

航天材料分析

沈观根 编著

远方出版社

航天材料分析

沈观根 编著

远方出版社

责任编辑:赵志忠

封面设计:白 晔

航天材料分析

沈观根 编著

远方出版社出版发行

(呼和浩特市乌兰察布东路 666 号)

新华书店经销 内蒙古财经学院印刷厂印刷

787×1092 毫米 1/16 开 印张:26 字数:690 千字

2000 年 7 月第 1 版 2000 年 7 月第 1 次印刷

印数:1-1000 册

ISBN7-80595-316-3/G·43

定价:65.80 元

前 言

在人类历史的长河中,每个时代,总有两三项代表性的主要技术起着牵引历史火车头前进的作用。

本世纪中叶以来,以电子计算机为代表的微电子技术以及光导纤维,生物工程,新材料,新能源,空间技术,海洋技术等新的技术群的产生与发展,把历史的列车牵引到一个新的经济时代——知识经济时代。这是以知识和信息的生产、分配,传播和使用为基础,以创造性的人力资源为依托,以高科技产业和智业为支柱。经济的发展不单纯依靠劳动力,资本,原料和能源而主要依靠知识要素。导致知识结构在迅速变化,知识学科的总趋势是两极分化,一方面学科专业越分越细,另一方面学科内部过程相互渗透,彼此交叉,整体与综合性的趋势在日益增长,当代分析技术的进展也不例外,其内涵是析化学各学科相互交叉,其外延与其它学科彼此渗透,相互影响。由于各门学科互相交叉在一起,将使得物理学,生物学,化学需要使用一种共同的语言,随着计算机技术和方法学的迅速发展和应用,提供了构架。而当前分析技术的发展趋势是各自向纵深发展不同技术所联合;另一种趋势是化学计算学,尤其是模式识别,专家系统,人工智能在各种分析技术中的渗透,也就是说向系统性整体性和综合性发展。我们的思维方式也应该与当代科学技术发展的总趋势相适应,才能迎接现代分析技术的挑战,做出符合时代要求的正确工作。分析工作者由于专业的特点,很容易把人们的目光局限在一个孤立的客体或层次上,结果可能是只见树木不见森林,只见局部不见整体。我们处在一个信息化社会,要眼观六路,耳听八方,最大限度地获取信息,最及时地处理信息,并尽可能多地将之转化为对我们有用的信息,当然这涉及到客观条件和主观能力,但千里之行始于足下,与其听潮观鱼,不如退而结网,应该学会整体地综合地思考问题和学会把其它学科知识渗透到我们自己的工作中。而材料分析学本身就是一门交叉学科,有着无限活力,不断散发出人类智慧的光辉,交叉科学技术是物质运动形式的反映,带有时代性的标志,满怀信心展望 21 世纪的材料分析学的发展有着极为美好的前景,为未来再作辉煌贡献。为了适应当前航天

事业及科学技术工作的需要。总结了三十多年,在科研生产实践中取得了较好效果的分析工作。编著“航天材料分析”一书,编著内容主要是历年的工作成果和经验,也吸取部分经过验证的国内外先进经验,为了便于读者对各方法的了解和掌握,本书对分析方法基本原理和操作要点作了简单的叙述。

本书共分为:第一章溶样技术,第二章溶液浓度的表示和计算,第三章标准溶液的配制和浓度的标定,第四章误差及数据处理,第五章钢铁分析,第六章铝合金的分析,第七章镁合金的分析,第八章铜及铜合金分析,第九章钛合金的分析,第十章中间合金分析,第十一章其它分析。本书分为上下两册,上册“航天材料分析”,下册“推进剂分析”。可供有关企业和事业单位分析工作者使用和参考。

