

主编 吴 诚

JINSHU CAILIAO HUAXUE FENXI 300 WEN

# 金属材料化学分析

# 300 问

上海交通大学出版社

# 金属材料化学分析 300 问

主 编 吴 诚  
副主编 沈 虹 倪雪飞  
主 审 方禹之

上海交通大学出版社

## 内 容 提 要

本书以问答形式系统阐述了金属材料化学分析的基本原理和分析技术,着重介绍了碳、硫、锰、硅、磷、镍、铬、钼、铜、钒等元素含量的测定方法。本书深入浅出,理论联系实际,突出实用性、可操作性。本书可作为从事金属材料化学分析的工程技术人员的参考书和职业院校化学专业学生的专业辅助读物。

### 图书在版编目(CIP)数据

金属材料化学分析 300 问 / 吴诚主编. - 上海: 上海交通大学出版社, 2003

ISBN 7-313-03427-X

I. 金... II. 吴... 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 (2003) 第 054223 号

### 金属材料化学分析 300 问

吴 诚 主 编

上海交通大学出版社出版发行

(上海市番禺路 877 号 邮政编码 200030)

电话: 64071208 出版人: 张天蔚

太仓市印刷厂有限公司印刷 全国新华书店经销

开本: 850mm×1168mm 1/32 印张: 11.5 字数: 296 千字

2003 年 10 月第 1 版 2003 年 10 月第 1 次印刷

印数: 1—5 050

ISBN 7-313-03427-X/TG·051 定价: 21.00 元

---

版权所有 侵权必究

## 序

材料是确保机械产品质量的关键要素,而测试技术又是保证机械产品内在质量的重要手段,是开发研究新材料、新工艺、新产品的关键技术,是企业保持活力和进入市场竞争的基础和保证,对引进技术的消化提高、外贸商检等也十分重要,这早为人们所认识。在进入了 21 世纪的今天,它在整个生产环节中的地位将更为重要,对它的要求也将更高。

材料的分析测试工作,具有内容涉及面广、分析对象覆盖面宽、分析要求高等特点。因此,测试时需要采用多种方法,诸如化学分析法、原子发射光谱法、原子吸收光谱法、分子吸收光谱法、X-射线荧光光谱法等。作为一个分析工作者,若没有很好地掌握分析化学的各种技术,就不可能得到正确的分析结果。但广大分析工作者在采用某一种分析方法时,又常常会遇到一些技术上的疑问,或经常因得不到正确的结果而感到困惑。而目前所出版的著作中,尚缺少能针对性地解答有关疑问的专著。

最近,吴诚教授等几位长期从事材料分析的专家合作编写了《金属材料化学分析 300 问》一书。本人应邀对该书审稿,因此有机会对书稿得以先睹。该书内容丰富,覆盖面广,文字通顺,阐述清楚,针对性强,深入浅出,读后受益匪浅。该书以测定元素为单元分章,以元素的性质、元素的存在、元素与金属材料以及元素的测定方法为主线,针对常用的分析方法中可能出现的现象或可能引起的疑问,以问答的形式作出解释。吴诚教授长期从事金属材料分析的研究工作,在国内外深有影响。该书不仅有对方法原理的阐述,同时还蕴藏着 he 积 50 年从事材料分析工作的经验体会,很有实用价值。本书的出版必将受到广大材料分析工作者的欢迎。特志数语,衷心祝贺《金属材料化学化分析 300 问》一书的出

