

中航工业检测及焊接人员资格鉴定与认证
系列培训教材

化 学 分 析

杨春晟 李 林 宋晓辉 主编



化学工业出版社

065
Y156

检测及焊接人员资
系列培训教材



郑州大学 *04010748245Z*

化 学 分 析

杨春晟 李 林 宋晓辉 主编



化学工业出版社

· 北 京 ·

065
Y156

图书在版编目 (CIP) 数据

化学分析/杨春晟, 李林, 宋晓辉主编. —北京: 化学工业出版社, 2012.3

中航工业检测及焊接人员资格鉴定与认证系列培训教材
ISBN 978-7-122-13211-6

I. 化… II. ①杨…②李…③宋… III. 化学分析-技术培训-教材 IV. O65

中国版本图书馆 CIP 数据核字 (2012) 第 004431 号

责任编辑: 李晓红 任惠敏
责任校对: 王素芹

文字编辑: 刘志茹
装帧设计: 关 飞

出版发行: 化学工业出版社 (北京市东城区青年湖南街 13 号 邮政编码 100011)

印 刷: 北京永鑫印刷有限责任公司

装 订: 三河市万龙印装有限公司

787mm×1092mm 1/16 印张 17 字数 415 千字 2012 年 7 月北京第 1 版第 1 次印刷

购书咨询: 010-64518888 (传真: 010-64519686) 售后服务: 010-64518899

网 址: <http://www.cip.com.cn>

凡购买本书, 如有缺损质量问题, 本社销售中心负责调换。

定 价: 48.00 元

版权所有 违者必究

编审委员会

主 任 王向阳

副主任 李 莉 李 伟 陶春虎

成 员 (以姓氏笔画为序)

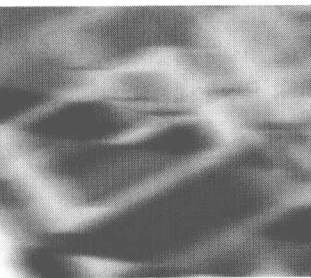
于 浩	王 斌	王向阳	尹泰伟	龙 赣
史亦韦	闫秀芬	吕 健	朱 明	刘 嘉
刘晓燕	许亚平	阮中慈	杨国腾	杨春晟
杨胜春	李 伟	李 泽	李 莉	李秀芬
肖清云	何玉怀	宋晓辉	陆 林	张田仓
张立坤	张学军	苗蓉丽	季 忠	金冬岩
胡成江	耿金凤	徐友良	郭广平	郭子静
陶春虎	黄玉光	章菊华	熊 瑛	熊华平

编审委员会秘书处

主 任 宋晓辉

成 员 马 瑞 任学冬 谢文博 李 彦 范映伟

胡春燕 钟 斌 张文扬 章菊华 缪宏博



序 言

公元前 2025 年的汉谟拉比法典，就提出了对制造有缺陷产品的工匠给予严厉的处罚，当然，在今天的以人为本的文明世界看来是不能予以实施的。即使在当时，汉谟拉比法典在总体上并没有得到真正有效地实施，其主要原因是没有用来评价产品的质量以及责任的归属的理化检测及评定的技术和方法。从公元前 2025 年到世界工业革命前，对产品质量问题处罚的重要特征是以产品质量造成的后果和负责人为对象的，而对产品制造过程和产品质量的辨识只能靠零星、分散、宏观的经验世代相传。由于理化检测和评估技术的极度落后，汉谟拉比法典并没有解决如何判别造成质量问题和失效的具体原因的问题。

近代工业革命给人类带来了巨大的物质文明，也不可避免地给人类带来了前所未有的灾难。约在 160 多年前，人们首先遇到了越来越多的蒸汽锅炉爆炸事件。在分析这些失效事故的经验教训中，英国于 1862 年建立了世界上第一个蒸汽锅炉监察局，把理化检测和失效分析作为仲裁事故的法律手段和提高产品质量的技术手段。随后在工业化国家中，对产品进行检测和分析的机构相继出现。而材料和结构的检测受到重视则是近半个世纪的事情。第二次世界大战及后来的大量事故与故障，推动了力学、无损、物理、化学和失效分析的快速发展，如断裂力学、损伤力学等新兴学科的诞生以及扫描电镜、透射电镜、无损检测、化学分析等大量的先进分析设备的应用。