本书得到中科院研究生院颜达予教授,北京航空航天大学叶大赓教授审阅,并得到张德富工程师有关同志的帮助和支持,在此谨向他们表示衷心的感谢。

限于著者的水平,本书内容尚难满足实际需要,缺点和错误也在所难免,希望读者批评指正。

著者

1998年3月27日

目 录

前 言	(1)
第一章 溶样技术	(1)
一、分析工作所用的容器	(1)
1 玻璃器皿	(1)
2 瓷器皿	(1)
3 熔融石英器皿	(1)
4 金属陶瓷氧化物器皿	(1)
5 金属器皿	(1)
6 石墨器皿	(2)
7 塑料器皿	(2)
二、分解和溶解样品的误差来源	(2)
1 取样造成的损失	(2)
2 呈雾状或粉尘损失	(3)
3 挥发损失	(3)
4 容易聚合或水解的组份的损失	(3)
5 存在酸不溶组份造成的损失	(4)
6 吸附损失	(5)
7 与器皿反应造成的损失	(5)
8 空白值	(6)
三、试样的分解和溶解	(7)
1 溶解法	(7)
2 熔融法	(15)
3 烧结法	(19)
4 微波消解法	(20)
第二章 溶液浓度的表示和计算	(25)
一、溶液浓度表示方法	(25)
二、溶液浓度的计算	(27)
三、滴定度的计算	(31)
四、各种溶液浓度的换算	(32)
五、溶液浓度通用图解速算法	(33)
第三章 标准溶液的配制和浓度的标定	(36)

一、标准溶液的制备	(36)
二、标准溶液浓度的标定	(36)
三、滴定分析中等物质的量规则	(37)
四、滴定分析标准溶液的配制及标定	(39)
1. 高锰酸钾标准溶液的配制及标定	(39)
2. 重铬酸钾标准溶液的配制及标定	(40)
3. 硫酸高铈标准溶液的配制及标定	(41)
4. 碘标准溶液的配制及标定	(43)
5. 硫酸亚铁铵标准溶液的配制及标定	(44)
6. 硫代硫酸钠标准溶液的配制及标定	(45)
7. 亚砷酸标准溶液的配制及标定	(47)
8. 亚砷酸—亚硝酸钠标准溶液的配制及标定	(49)
9. 草酸(草酸钠)标准溶液的配制及标定	(50)
10. 亚铁氰化钾标准溶液的配制及标定	(50)
11. 盐酸标准溶液的配制及标定	(51)
12. 氢氧化钠标准溶液的配制及标定	(52)
13. 硝酸银标准溶液的配制及标定	(53)
14. 氯化钠标准溶液的配制及标定	(54)
15. EDTA 标准溶液的配制及标定	(54)
16. 抗坏血酸标准溶液的配制及标定	(56)
五、元素或离子标准溶液的配制及校对	(58)
1. 钠标准溶液的配制	(58)
2. 钾标准溶液的配制	(58)
3. 铜标准溶液的配制	(58)
4. 银标准溶液的配制	(58)
5. 金标准溶液的配制	(58)
6. 铍标准溶液的配制	(59)
7. 镁标准溶液的配制	(59)
8. 钙标准溶液的配制	(59)
9. 锌标准溶液的配制	(59)
10. 镉标准溶液的配制	(59)
11. 硼标准溶液的配制及校对	(60)
12. 铝标准溶液的配制	(60)
13. 钼标准溶液的配制	(61)
14. 铈标准溶液的配制	(61)
15. 碳标准溶液的配制及校对	(61)
16. 硅标准溶液的配制及校对	(61)
17. 锡标准溶液的配制	(63)
18. 铅标准溶液的配制	(63)
19. 钛标准溶液的配制	(63)

20 锆标准溶液的配制	(63)
21 氮标准溶液的配制及校对	(64)
22 磷标准溶液的配制及校对	(64)
23 砷标准溶液的配制及校对	(65)
24 铈标准溶液的配制	(65)
25 铋标准溶液的配制	(66)
26 钒标准溶液的配制及校对	(66)
27 铌标准溶液的配制	(66)
28 硫标准溶液的配制及校对	(67)
29 铬标准溶液的配制	(67)
30 钼标准溶液的配制	(68)
31 钨标准溶液的配制	(68)
32 氟标准溶液的配制	(68)
33 氯标准溶液的配制	(68)
34 锰标准溶液的配制	(68)
35 铁标准溶液的配制	(69)
36 钴标准溶液的配制	(69)
37 镍标准溶液的配制	(69)
 第四章 误差及数据处理	(70)
一、误差及误差产生的原因	(70)
二、误差的表示方法	(71)
三、少量分析数据的一般处理	(74)
四、有效数字及运算规则	(82)
五、提高分析准确度的方法	(83)
 第五章 钢铁分析	(85)
一、碳的测定	(85)
1 气体容量法	(85)
2 电导法	(87)
3 高频感应炉燃烧红外吸收法	(89)
二、硫的测定	(90)
1 燃烧—碘量法	(90)
2 高频感应炉燃烧红外吸收法	(93)
三、磷的测定	(94)
1 磷钼酸铵容量法	(94)
2 氟化钠—氯化亚锡钼蓝光度法	(96)
3 铋磷钼蓝光度法	(97)
4. 萃取光度法	(99)
四、氮的测定	(100)