版。本书的出版必将使广大分析工作者的渴求得到满足。

华东师范大学  
教授,博士生导师  
方禹之  
2002年12日

# 前 言

金属材料的化学成分分析是评价材料质量的重要途径。目前主要采用国内外标准方法和许多日常分析的实用方法对金属材料的组分进行测定。在这些方法的使用中,分析人员经常遇到一些困难,诸如在分析中出现的一些异常现象以及对一些操作或规定所涉及的原理问题等。在一些专业书刊上,对上述问题尚不易找到针对性较强的解答。因此,往往容易导致分析工作的失误,甚至在生产的质量控制中或在金属材料的使用和流通中对质量的评定产生影响。有鉴于此,在中国机械工程学会理化检验分会曹基文、贺大钝、吴毅等教授及高级工程师的倡议下,我们以联系实际、针对问题、深入浅出、简单扼要为原则编写了《金属材料化学分析 300 问》一书。全书选定十种常规的元素的分析为内容,即碳、硫、锰、硅、磷、镍、铬、钒、钼和铜的测定方法中有关的问题进行编写。分析的材料主要涉及钢铁及非铁金属合金。内容编排以元素分章通过问答形式对有关测定方法中可能遇到的疑问作出解释。

本书的编写和出版得到中国机械工程学会理化检验分会、上海材料研究所、原国营无锡市高速分析仪器厂、《理化检验》杂志社和上海交通大学出版社的关心和大力支持。华东师范大学教授、著名分析化学家方禹之先生在百忙中为本书审稿并作序,对书稿提出了许多宝贵意见。安徽大学教授、著名分析化学家赵祥大先生为本书的出版给予了很多帮助,在此一并表示衷心感谢。

参加本书编写的有包大杰高级工程师(第 1 章)、唐诗雄高级工程师(第 2 章)、吴诚教授(第 3 章、第 4 章)、马冲先教授(第 6 章、第 10 章)、沈虹高级工程师(第 5 章、第 9 章)及鄢国强教授(第 7 章、第 8 章)。吴诚教授、沈虹和倪雪飞两位高级工程师对全书

进行了补充和审定。李玉青、陈珺君、陈光凤和陆凤萍等工程师在资料整理及书稿校核等方面做了大量有益的工作。

由于我们对编写此类专著缺乏经验,有些问题的解答不尽如人意,只是以个人经验为依据,不足或错误之处在所难免,希望读者同行指正。

编者

2003年3月于上海

# 目 录

第 1 章 碳的测定 .....	(1)
1 概述 .....	(1)
1.1 碳的性质 .....	(1)
1.2 碳的存在 .....	(1)
1.3 碳和金属及其他无机材料 .....	(1)
1.4 金属材料中碳的测定 .....	(2)
2 有关碳测定的问题 .....	(3)
2.1 何谓钢铁中的全碳量(总碳量)和游离碳? .....	(3)
2.2 钢铁中总碳量的测定有哪些常用方法? .....	(3)
2.3 在测定钢铁及合金中的碳时,对取样有什么要求? .....	(5)
2.4 用燃烧法测定钢铁中碳时,对所用的氧气为什么要净化? .....	(6)
2.5 用燃烧法测定钢铁中碳时,所用瓷舟或坩埚为什么要经过高温灼烧预处理? .....	(7)
2.6 用燃烧法测定钢铁中碳时,对助熔剂有何要求? .....	(7)
2.7 在燃烧法测定碳的气路中,对放置在除尘管中的过滤棉有什么要求? .....	(11)
2.8 怎样合理使用燃烧炉瓷管? .....	(12)
2.9 对气体容量法定碳仪的气密性有何要求? .....	(12)
2.10 气体容量法定碳仪的量气管刻度是怎样确定的? .....	(12)
2.11 如何理解“不等压”气体容量法测定碳? 不等压读数标尺如何刻制? .....	(13)
2.12 用燃烧法测定钢铁中碳时,在所得的混合气体中	



