一、影响分光光度分析的因素及消除	277
第二节 容量分析	278
第三节 重量分析	279
第四节 分析结果的准确度	280
一、分析结果的主要误差来源	280
二、准确度与精密度	281
三、提高分析结果准确度的方法	282
四、有效数字及数据处理	283
第五节 分光光度计常见故障及其排除方法	286
一、72型分光光度计常见故障及其排除方法	286
二、721型分光光度计常见故障及其排除方法	290

附表

一、常用缓冲溶液	298
二、光度分析标准溶液的配制	299
三、容量分析用的基准物质	303
四、盐溶液的配制	305
五、金属在酸碱中的溶解性质	308
六、主要溶剂或熔剂的性质	311
七、主要溶剂的应用	313
八、主要熔剂的应用	315
九、钢铁试样的分解及溶(熔)剂的选择	317
十、金属离子的掩蔽	319
十一、阴离子和中性分子的掩蔽	324
十二、常用解蔽剂的应用	326

十三、常用酸碱指示剂.....	
十四、常用混合酸碱指示剂.....	330
十五、常用金属指示剂.....	332
十六、常用洗涤剂的配制.....	336
十七、气体容量法测定碳温度气压校正系 数表.....	337
本书说明.....	352
参考资料.....	353

第一章 钢铁分析

第一节 碳的测定

气体容量法

方法要点:

试样在高温管式炉中通氧气燃烧，生成的二氧化碳，用氢氧化钾溶液吸收，根据吸收前后体积之差，计算出碳的含量。

试剂:

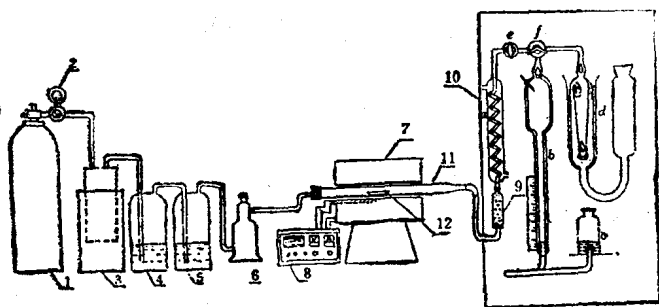
1. 硫酸（浓）。
2. 氢氧化钾溶液 40%。
3. 酸性水 取（1+1000）硫酸1000ml，加数滴0.1%甲基橙溶液，使溶液呈淡红色，混匀。
4. 助溶剂 纯铜，纯锡粉，纯铁粉等。其含碳量不得超过0.005%。

仪器设备:

缓冲桶 可控制氧气压力。

洗气瓶 两个，其中一个内盛浓硫酸，装入量约为瓶高度的三分之一，用以吸收水并破坏氧气中的有机物。另一个内盛40%氢氧化钾溶液，装入量约为瓶高度的三分之一，用以除去氧气瓶中的二氧化碳。

干燥塔 内盛无水氯化钙，两端均铺玻璃棉。



1—氧气瓶；2—氧气表；3—缓冲桶；4、5—洗气瓶；6—干燥塔；
7—管式炉；8—温度自动控制器；9—除硫管；10—容量定碳仪（包括蛇形冷凝管a、量气管b、水准瓶c、吸收器d、小活塞e、三通活塞f）；
11—瓷管；12—瓷舟

除硫管 两端装脱脂棉，中间装颗粒状二氧化锰（或粒状钒酸银）。

容量定碳仪 包括如下部件：蛇形冷凝管a 套管内装冷却水，用以冷却混合气体。量气管b 用以测量气体体积，夹层间装满水（减少外界对量气管中气体温度的影响），管的上部插有温度计，用以测量气体温度。水准瓶c 内盛酸性水，用橡皮管与b相连接，当它置于标尺零点位置时，其液面在量气管与大气相通情况下，应与标尺零点对齐，否则应增减水准瓶中的溶液使之对齐。吸收器d 内盛40%氢氧化钾溶液，用乳胶管与三通活塞f相连接。小活塞e 用乳胶管与a和f相连接，它可通过f使a和b接通，也可分别使a或b与大气相通。三通活塞f用乳胶管分别与a、b、d相连接，它可使a与b接通，也可使b与d接通。