1 蒸馏分离—中和容量法	(100)
五、硅的测定	(103)
1. 高氯酸脱水质量法	(103)
2. 草酸—硫酸亚铁硅钼蓝光度法	(104)
3. 氟硅酸钾容量法	(106)
六、锰的测定	(107)
1 过硫酸铵—银盐光度法	(107)
2. 过硫酸铵容量法	(109)
3 硝酸铵容量法	(110)
4 火焰原子吸收分光光度法(一)	(112)
5 火焰原子吸收分光光度法(二)	(114)
七、铬的测定	(115)
1. 过硫酸氧化容量法(不含钒)	(115)
2 过硫酸氧化容量法(含钨、钒)	(117)
3 过硫酸铵氧化容量法(1号,2号合金)	(119)
八、镍的测定	(119)
1. 丁二肟光度法	(119)
2 EDTA 紫尿酸铵容量法	(122)
3 EDTA—5—Br—PADAP 络合滴定法	(123)
4 丁二肟质量法(一)	(125)
5 丁二肟质量法(二)	(126)
6 火焰原子吸收分光光度法	(127)
九、钛的测定	(128)
1 二安替比林基甲烷光度法	(128)
十、钼的测定	(129)
1 α -安息香肟质量法	(129)
2 硫氰酸盐光度法	(131)
3 过氧化氢快速光度法	(132)
4. 催化极谱法	(133)
5. 火焰原子吸收分光光度法	(135)
十一、钨的测定	(136)
1. β 萘啉质量法	(136)
2. 硫氰酸盐光度法	(138)
十二、钒的测定	(140)
1. 高锰酸钾容量法(一)	(140)
2. 高锰酸钾容量法(二)	(142)
3. 5—Br—PADAP—H ₂ O ₂ 光度法	(143)
十三、钴的测定	(145)
1 亚硝基 R 盐光度法	(145)
2 火焰原子吸收分光光度法	(146)

3. 电位滴定法	(147)
十四、铝的测定	(149)
1 铬天菁 S 光度法	(149)
2. 强碱分离容量法	(151)
十五、铜的测定	(152)
1. 双环己酮草酸二胺快速光度法	(152)
2 二乙基代氨基甲硫羧酸钠光度法	(154)
3. 极谱法	(155)
4. 火焰原子吸收分光光度法	(156)
十六、铁的测定	(157)
1. 邻菲罗啉光度法	(157)
2 重铬酸钾容量法	(158)
十七、镁的测定	(160)
1 火焰原子吸收分光光度法	(160)
十八、铈的测定	(161)
1. 5-Br-PADAP-酒石酸直接快速光度法	(161)
2 PAR 光度法	(162)
3. 氯代磺酚 S 光度法	(163)
十九、硼量测定	(164)
1 酸碱中和容量法	(164)
二十、稀土(铈)总量的测定	(166)
1. 偶氮胂酸Ⅲ快速光度法	(166)
2 偶氮氯膦 mA 光度法	(167)
3. 偶氮氯膦-DBS 直接快速光度法	(169)
二十一、ICP-AES 法测定低合金钢中十二种元素(铬、锰、硅、镍、钴、钨、钒、钼、钛、铈、铝、铜)	(170)
二十二、ICP-AES 法测定钢铁中磷、镍、硅、锰、铬、铜	(171)
二十三、ICP-AES 法测定稀土硅铁中十种元素(硅、铁、锰、钛、铝、钙及稀土镧、铈、镨、钕)	(173)
二十四、ICP-AES 法测定钕(铈)钴钢铁合金中四种元素(钕、铈、铜、铁)	(174)
二十五、ICP-AES 法测定高碳高铬钢中硼	(176)
第六章 铝合金的分析	(178)
一、铜的测定	(178)
1 硫代硫酸钠沉淀法	(178)
2 硫代硫酸钠容量法	(179)
3 双环己酮乙二酸二胺(BCO)吸光光度法	(180)
4 火焰原子吸收分光光度法	(181)
二、镁的测定	(182)
1 EDTA 容量法	(182)

