

合金化学分析方法

苏工业学院图书馆
藏书章

新都机械厂理化科

毛 主 席 语 录

在生产斗争和科学实验范围内，人类总是不断发展的，自然界也总是不断发展的，永远不会停止在一个水平上。因此，人类总得不断地总结经验，有所发现，有所发明，有所创造，有所前进。

中国人民有志气，有能力，一定要在不远的将来，赶上和超过世界先进水平。

抓革命、促生产、促工作、促战备。

前 言

以英明领袖华主席为首的党中央，一举粉碎了“四人帮”反党集团，为我们扫清了继续革命挽起袖子大干社会主义的绊脚石。一个高举毛主席的伟大旗帜，坚决贯彻华主席“抓纲治国”的战略决策，向四个现代化进军的伟大群众运动正在迅猛兴起，我国的社会主义革命和建设进入了一个新阶段，国民经济出现了新跃进局面。

遵照毛主席关于“要认真总结经验”的教导，根据我厂多年来生产实践和兄弟单位的经验并参考了有关技术资料，经过反复实验、使用，最后审编成本册。

《合金化学分析方法》主要针对我厂使用的金属材料的化学分析，其中包括高温合金（铁、镍为基体的合金）、铝合金、镁合金及铜合金中诸元素的分析方法。

由于我们经验、水平所限，难免有缺点和错误，恳切希望同志们给予批评指正。

编写组

1977年10月

一 般 规 定

1. 分析所用试剂，除特别注明者外，均为“分析纯”。
2. 试剂配制及分析步骤所用的水，均为离子交换水或蒸馏水。
3. 方法中所载之溶液，如未指明溶剂者，均为水溶液。
4. 方法中稀释溶液体积时，除特殊指明者外，一律都用水稀释。
5. 各种溶液浓度的表示：

(1) 用“%”号表示的浓度，系指100毫升溶液中含有溶质的克数。如“氯化钠(10%)”，即100毫升溶液中含有氯化钠10克。

(2) “1:2”、“1:9”、“2:98”等等，系指酸或某种液体试剂的体积与水的体积之比。例如“盐酸(1:2)”表示1体积盐酸与2体积水之比。

(3) 方法中未指明浓度的试剂，如盐酸、硝酸、硫酸、高氯酸及氨水等，系指盐酸(比重1.19)、硝酸、(比重1.42)、硫酸(比重1.84)、高氯酸(70%)及氨水(比重0.90)。

6. 方法中关于称取试样与标准试剂的准确度一般均在 ± 0.0001 克(称取低含量元素如C、S、P、Ce、B等要求准确度达到 ± 0.001 克)。

7. 配制标准离子溶液，要求纯金属含量在99.95%以上。

I. 高温合金的化学分析

目 录

I、高温合金的化学分析

一、碳的测定	
半自动气体容量法·····	(1)
二、硫的测定	
气体燃烧碘量法·····	(4)
三、磷的测定	
(一) 钼蓝乙醚萃取目视比色法·····	(6)
(二) 乙醚萃取—钼蓝比色法·····	(9)
四、锰的测定	
(一) 过碘酸盐比色法·····	(12)
(二) 氧化锌分离—过硫酸铵容量法·····	(13)
(三) 硫酸亚铁容量法·····	(15)
五、铬的测定	
过硫酸铵—银盐法·····	(18)
六、钒的测定	
(一) 硫酸亚铁铵容量法·····	(20)
(二) 钽试剂—三氯甲烷萃取比色法·····	(23)
七、钨的测定	
(一) 辛可宁重量法·····	(25)
(二) 硫氰酸盐比色法·····	(29)

八、钼的测定

- (一) 硫氰酸盐比色法..... (31)
- (二) 硫氰酸盐—萃取比色法..... (34)
- (三) 安息香肟重量法..... (35)

九、硅的测定

- (一) 高氯酸脱水重量法..... (39)
- (二) 钼蓝比色法..... (41)
- (三) 氢氟酸络合—钼蓝比色法..... (42)

十、铝的测定

- (一) 铜试剂分离—E D T A 容量法..... (44)
- (二) 铜铁试剂、铜试剂分离—E D T A 容量法..... (46)
- (三) 六次甲基四胺—E D T A 容量法..... (49)
- (四) 铬天菁 S 比色法..... (52)

十一、钛的测定

- (一) 二安替比林甲烷比色法..... (54)
- (二) 氨水分离—过氧化氢比色法..... (56)

十二、钴的测定

- (一) 亚硝基 R 盐比色法..... (59)
- (二) 铁氰化钾电位滴定法..... (61)
- (三) 1—亚硝基 2—萘酚—苯萃取比色法..... (64)