毋庸置疑，产品的质量可靠性要从设计入手。但就设计而言，损伤容限设计思想的实施就需要由无损检测和设计用力学性能作为保证，产品从设计开始就应考虑结构和产品的可检性，需要大量的材料性能数据作为设计输入的重要依据。

就材料的研制而言，首先要检测材料的化学成分和微观组织是否符合材料的设计要求，性能是否达到最初的基本设想。而化学成分、组织结构与性能之间的协调关系更是研制高性能材料的基础。对于材料中可能存在的缺陷更需要无损检测的识别并通过力学损伤的研究提供判别标准。

就构件制造而言，一个复杂或大型结构需要通过焊接来实现；要求在结构设计时就对材料可焊性和工艺可实施性进行评估，使选材具有可焊性、焊接结构具有可实施性、焊接接头缺陷具有可检测性，焊接操作者具有相应的技能水平，这样才能获得性能可靠的构件。

检测和焊接技术在材料的工程应用中的作用更加重要。失效分析作为服役行为和对材料研制的反馈作用已被广泛认识，材料成熟度中也已经考虑了材料失效模式是否明确；完善的力学性能是损伤容限设计的基础，材料的可焊性、无损检测和失效模式不仅是损伤容限设计的保证，也是产品安全和可靠使用的保证。

因此，理化检测作为对材料的物理化学特性进行测量和表征的科学，焊接作为构件制造的重要方法，在现代军工产品质量控制中具有非常重要的地位和作用，是武器装备发展的重要基础技术。理化检测和焊接技术涉及的范围极其广泛，理论性与实践性并重，在军工产品

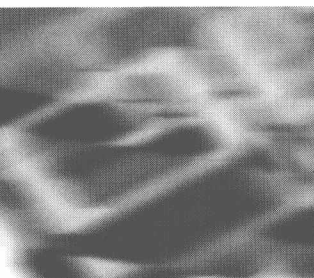
制造和质量控制中发挥着越来越重要的作用。近年来，随着国防工业的快速发展，材料和产品的复杂程度日益提高，对产品安全性的保证要求越来越严格。同时，理化检测和焊接新技术日新月异，先进的检测和焊接设备大量应用，对理化检测和焊接从业人员的知识、技能水平和实践经验都提出了更高的要求。

为贯彻《军工产品质量管理条例》和 GJB《理化试验质量控制规范》，提高理化检测及焊接人员的技术水平，加强理化实验室的科学管理和航空产品及科研质量控制，中国航空工业集团公司成立了“中国航空工业集团公司检测及焊接人员资格认证管理中心”。中心下设物理冶金、分析化学、材料力学性能、非金属材料性能、无损检测、失效分析和焊工七个专业人员资格鉴定委员会，负责组织中航工业理化检测和焊接人员的专业培训、考核与资格证的发放工作。为指导培训和考核工作的开展，中国航空工业集团公司检测及焊接人员资格认证管理中心组织有关专家编写了中航工业检测及焊接人员资格鉴定与认证系列培训教材。

这套教材由长期从事该项工作的专家结合航空工业的理化检测和焊接技术的需求和特点精心编写而成，包括了上述七个专业的培训内容。教材全面系统地体现了航空工业对各级理化检测和焊接人员的要求，力求重点突出，强调实用性而又注意保持其系统性。

这套教材的编写得到了中航工业质量安全部领导的大力支持和帮助，也得到了行业内多家单位的支持和协助，在此一并表示感谢。

中国航空工业集团公司检测及焊接人员
资格认证管理中心



前 言

航空分析化学检测是发展航空工业的重要技术基础,是确保航空产品质量,实施质量控制的重要手段和科学依据。

中航工业分析化学检测人员资格鉴定委员会(以下简称鉴委会)是“中国航空工业集团公司检测及焊接人员资格认证管理中心”下属的七个专业人员资格鉴定委员会之一,其主要任务是依据 HB5459《航空分析化学检测人员的资格鉴定》对航空分析化学人员进行技术培训和资格考核。

鉴委会成立于1989年,20多年来为中航工业培训并考核了上万名分析化学检测人员。为配合培训和考核工作的开展,鉴委会制订了化学分析、原子光谱分析和气体分析等专业的培训和考试大纲,根据考试大纲编写并出版了相关教材:1993年出版了《实用发射光谱分析》(四川科学技术出版社)和《实用化学分析》(石油工业出版社),2000年出版了《金属材料看谱分析手册》(四川大学出版社)。以上教材,在中航工业分析化学检测人员的培训工作中发挥了重要的作用。