2 火焰原子吸收分光光度法	(184)
三、锰的测定	(185)
1 亚砷酸—亚硝酸钠容量法	(185)
2 过硫酸铵氧化光度法	(186)
3 二安替比林基苯甲烷光度法	(188)
4 火焰原子吸收分光光度法	(189)
四、铁的测定	(190)
1 重铬酸钾容量法	(190)
2 邻菲罗啉光度法	(191)
3 火焰原子吸收分光光度法	(192)
五、硅的测定	(194)
1. 质量法	(194)
2. 硅酸钾快速容量法	(195)
3. 钼蓝光度法	(196)
4 硅钼蓝快速光度法(高硅)	(197)
六、锌的测定	(198)
1. EDTA 容量法	(198)
2. PAN—TWEEN—80 光度法	(199)
3. 极谱法	(201)
4 火焰原子吸收分光光度法	(202)
七、镍的测定	(203)
1 丁二肟质量法	(203)
2 丁二肟光度法	(204)
3 火焰原子吸收分光光度法	(205)
八、钒的测定	(206)
1 硫酸亚铁铵容量法	(206)
2 磷钨钒酸吸光光度法	(207)
九、铬的测定	(208)
1 硫酸亚铁铵容量法	(208)
2. 差示光度法	(209)
十、钛的测定	(210)
1 二安替比林基甲烷光度法	(210)
2 过氧化氢光度法	(211)
十一、锆的测定	(212)
1. 偶氮胂酸Ⅲ光度法	(212)
十二、稀土元素总量的测定	(213)
1 偶氮氯膦Ⅲ分光光度法	(213)
2 二乙三胺五乙酸(DTPA)络合滴定法	(214)
十三、锰、铜、铁、锌连续测定——快速极谱法	(216)

十四、ICP-AES 法测定铝合金和锂铝合金中九种元素(锂、铜、镁、锰、铁、硅、钛、锆、铈)	(217)
十五、ICP-AES 法测定铝合金中七种元素(硼、锆、铁、铍、镁、钙、锶)	(219)
第七章 镁合金	(221)
一、锰的测定	(221)
1 硫酸亚铁铵容量法	(221)
2 亚砷酸钠—亚硝酸钠容量法	(221)
3 原子吸收火焰光度法	(223)
二、锌的测定	(224)
1 极谱法	(224)
2 火焰原子吸收分光光度法	(224)
三、锆的测定	(225)
1 EDTA 络合滴定法	(225)
2 三溴偶氮快速光度法	(226)
四、铈的测定	(227)
1 偶氮胂Ⅲ光度法	(227)
五、铝的测定	(229)
1 EDTA 络合滴定法	(229)
2 铝铍连续光度法	(230)
六、铍的测定	(232)
1 铝铍连续光度法	(232)
七、钛的测定	(232)
1 二安替比林基甲烷光度法	(232)
八、铁的测定	(233)
1 邻菲罗啉光度法	(233)
2 火焰原子吸收分光光度法	(234)
九、铜的测定	(235)
1 环己二胺四乙酸(CDTA)快速光度法	(235)
2 双环己酮乙二酰二脲(BCO)光度法	(236)
3 火焰原子吸收分光光度法	(237)
十、镍的测定	(238)
1 直接快速分光光度法	(238)
2 火焰原子吸收分光光度法	(239)
十一、硅的测定	(240)
1 钼蓝光度法	(240)
十二、ICP-AES 法测定镁合金中七种元素(铝、锌、锰、铍、铜、镍、铁)	(241)
第八章 铜及其铜合金分析	(243)
一、纯铜的分析	(243)