十三、镍的测定

- (一) 丁二肟比色法..... (66)
- (二) 丁二肟重量法..... (68)
- (三) E D T A 容量法..... (71)

十四、铜的测定

- (一) 铜试剂—三氯甲烷萃取比色法..... (73)
- (二) 双环己酮草酰二脲 (BCO) 比色法..... (75)

十五、铁的测定

- (一) 邻菲罗啉比色法…………… (77)
- (二) 重铬酸钾容量法…………… (79)

十六、铌的测定

- (一) P A R直接比色法…………… (82)
- (二) 分离后 P A R比色法…………… (83)
- (三) 氯代磺酚 C直接比色法…………… (86)

十七、锆的测定

- (一) 钼试剂苯萃取—偶氮胂Ⅲ比色法…………… (88)
- (二) 偶氮胂Ⅲ直接比色法…………… (91)

十八、硼的测定

- (一) 次甲基蓝—萃取比色法…………… (93)
- (二) 次甲基蓝—萃取比色法 (含铌、
钼合金) …………… (96)

十九、稀土总量的测定

- (一) 氟化物沉淀—偶氮胂Ⅲ比色法…………… (98)
- (二) PMBP萃取—偶氮胂Ⅲ比色法 …………… (101)

二十、铈的测定

- (一) 邻甲联苯胺比色法 …………… (104)
- (二) 溴酸钾氧化偶氮胂Ⅲ比色法 …………… (107)

二十一、钽的测定

- (一) 孔雀绿比色法 …………… (111)
- (二) 铈试剂分离焦性没食子酸比色法…………… (114)

二十二、氮的测定

- (一) 酸碱容量法 …………… (117)
- (二) 奈氏试剂比色法 …………… (119)

II 铝合金的化学分析

一、硅的测定

(一) 重量法 (121)

(二) 钼蓝比色法 (122)

二、锰的测定

(一) 容量法 (124)

(二) 高锰酸 比色法..... (126)

三、铜的测定

(一) 电解法 (127)

(二) 碘量法 (129)

(三) 双环已 酮草酰二脲比色法..... (130)

(四) 萃取比色法 (132)

四、锌的测定

(一) 硫化氢沉淀容量法 (134)

(二) EDTA容量法 (138)

(三) 极谱法 (140)

(四) 正三辛胺萃取分离容量法 (142)

五、镍的测定

(一) 重量法 (145)

(二) EDTA容量法 (147)

(三) 丁二肟比色法 (149)

(四) 丁二肟萃取比色法 (150)

(五) α -联糠偶酰二肟—萃取比色法..... (152)

六、镁的测定

(一) 铜试剂分离—E D T A容量法..... (154)

(二) 铬变酸 2R 比色法 (156)

七、铁的测定	
(一) 邻菲罗啉比色法	(159)
(二) 容量法	(161)
八、铍的测定	
铍试剂Ⅱ比色法	(162)
九、铬的测定	
(一) 硫酸亚铁容量法	(164)
(二) 二苯卡巴肼比色法	(166)
十、钒的测定	
(一) 容量法	(168)
(二) 钼试剂—萃取比色法	(170)
十一、锆的测定	
(一) EDTA容量法	(172)
(二) 槲皮素比色法	(178)
十二、稀土总量的测定	
(一) 偶氮胂Ⅲ直接比色法	(180)
(二) PMBP萃取—偶氮胂Ⅲ比色法	(183)
十三、钛的测定	
(一) 二安替比林甲烷比色法	(185)
(二) 过氧化氢比色法	(187)
十四、锡的测定	
(一) 碘量法	(188)
(二) 茜素紫—萃取比色法	(190)
十五、硼的测定	
洋红比色法	(192)
十六、镉的测定	
极谱法	(193)

Ⅲ、镁合金的化学分析

一、锰的测定

- (一) 亚砷酸盐容量法 (196)
- (二) 过碘酸钾比色法 (199)

二、锌的测定

- (一) 硫化氢沉淀分离法 (200)
- (二) 极谱测定法 (203)
- (三) 正三辛胺萃取络合滴定 (204)
- (四) 正三辛胺萃取—二甲酚橙比色法 (207)

三、铝的测定

- (一) 铬天菁 S 比色法 (209)
- (二) EDTA 容量法 (212)

四、硅的测定

- 钼蓝比色法 (214)

五、铁的测定

- 邻菲罗啉比色法 (216)

六、铜的测定

- 铜试剂—萃取比色法 (217)

七、镍的测定

- (一) 三氯甲烷萃取比色法 (219)
- (二) α -联糠偶酰二肼比色法 (221)