进入21世纪以来,分析化学与微电子学、信息科学紧密结合,发展成一门多学科交叉的技术学科,新技术、新仪器、新材料、新方法层出不穷,对中航工业分析化学的检测工作提出了新的要求。因此,鉴委会根据目前培训与认证工作的需要,在原有教材的基础上,组织行业内的技术专家编写了新的教材《化学分析》,是“分析化学检测人员培训教材”之一。

化学分析是分析化学的重要基础分支学科,也是航空工业进行产品成分分析的主要检测手段之一。化学分析法是仪器分析法的基础,它的特点是准确度较高。航空材料和产品种类繁多,成分分析技术难度很大。而且,航空产品许多是在高温、高压、高速环境下使用的,对质量的要求很高。因此,化学分析人员技术水平的高低直接关系到航空产品和武器装备的可靠性。

根据航空工业对化学分析人员的要求,本书系统地介绍了化学分析的基础知识及基本操作、定量分析引论、重量分析法、酸碱滴定法、氧化还原滴定法、络合滴定法、紫外-可见分光光度法、电化学分析法以及分析误差与数据处理,并在每种分析技术中,给出了航空材料和产品成分检测工作中具有代表性的示例。

本书由杨春晟、李林、宋晓辉主编。各章作者分别为:第1章,李林;第2章,杨春晟、宋晓辉;第3、4章,冯艳秋;第5章,李林;第6章,陆林;第7章,刘众宣;第8章,陆林;第9章,徐普德、宋晓辉。

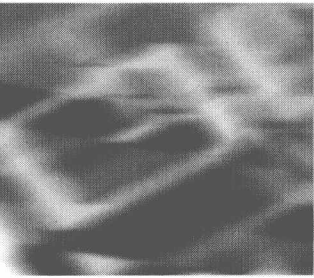
本书由北京航空材料研究院潘悦研究员主审。

本书在编写过程中,主要参考了原鉴委会教材《实用化学分析》的基本内容,同时也参考了国内外有关著作,从中得到了许多启发和帮助。另外,北京航空材料研究院的谢文博、付二红、李帆、叶晓英、蒙益林同志也参与了部分编写与审校工作,在此一并表示感谢。

本书是为中航工业化学分析Ⅱ级检测人员技术培训、考核和资格鉴定工作而编著的，也可供其他行业的分析化学工作者参考。

由于成书仓促，水平有限，书中难免有疏漏和错误之处，敬请读者批评指正。

编者



目 录

第1章 基础知识及基本操作	1
1.1 玻璃仪器	1
1.1.1 玻璃器皿的分类	1
1.1.2 玻璃器皿的洗涤	1
1.1.3 常用洗涤液的配制	3
1.1.4 玻璃器皿的使用和维护	4
1.1.5 基本玻璃量器的检定	4
1.2 其他材料的仪器	5
1.2.1 石英玻璃仪器	5
1.2.2 瓷器皿	5
1.2.3 金属器皿	6
1.2.4 塑料器皿	7
1.3 化学试剂	8
1.3.1 按化学组成分类	8
1.3.2 按用途分类	8
1.3.3 按试剂纯度分类	9
1.3.4 按化学危险品分类	9
1.3.5 化学试剂使用须知	9
1.4 标准溶液的配制与标定	10
1.4.1 配制方法	10
1.4.2 常用标准滴定溶液的制备和标定方法	10
1.4.3 常用一般缓冲溶液的制备	11
1.5 样品	12
1.5.1 金属样品制备的一般规定	12
1.5.2 金属试样的制取	13
1.5.3 槽液样品的采取	13
1.5.4 其他试样的采取与制备	13
1.6 常见试样的分解方法	14
1.6.1 溶解法	14
1.6.2 熔融法	16
1.6.3 微波消解法	17

1.6.4 其他分解法	18
1.6.5 常见金属试样分解方法举例	18
1.7 天平与称量	20
1.7.1 普通分析天平	20
1.7.2 电子天平	24
1.7.3 天平室条件的选择	25
1.8 重量分析的基本操作	25
1.8.1 沉淀的过滤与洗涤	25
1.8.2 沉淀的干燥与灼烧	27
1.9 滴定分析基本操作	28
1.9.1 滴定管及其使用方法	28
1.9.2 移液管及其使用方法	29
1.10 光度分析基本操作	30
1.10.1 试样分解	30
1.10.2 显色液酸度的保证	30
1.10.3 干扰元素的消除	30
1.10.4 各种试剂的加入	30
1.10.5 波长的自检	30
1.10.6 比色皿误差的消除	30
参考文献	30