瓷管 600×20 (内径) mm (亦可采用相近规格瓷管), 粗口端连接干燥塔伸出的胶管皮塞, 锥形口端用橡皮管与除硫管相接。

瓷舟 长88mm或接近规格, 使用前须在1000℃高温炉中灼烧1小时以上, 以便除去其中有机物质, 冷却后贮于未涂油脂的干燥器中备用。

长钩 用低碳镍铬丝制成, 用以推拉瓷舟。

水银气压计

分析方法:

将管式炉炉温升至所需温度 (低合金钢1150~1250℃, 高合金钢1300℃), 检查管路及活塞是否漏气。使小活塞e与大气相通, 量气管b充满溶液, 三通活塞f关闭, 水准瓶c置于标尺的零点位置。

称取试样 (含碳量小于1.5%称1g, 大于1.5%称0.5g) 置于瓷舟中, 加入0.2~0.5g助熔剂, 然后推入瓷管高温处, 立即用胶塞将瓷管塞紧, 预热30~60秒钟后, 转动活塞e, 接通冷凝管a和三通活塞f, 然后缓慢通氧并调整适当氧气流速, 转动三通活塞f使炉内混合气体经冷凝管a进入量气管b, 量气管内溶液匀速下降到接近标尺零点。迅速转动小活塞e, 使量气管b与大气相通。此时水准瓶及量气管内的两液面相平衡并恰好对准标尺零点。(此时停止供氧, 取下橡皮塞, 用长钩拉出瓷舟, 瓷管中放入下一个试样进行预热)。转动三通活塞f, 使量气管b与吸收器d相通, 提升水准瓶将混合气体全部压入吸收器后, 再全部返回到量气管内, 重复操作1次, 封闭量气管, 将水准瓶放回原位, 15秒钟后, 缓缓升降水准瓶, 使水准瓶内液面与量气管内液面相平衡并读取读数V。

计算：

$$C\% = \frac{K \times V}{G} \times 100$$

式中 K—温度气压校正系数（根据量气管上部的温度计指示的温度和水银气压计上指示的大气压，在书后定碳用温度气压校正表中查得）。V—被吸收的二氧化碳体积（ml）。G—试样重量（g）。

注意事项：

1. 定碳仪器应放置于室温较正常的环境中，并避免阳光直接照射。

2. 如分析含硫量高的试样，应增加除硫剂量。

3. 试样要保证无油垢及有机物，否则须用乙醇等有机溶剂清洗，烘干后再行分析。

4. 工作中应随时检查温度、压力变化，以校正定碳换算系数。

5. 根据试样不同可选用不同种类的助熔剂，一般生铁、碳钢、中低合金钢可选用纯锡或纯铜；高合金钢可选用纯锡+纯铁粉=1+1，氧化铜+纯铁粉=1+1，五氧化二钒+纯铁粉=1+1。

碳的测定允许误差

碳 (%)	允许误差 (%)	
	一 类	二 类
≤0.05	0.003	0.005
0.051~0.10	0.010	0.010
0.101~0.250	0.015	0.015
0.251~0.50	0.020	0.020
0.501~1.00	0.025	0.025
1.01~2.00	0.035	0.035
2.01~3.00	0.045	0.045
3.01~4.00	0.05	0.05
4.01以上	0.07	0.07

第二节 硫的测定

燃烧碘量法

方法要点:

试样在1250~1350℃高温氧气流中燃烧,硫被氧化成二氧化硫气体,用淀粉溶液吸收生成亚硫酸,以碘标准溶液氧化亚硫酸成硫酸,根据碘标准溶液消耗的毫升数,求得硫的百分含量。

试剂:

1. 淀粉吸收溶液 称取可溶性淀粉1g,加水少许搅成糊状,再加入少量沸水,煮沸至溶液透明,冷却,用水稀释至2000ml,加入数滴浓盐酸混匀。

2. 碘标准溶液 约0.0015M, 0.003M。