八、铍的测定

- (一) 萃取比色法 (222)
- (二) 铍试剂Ⅱ比色法 (225)

九、稀土总量的测定

- (一) 偶氮胂Ⅲ比色法 (227)

(二) 锆、稀土的连续测定—EDTA容量法·····	(230)
(三) 草酸盐重量法·····	(234)
十、锆的测定	
(一) 槲皮素比色法·····	(236)
(二) EDTA容量法·····	(238)
十一、钙的测定	
(一) EDTA容量法·····	(240)
(二) 火焰光度法·····	(242)
十二、镉的测定	
极谱法·····	(243)
十三、银的测定	
硫氰酸铵容量法·····	(246)

IV、铜及铜合金的化学分析

第一部分 纯 铜

铜的测定·····	(247)
-----------	-------

第二部分 黄 铜

一、铜的测定	
(一) 电解法·····	(250)
(二) 碘量法·····	(252)
二、铅的测定	
(一) 电解法·····	(253)
(二) 容量法·····	(254)
(三) 双硫脲萃取比色法·····	(256)
三、铁的测定	

(一) 容量法	(258)
(二) 比色法	(260)
(三) 乙酰丙酮比色法	(261)

四、锰的测定

(一) 容量法	(263)
(二) 比色法	(264)

五、锡的测定

(一) 氨水分离—碘量法	(265)
(二) 碘量法	(267)
(三) 槲皮素比色法	(269)

六、铝的测定

(一) EDTA容量法	(271)
(二) 铬天菁 S 比色法	(273)

七、镍的测定

(一) 重量法	(275)
(二) 比色法	(276)
(三) 快速比色法	(277)

八、硅的测定

(一) 重量法	(279)
(二) 硅钼黄比色法	(281)

九、磷的测定

(一) 钒钼黄比色法	(282)
(二) 磷、砷连续测定—钼蓝萃取比色法	(284)

十、锑的测定

(一) 结晶紫萃取比色法	(286)
(二) 孔雀绿萃取比色法	(288)

十一、铋的测定

(一) 马钱子碱萃取比色法 (290)

(二) 目视比色法 (292)

十二、铍的测定

(一) 铬天菁 S 比色法 (295)

十三、砷的测定

(一) 砷钼兰比色法 (296)

(二) 目视比色法 (297)

第三部分 锡青铜

一、铜的测定

(一) 电解法 (298)

(二) 碘量法 (301)

二、锡的测定

(一) EDTA 容量法 (301)

(二) 碘量法 (302)

三、磷的测定

(一) 容量法 (304)

(二) 钒钼黄比色法 (306)

四、铅的测定

(一) 电解法 (309)

(二) 铬酸铅容量法 (311)

(三) 极谱法 (312)

五、锌的测定

EDTA 容量法 (314)

六、铈的测定

(一) 结晶紫萃取比色法 (316)

(二) 孔雀绿萃取比色法 (318)

七、铁的测定

(一) 乙酰丙酮比色法 (318)

(二) 邻菲罗啉比色法 (318)

(三) 磺基水杨酸比色法 (320)

八、铋的测定

碘化钾比色法 (321)

九、硅的测定

(一) 萃取比色法 (323)

(二) 硅钼蓝比色法 (326)

十、铝的测定

(一) 铝试剂比色法 (327)

(二) 铬天菁 S 比色法 (329)

十一、镍和锌的测定

极谱法 (331)

十二、硫的测定

燃烧碘量法 (334)

第四部分 铝铁青铜

一、铜的测定

(一) 电解法 (336)

(二) 碘量法 (336)

二、铝的测定

(一) EDTA 容量法 (336)

(二) 苯甲酸铵沉淀—EDTA 容量法 (336)

三、铁的测定

(一) 容量法 (338)

(二) 快速容量法 (338)

(三) 乙酰丙酮萃取比色法	(339)
四、锰的测定	
(一) 容量法	(339)
(二) 比色法	(339)
五、镍的测定	
(一) 快速比色法	(339)
(二) 丁二肟沉淀—EDTA容量法	(340)
六、锑的测定	
(一) 结晶紫萃取比色法	(342)
(二) 孔雀绿萃取比色法	(342)
七、硅的测定	
(一) 硅钼蓝比色法	(342)
(二) 重量法	(344)
八、锡的测定	
(一) 碘容量法	(344)
(二) 茜素紫萃取比色法	(346)
九、铅的测定	
极谱法	(348)
十、磷和砷的连续测定	(348)
十一、镍和锌的测定	
极谱法	(348)

第五部分 铍青铜

一、铍的测定	
(一) 重量法	(352)
(二) 比色法	(353)
二、镍的测定	