第2章 定量分析引论 31

2.1 分析化学的任务和作用	31
2.2 分析方法分类	31
2.2.1 化学分析和仪器分析	31
2.2.2 无机分析和有机分析	32
2.2.3 定性分析、定量分析和结构分析	32
2.2.4 常量组分、微量组分和痕量组分分析	32
2.2.5 例行分析和仲裁分析	32
2.3 定量分析的基本方法和评价方法	32
2.3.1 定量分析结果的表示	32
2.3.2 定量分析基本方法	33
2.3.3 定量分析方法的评价	33
2.4 国家法定计量单位	35
2.4.1 我国法定计量单位的构成	35
2.4.2 分析化学中常用的法定计量单位	36
2.4.3 量和单位的基本知识及使用方法	38
2.5 分析化学中常用的量及其单位	39
2.5.1 物质的量	39
2.5.2 摩尔质量	40

2.5.3 摩尔体积	40
2.5.4 物质的量浓度	41
2.5.5 物质 B 的质量浓度	41
2.5.6 溶质 B 的质量摩尔浓度	41
2.5.7 物质 B 的质量分数	41
2.5.8 物质 B 的物质的量分数	42
2.5.9 物质 B 的体积分数	42
2.6 等物质的量反应规则和滴定分析计算	42
2.6.1 等物质的量反应规则的内容	43
2.6.2 等物质的量反应规则的应用	43
2.6.3 滴定分析计算实例	45
参考文献	52
第3章 重量分析法	53
3.1 概述	53
3.1.1 沉淀法	53
3.1.2 气化法	53
3.1.3 电解法	53
3.2 重量分析对沉淀的要求及沉淀剂的选择	54
3.2.1 重量分析对沉淀形式的要求	54
3.2.2 重量分析对称量形式的要求	54
3.2.3 沉淀剂的选择	55
3.3 沉淀平衡	55
3.3.1 溶解度和溶度积	55
3.3.2 影响沉淀溶解度的因素	57
3.3.3 影响沉淀溶解度的其他因素	60
3.4 沉淀的形成	61
3.4.1 晶核的生成	61
3.4.2 晶体的成长	61
3.4.3 陈化	62
3.5 沉淀的沾污	62
3.5.1 共沉淀现象	62
3.5.2 后沉淀现象	64
3.5.3 减少沉淀沾污的方法	64
3.6 沉淀重量法	65
3.6.1 沉淀条件的选择	65
3.6.2 洗涤液的选择	67
3.7 重量分析结果的计算	67
3.7.1 换算因数	67
3.7.2 重量分析结果的计算	68

3.8 应用示例	68
3.8.1 钢铁及合金钢中硅的重量法测定	69
3.8.2 铝合金中硅的重量法测定	71
第4章 酸碱滴定法	73
4.1 概述	73
4.2 水的离解平衡与离子积	74
4.2.1 水的离解平衡	74
4.2.2 水的离子积	74
4.2.3 溶液的 pH 值	74
4.3 酸碱的离解平衡和平衡常数	75
4.4 不同 pH 值溶液中酸碱存在形式及分布曲线	76
4.5 酸碱溶液 pH 值的计算	77
4.5.1 强酸或强碱溶液	77
4.5.2 一元弱酸或弱碱溶液	78
4.5.3 多元弱酸或弱碱溶液	80
4.6 缓冲溶液	82
4.6.1 缓冲溶液的特点及组成	83
4.6.2 缓冲溶液的缓冲原理	83
4.6.3 缓冲溶液的 pH 值计算	83
4.6.4 缓冲容量	84
4.6.5 常用缓冲溶液及缓冲溶液选择的原则	85
4.7 酸碱滴定终点的指示方法	85
4.7.1 指示剂法	85
4.7.2 电位法	88
4.8 酸碱滴定法的基本原理	88
4.8.1 一元酸碱的滴定	88
4.8.2 强碱滴定弱酸	91
4.8.3 强碱滴定各种强度的酸	93
4.8.4 强酸滴定弱碱	94
4.8.5 滴定误差	94
4.9 应用示例	95
第5章 氧化还原滴定法	97
5.1 氧化还原反应的基本概念	97
5.1.1 氧化、还原及氧化剂、还原剂	97
5.1.2 氧化还原滴定法中氧化还原反应必须符合的条件	97
5.2 氧化还原反应与电极电位	98
5.2.1 原电池	98
5.2.2 电极电位	99