- 检测二氧化碳之前为什么要先进行除硫? ..... (15)
2. 13 用气体容量法测定碳时,如何掌握试样燃烧时的氧气流量? ..... (16)
2. 14 用气体容量法测定钢铁中碳时,所用的氢氧化钾吸收液的浓度对测定有何影响? ..... (16)
2. 15 用气体容量法测定碳时,计算结果所用校正系数是如何确定的? ..... (17)
2. 16 用水银大气压力计所测量的大气压值为什么还需要进行校正? ..... (18)
2. 17 用气体容量法测定钢铁中碳时,为什么要经常检测温度和大气压力? ..... (19)
2. 18 用气体容量法测定碳时,含有二氧化碳的混合气体、冷凝管内的液体以及吸收器内的氢氧化钾溶液这三者的温度为什么要求一致? ..... (20)
2. 19 用气体容量法测定碳时,在测量吸收操作时,为什么量气管中液位的零点平衡和测量平衡应控制一致? ..... (22)
2. 20 如何克服用气体容量法测定碳时量气管与吸收器之间的管道中残留气体的影响? ..... (22)
2. 21 为什么在分析高含碳量的试样后,仪器不宜立即进行低含碳量试样的分析? ..... (22)
2. 22 在钢铁及合金试样中碳、硫联合测定时,为什么测得的碳量往往偏低? ..... (23)
2. 23 气体容量法能否适用于测定质量分数 $\geq 2\%$ 的高含量碳? ..... (23)
2. 24 用气体容量法测定碳时,硫的干扰如何消除? ... (24)
2. 25 为什么不能用在纯水介质中吸收  $\text{CO}_2$  的方法来完成钢铁中碳的酸碱滴定,却可以在某些有机溶剂介质(非水溶液)中直接进行碳的酸碱滴

- 定? ..... (24)
- 2.26 用非水滴定法测定钢铁中碳时,常用哪些有机溶剂? 它们的作用是什么? ..... (26)
- 2.27 用非水滴定法测定钢铁中碳时,非水溶液的稳定性如何? ..... (28)
- 2.28 用非水滴定测碳的方法对各类金属试样的适用性如何? ..... (28)
- 2.29 用非水滴定法测定钢铁中碳时,如何控制氧气流量? ..... (29)
- 2.30 用非水滴定法测定钢铁中碳时,为什么硫有严重干扰? ..... (29)
- 2.31 用非水滴定法测定钢铁中碳时,如何掌握滴定速度? ..... (29)
- 2.32 电弧燃烧炉、高频感应加热燃烧炉和电阻加热燃烧炉作为测定碳的加热燃烧设备,有何不同之处? 各有什么优缺点? ..... (31)
- 2.33 采用电弧加热炉进行碳的测定时,对助熔剂有何特殊要求? ..... (35)
- 2.34 电导法测碳有何特点? ..... (37)
- 2.35 红外吸收法测定碳(硫)的原理是什么? ..... (38)
- 2.36 纯钨有很高的熔点,为什么钨粒可用作高频炉加热燃烧时的助熔剂? ..... (40)
- 2.37 高频感应燃烧炉为什么能使金属试样迅速升温? ..... (40)
- 2.38 库仑法测定金属材料中的碳含量是根据什么原理? 它有哪些应用实例? ..... (41)

## 第2章 硫的测定 ..... (43)

### 1 概述 ..... (43)

1.1	硫的性质 .....	(43)
1.2	硫的存在 .....	(43)
1.3	硫和金属及无机材料 .....	(44)
1.4	金属材料中硫的测定 .....	(45)
2	关于硫测定的问题 .....	(45)
2.1	硫在钢铁中的影响和作用如何? .....	(45)
2.2	钢铁中硫含量的测定有哪些常用方法? .....	(46)
2.3	为什么用燃烧-碘量法测定钢铁中硫时,其结果不能 用理论值计算? .....	(47)
2.4	为什么用燃烧-碘量法测定钢铁中硫时,要严格控 制燃烧温度? .....	(48)
2.5	用燃烧-碘量法测定钢铁中硫,应选用哪种助熔剂 为好? .....	(48)
2.6	用燃烧-碘量法测定钢铁中硫时对助熔剂的加入 量有什么规定? .....	(49)
2.7	用管式炉燃烧-碘量法测定钢铁中硫时如何掌握 氧气流量? .....	(49)
2.8	用管式炉燃烧-碘量法测定钢铁中硫时如何控制 试样的预热时间? .....	(50)
2.9	用管式炉燃烧-碘量法测定钢铁中硫时,为什么 要在燃烧舟上加盖? .....	(50)
2.10	燃烧-碘量法测定钢铁中硫,可用碘标准溶液或 碘酸钾标准溶液滴定。两者有何不同? .....	(51)
2.11	用燃烧-碘量法测定钢铁中硫时,对淀粉吸收液 有何要求? .....	(51)
2.12	为什么用试剂级可溶性淀粉作指示剂时,滴定 终点有泛红现象? .....	(53)
2.13	用燃烧-碘量法测定钢铁中硫时,如何防止二氧 化硫“逸出”? .....	(53)

- 2.14 采用电弧炉作加热炉时,用目前常用的添加剂(助熔剂)为什么效果欠佳? ..... (54)
- 2.15 采用电弧炉加热燃烧时,所用复合添加剂是怎样对试样产生助熔作用的? ..... (54)
- 2.16 用燃烧-中和滴定法测定钢铁中硫有哪些优点? ..... (56)
- 2.17 燃烧-中和滴定法测硫一般用什么指示剂指示滴定终点? ..... (56)
- 2.18 燃烧-中和滴定法测硫时,如何避免碳的干扰? ..... (56)
- 2.19 燃烧-中和滴定法所用氢氧化钠标准溶液不易储存,有否其他可代用的试剂? ..... (57)
- 2.20 用燃烧法测定钢铁中硫时,怎样正确选择标准样品? ..... (57)
- 2.21 为提高燃烧法测定硫的准确度,操作中应注意哪些要点? ..... (58)
- 2.22 为什么说高频感应炉加热是目前碳、硫分析中较理想的加热设备? ..... (58)
- 2.23 用红外吸收光谱法测定钢铁中微量碳、硫应注意哪些问题? ..... (59)
- 2.24 什么是系统空白值? ..... (59)
- 2.25 用红外吸收光谱法测定钢铁中微量碳、硫时,坩埚应如何处理? ..... (59)
- 2.26 用红外吸收光谱法测定钢铁中微量碳、硫时,助熔剂应如何处理? ..... (60)
- 2.27 用红外吸收光谱法测定钢铁中微量碳、硫时,对氧气有什么要求? ..... (61)
- 2.28 用红外吸收光谱法测定钢铁中微量碳、硫时,如何正确测定空白值? ..... (62)

- 2.29 用红外吸收光谱法测定钢铁中微量碳、硫时,怎样进行仪器校准? ..... (63)
- 2.30 用红外吸收光谱法测定钢铁中微量碳、硫时,为什么对测试环境有一定要求? ..... (63)
- 2.31 用燃烧-电导法测定钢铁中硫时,为什么可以用高碘酸钾溶液作为吸收液? ..... (64)
- 2.32 对配制电导法测硫(或碳)的吸收液所用纯水有什么要求? ..... (64)
- 2.33 为什么采用 TH-100 添加剂助熔可实现用燃烧-电导法在 65s 内完成玻璃、水泥等材料中  $\text{SO}_3$  的测定? ..... (64)
- 2.34 用硫酸钡重量法测定钢铁中硫时应如何掌握沉淀条件? ..... (66)
- 2.35 硫酸钡重量法测定钢铁中硫有哪些主要误差来源? ..... (66)
- 2.36 硫酸钡沉淀过程中的正、负误差能否互相抵偿? ..... (67)
- 2.37 为什么用硫酸钡重量法测定钢铁中低含量硫时,对负误差可给予校正? ..... (67)
- 2.38 用硫酸钡沉淀重量法测定钢铁中硫时,为什么要使  $\text{SO}_4^{2-}$  与其他共存离子分离? ..... (68)
- 2.39 将钢铁试样中的硫转化为可分离的硫化氢的测定方法有什么优点? ..... (68)
- 2.40 在使试样中的硫(已氧化至  $\text{SO}_4^{2-}$  状态)还原为  $\text{H}_2\text{S}$  的操作中应注意哪些问题? ..... (69)
- 2.41 用亚甲蓝合成光度法测定硫是以什么反应为基础? 操作时应注意什么? ..... (70)
- 2.42 测定还原所得的  $\text{H}_2\text{S}$ , 有没有更简易的光度测定法? ..... (70)