5.3 氧化还原反应的方向	100
5.4 氧化还原反应的速率	101
5.4.1 反应物的浓度	101
5.4.2 反应温度	101
5.4.3 催化剂	102
5.4.4 诱导反应	102
5.5 氧化还原反应的平衡常数及理论终点的电极电位	103
5.5.1 氧化还原反应的平衡常数	103
5.5.2 理论终点时的电极电位	104
5.6 氧化还原滴定	105
5.6.1 氧化还原滴定曲线	105
5.6.2 氧化还原指示剂	109
5.7 氧化还原滴定法中的预处理	112
5.7.1 预氧化和预还原	112
5.7.2 有机物的去除或金属化合物的破坏	113
5.7.3 常用的氧化剂和还原剂	113
5.8 氧化还原滴定法的计算	116
5.9 氧化还原滴定法的应用	117
5.9.1 高锰酸钾法	117
5.9.2 重铬酸钾法	120
5.9.3 碘量法	122
5.9.4 其他氧化还原滴定法	125
参考文献	127

第6章 络合滴定法 128

6.1 概述	128
6.1.1 络合物的组成	128
6.1.2 简单络合物和螯合物	128
6.1.3 化学分析中常用的螯合剂类型	129
6.1.4 乙二胺四乙酸的基本性质	129
6.1.5 乙二胺四乙酸的螯合物	130
6.2 络合物的离解平衡	131
6.2.1 络合物的稳定性及其稳定常数	131
6.2.2 副反应及副反应系数	132
6.2.3 条件稳定常数 K'_{MY}	137
6.3 络合滴定的基本原理	138
6.3.1 络合滴定曲线	139
6.3.2 影响络合滴定 pM' 突跃大小的因素	141
6.4 金属指示剂	142
6.4.1 作用原理	142

6.4.2	金属指示剂应具备的条件	142
6.4.3	金属指示剂的选择	142
6.4.4	金属指示剂的封闭、僵化现象及其消除方法	143
6.4.5	常用金属指示剂	144
6.4.6	终点误差	146
6.4.7	单一金属离子准确滴定的条件	147
6.4.8	多种离子共存时准确滴定的条件	147
6.5	提高络合滴定选择性的途径	147
6.5.1	控制溶液的酸度	147
6.5.2	利用掩蔽和解蔽的方法	148
6.5.3	应用其他络合滴定剂	150
6.5.4	预先分离法	151
6.6	络合滴定的方式及应用	151
6.6.1	直接滴定	151
6.6.2	返滴定	151
6.6.3	置换滴定	151
6.6.4	间接滴定	152
6.7	应用示例	152
6.7.1	铜铁试剂分离——EDTA 容量法测定钛合金中铝含量	152
6.7.2	铝合金化铣槽液中铝含量的测定	153

第7章 紫外-可见分光光度法 155

7.1	概述	155
7.1.1	物质对光的吸收作用	155
7.1.2	吸收光谱	155
7.1.3	分光光度法的特点	155
7.2	紫外-可见分光光度法的基本原理	156
7.2.1	透射比(透光度)和吸光度	156
7.2.2	朗伯-比耳定律	156
7.2.3	摩尔吸收系数(ϵ)	156
7.2.4	朗伯-比耳定律的适用范围	157
7.3	显色反应和显色条件	158
7.3.1	对显色反应的要求	158
7.3.2	显色条件的选择	159
7.4	分光光度法分析消除干扰的方法	161
7.5	常用显色剂	162
7.5.1	偶氮类显色剂	162
7.5.2	三苯甲烷类显色剂	162
7.5.3	邻菲罗啉类显色剂	163
7.5.4	安替比林类显色剂	163

7.5.5 含肟基和亚硝基显色剂	163
7.6 工作曲线的制作及测量误差	164
7.6.1 工作曲线的制作	164
7.6.2 测量条件的选择	164
7.6.3 测量误差	165
7.7 提高紫外-可见分光光度法灵敏度的方法	166
7.7.1 三元及多元络合物的应用	166
7.7.2 萃取分光光度法	167
7.7.3 差示分光光度法	168
7.7.4 双波长分光光度法	170
7.8 常用分光光度计的结构及维护	171
7.8.1 常用分光光度计的一般结构	171
7.8.2 仪器的维护	172
7.9 应用示例	173
7.9.1 差示光度法测定高温合金中高钨含量	173
7.9.2 硅钼蓝分光光度法测定硅含量	174
7.9.3 偶氮胂Ⅲ直接光度法测定高温合金中钼含量	176
参考文献	178