2.43	硫化氢蒸馏-电位滴定法测定钢铁中硫的操作要点是什么? .....	(70)
2.44	用硫化氢蒸馏-电位滴定法测定硫时,在操作中应注意哪些关键问题? .....	(71)
<b>第3章 锰的测定</b> .....		(73)
1	概述 .....	(73)
1.1	锰的性质 .....	(73)
1.2	锰的存在和冶炼 .....	(74)
1.3	锰与金属材料及矿物 .....	(74)
1.4	常用的锰的测定方法 .....	(75)
2	关于锰测定的问题 .....	(76)
2.1	为什么锰(II)的过硫酸铵氧化光度测定法至今仍被广泛应用? .....	(76)
2.2	过硫酸铵氧化锰(II)至锰(VII)反应的酸度要求如何? 反应宜在何种酸的介质中进行? .....	(76)
2.3	为什么在用过硫酸铵氧化光度法测锰时,硝酸银的加入量在新改进的方法中有很大改变? .....	(77)
2.4	氧化锰(II)至锰(VII)应加入多少过硫酸铵? ...	(78)
2.5	用过硫酸铵氧化锰时,加热显色及室温显色的反应时间应如何掌握? .....	(78)
2.6	按《金属材料化学分析方法(第二分册)》第197~198页所述方法测定铝合金中锰时,为什么会 出现偏低及色泽不稳定的现象? .....	(78)
2.7	$KIO_4$ 氧化 $Mn(II)$ 至 $Mn(VII)$ 时,为什么可以不加催化剂硝酸银? .....	(79)
2.8	高碘酸盐氧化法的适宜酸度是多少? .....	(80)
2.9	氧化 $Mn(II)$ 时高碘酸盐的加入量应为多少? .....	(80)
2.10	用高碘酸盐氧化时反应完全所需的时间如何掌	

- 握? ..... (81)
2. 11 过硫酸铵氧化法与高碘酸钾(或钠)氧化法相比,究竟哪种方法好?(均指加热显色的条件) ..... (81)
2. 12 高锰酸盐光度法可否用于高含量锰的测定? ..... (81)
2. 13 用高锰酸盐光度法测定锰时,应用什么溶液作参比溶液读测显色溶液的吸光度? ..... (83)
2. 14 用亚硝酸钠消退  $\text{MnO}_4^-$  色泽时,会不会使  $\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-}$  也褪色? ..... (84)
2. 15 为什么  $\text{MnO}_4^-$  呈紫红色? ..... (85)
2. 16 测定金属材料中低含量锰用什么方法较好? ..... (85)
2. 17 过硫酸铵氧化-亚砷酸钠-亚硝酸钠滴定法测定锰的方法有何优点? ..... (86)
2. 18 过硫酸铵对二价锰氧化至七价的条件在光度法和滴定法两者间有何区别? ..... (87)
2. 19 用亚砷酸钠-亚硝酸钠滴定剂滴定  $\text{MnO}_4^-$  时,可否按化学计量进行结果计算? ..... (88)
2. 20 在用亚砷酸钠-亚硝酸钠滴定剂滴定前,为什么要加入氯化钠或盐酸? ..... (88)
2. 21 用亚砷酸钠-亚硝酸钠滴定剂滴定时,对滴定速度有何要求? ..... (88)
2. 22 用亚砷酸钠-亚硝酸钠滴定剂滴定  $\text{MnO}_4^-$  时,铬(VI)不引起干扰,为什么有些方法中要求分离铬? ..... (89)
2. 23 硝酸铵氧化-三价锰滴定法有何突出优点? ..... (89)
2. 24 硝酸铵氧化法的关键何在? ..... (89)
2. 25 可否用高氯酸代替硝酸铵作氧化剂? ..... (91)
2. 26 三价锰滴定法有哪些干扰? ..... (91)
2. 27 为什么要对滴定时加入的指示剂作出校正? ... (91)

2.28	是否已经找到在三价锰滴定中毋需作校正的氧化还原指示剂? .....	(94)
<b>第4章</b>	<b>硅的测定</b> .....	(96)
1	概述 .....	(96)
1.1	硅的性质 .....	(96)
1.2	硅的存在 .....	(97)
1.3	硅与金属与非金属材料 .....	(97)
1.4	硅的测定方法 .....	(98)
2	关于硅测定的问题 .....	(99)
2.1	用光度法测定钢铁及合金中硅时,为什么要控制溶样酸的加入量? .....	(99)
2.2	形成钼硅杂多酸的适宜酸度条件是怎样的? ...	(100)
2.3	用光度法测定钢铁及合金中硅时,对取样量和溶样酸的浓度有何要求? .....	(102)
2.4	在什么情况下,溶解合金试样可加入少量氢氟酸助溶? .....	(102)
2.5	用氢氟酸作溶解酸或作为助溶酸时,在加热溶样过程中是否会引起硅以 $\text{SiF}_4$ 状态蒸失? .....	(103)
2.6	钼硅杂多酸的结构是怎样的? .....	(104)
2.7	用光度法测定硅时,钼酸铵溶液的加入量应如何掌握? .....	(104)
2.8	用光度法测定硅的方法中加入草酸的作用是什么? 其适宜的加入量是多少? .....	(105)
2.9	钼硅杂多酸的还原产物是什么? .....	(106)
2.10	在用钼硅蓝光度法测定硅时,温度对钼硅杂多酸的形成为何规律可循? .....	(107)
2.11	可否利用钼硅杂多酸本身的黄色进行硅的光度测定? .....	(108)



- 2.12 为什么在测定低含量硅时不能在玻璃器皿中溶样? ..... (109)
- 2.13 用钼蓝光度法测定硅,绘制检量线时,为什么要加入基体元素打底?如基体元素本身含硅,怎么办? ..... (109)
- 2.14 为什么在测定某些非铁金属材料中硅时要采用溶剂萃取法? ..... (111)
- 2.15 重量法测定硅时对溶解试样有何要求? ..... (111)
- 2.16 经过脱水所得的硅酸沉淀在过滤之前是否要放置一段时间使沉淀陈化? ..... (112)
- 2.17 用重量法测硅时用什么酸脱水较好? ..... (113)
- 2.18 如何解决硅酸脱水不完全的问题? ..... (114)
- 2.19 用重量法测定硅时有哪些元素干扰测定?如何消除其干扰? ..... (115)
- 2.20 用酸碱滴定法测定水玻璃中二氧化硅含量时有偏高的情况,为什么? ..... (117)
- 2.21 用氟硅酸钾滴定法测定硅或二氧化硅成功的关键何在? ..... (118)

**第5章 磷的测定** ..... (119)

- 1 概述 ..... (119)
  - 1.1 磷的性质 ..... (119)
  - 1.2 磷的存在 ..... (121)
  - 1.3 磷与金属材料 ..... (121)
  - 1.4 磷的测定方法 ..... (122)
- 2 有关磷测定的问题 ..... (122)
  - 2.1 金属材料中测定磷的方法有哪些? ..... (122)
  - 2.2 测定磷时,为什么所用的玻璃器皿必须专用? ... (123)
  - 2.3 为什么测定钢铁中磷时,必须用氧化性酸溶解试