第8章 电化学分析法 **179**

8.1 方法原理	179
8.1.1 原电池与电解池	179
8.1.2 能斯特方程	180
8.1.3 电极电位、电池电动势的测量和计算	181
8.2 pH值的电位测定法	182
8.2.1 指示电极和参比电极	182
8.2.2 pH值的定义和pH标准缓冲溶液	184
8.2.3 玻璃电极的膜电位及玻璃电极的特性	185
8.2.4 测定pH值的工作电池及溶液pH值的测定法	187
8.2.5 pH值的测定	188
8.3 离子选择性电极	188
8.3.1 离子选择性电极的构造和分类	188
8.3.2 离子选择性电极的选择性	189
8.3.3 离子选择性电极测定的浓度范围及准确度	190
8.3.4 离子选择性电极常用的名词术语	191
8.3.5 测定离子活度(或浓度)的方法	192
8.4 电位滴定	193
8.4.1 电位滴定原理	193
8.4.2 电极与仪器	193
8.5 电解分析法	195

8.5.1	电解分析法的基本原理	195
8.5.2	电解分析法的应用	198
8.6	电导分析法	200
8.6.1	电导分析法基本原理	201
8.6.2	溶液电导的测量	201
8.6.3	直接电导法进行水质的检验	202
8.7	应用示例	202
8.7.1	高温合金中钴量的测定——铁氰化钾电位滴定法	202
8.7.2	氟硼酸根离子选择性电极测定合金钢及高温合金中的硼	204
8.7.3	氟离子选择性电极法测定磷酸阳极化槽液中的氟含量	206
第9章	分析误差与数据处理	207
9.1	基本概念	207
9.1.1	真值	207
9.1.2	平均值	208
9.1.3	测量误差	208
9.1.4	偏差	208
9.1.5	极差	209
9.1.6	准确度和精密度	209
9.1.7	测量结果的重复性限 r	209
9.1.8	测量结果的再现性限 R	210
9.1.9	标准偏差	210
9.1.10	算术平均值的标准偏差	211
9.1.11	相对标准偏差	211
9.1.12	合并标准偏差	211
9.1.13	置信概率和显著性水平	212
9.1.14	置信界限与置信区间	212
9.2	误差分类及其性质	212
9.2.1	系统误差	212
9.2.2	随机误差	213
9.2.3	随机误差的正态分布	213
9.2.4	系统误差的检查和提高分析准确度的方法	214
9.3	有效数字及处理准则	215
9.3.1	有效数字的含义	215
9.3.2	有效数字的位数	216
9.3.3	数值修约规则	216
9.3.4	极限数值的修约	217
9.3.5	有效数字的四则运算	218
9.4	统计检验	218
9.4.1	名词术语	219

9.4.2	F 分布检验	220
9.4.3	t 分布检验	222
9.4.4	异常值的检验	225
9.4.5	平均值的置信区间	228
9.5	不确定度的评定和表示	230
9.5.1	测量不确定度的基本概念	230
9.5.2	测量不确定度与测量误差的区别与联系	231
9.5.3	不确定度的各种来源	232
9.5.4	不确定度的评定步骤	233
9.5.5	不确定度评定应用示例——二安替比林甲烷分光光度法测定高温合金中钛含量结果的不确定度评定	234
参考文献		239
附录		240
I	F 分布临界值表	240
II	对 $\nu=n-1$, 比值 $\frac{t_{(1-\alpha)/2, \nu}}{\sqrt{n}}$ 的数值	241
III	格拉布斯检验法的临界值表	241
IV	狄克逊检验法的临界值表	243
V	双侧狄克逊检验法的临界值表	243
VI	t 分布的分位数	244
VII	酸、碱的离解常数	244
VIII	络合物的稳定常数	247
IX	一些金属离子的 $\lg \alpha_{M(OH)_n}$ 值	248
X	难溶化合物的溶度积常数 (18~25℃)	248
XI	标准电极电位	251
XII	条件电极电位	252
XIII	相对原子质量表 (1985)	253