1. 铜的测定	(243)
1 1 恒电流电解法	(243)
2. 硅的测定	(245)
2 1 硅钼蓝萃取光度法	(245)
3 磷的测定	(246)
3.1 萃取光度法	(246)
4. 砷的测定	(247)
4.1 砷化氢光度法	(247)
5 铈测定	(248)
5 1 三羟基荧光酮光度法	(248)
6 铋的测定	(250)
6.1 TIAB 光度法	(250)
7 镍的测定	(251)
7.1 导数极谱催化波法	(251)
8 钛的测定	(252)
8 1 PV—CTMAB 光度法	(252)
9 银的测定	(253)
9 1 火焰原子吸收分光光度法	(253)
二、黄铜的分析	(254)
1 铜的测定	(254)
1 1 恒电流电解法	(254)
1.2 碘化钾—硫代硫酸钠滴定法	(256)
2. 铅的测定	(257)
2 1 铬酸铅沉淀—亚铁滴定法	(257)
2 2 火焰原子吸收分光光度法	(258)
2.3 铅和锰极谱络合吸附法	(259)
3. 锰的测定	(261)
3 1 过硫酸铵—亚砷酸钠—亚硝酸钠滴定法	(261)
3.2 高锰酸光度法	(262)
3.3 锰极谱络合吸附法	(263)
4. 锌的测定	(263)
4.1 二甲酚橙光度法—锌铅连续测定	(263)
4 2 PAN—TWEEN—80 光度法	(265)
4 3 极谱法	(266)
5. 铁的测定	(267)
5 1 邻菲罗啉光度法	(267)
6 硅的测定	(269)
6.1 硅钼蓝光度法	(269)
7. 磷的测定	(270)
7 1 磷钒钼光度法	(270)

三、锡青铜及其它青铜	(271)
1 铜的测定	(271)
1 1 恒电流电解法	(271)
1.2 控制阴极电解法	(272)
1 3 碘化钾—硫代硫酸钠滴定法	(273)
2 锡的测定	(273)
2 1 EDTA 络合滴定法	(273)
2 2 极谱法	(274)
2 3 火焰原子吸收分光光度法	(275)
3. 锌的测定	(276)
3 1 光度法	(276)
4 磷的测定	(278)
4 1 磷钒钼光度法	(278)
5. 铝的测定	(279)
5 1 三乙四胺六乙酸快速络合滴定法	(279)
6. 铍的测定	(280)
6.1 盐酸快速滴法	(280)
6.2 络天青 S 光度法	(281)
四、ICP-AES 法测定锡青铜中磷和锡	(282)
五、ICP-AES 法测铜基耐磨合金中四种元素(铅、锡、铁、锌)	(283)
 第九章 钛合金的分析	 (286)
一、铝的测定	(286)
1 氢氧化钠分离—EDTA 容量法	(286)
2. EDTA 直接联合滴定铝、钒法	(287)
3. 铬天菁—S 光度法	(289)
二、铁的测定	(290)
1 邻菲罗啉光度法	(290)
三、硅的测定	(291)
1. 硅钼蓝光度法	(291)
四、钒的测定	(292)
1. 硫酸亚铁铵容量法	(292)
2 络合滴定法	(294)
五、铬的测定	(294)
1 硫酸亚铁铵的容量法	(294)
2. 火焰原子吸收分光光度法	(295)
六、锰的测定	(296)
1 亚砷酸钠—亚硝酸钠容量法	(296)
2. 火焰原子吸收分光光度法	(297)
七、钼的测定	(298)

1 硫氰酸盐法	(298)
八、锡的测定	(300)
1 铁粉还原碘量法	(300)
九、铜的测定	(301)
1 5—Br—PADAP 分光光度法	(301)
第十章 中间合金	(303)
一、铝锰合金分析	(303)
1 锰的测定	(303)
1 1 亚砷酸钠—亚硝酸钠容量法	(303)
2 铁的测定	(304)
2 1 邻菲罗啉光度法	(304)
二、铝铁合金分析	(305)
1 铁的测定	(305)
1.1 氯代磺酚—S—重铬酸钾法	(305)
1 2 氯化亚汞—高锰酸钾法	(306)
三、铝铍合金分析	(307)
1 铍的测定	(307)
1 1 砷酸铍沉淀—碘量法	(307)
四、铝铜合金分析	(308)
1 铜的测定	(308)
1 1 碘化钾—硫代硫酸钠滴定法	(308)
五、铝锆合金分析	(309)
1 锆的测定	(309)
1 1 EDTA 络合滴定法	(309)
六、镁锆合金分析	(310)
1 锆的测定	(310)
1 1 EDTA 络合滴定法	(310)
七、铜镁合金分析	(311)
1 镁的测定	(311)
1 1 络合滴定法	(311)
八、铜铬合金分析	(312)
1 铬的测定	(312)
1 1 氧化还原法	(312)
九、铜锰合金分析	(313)
1 锰的测定	(313)
1.1 氧化还原滴定法	(313)
十、铜镍合金分析	(314)
1 镍的测定	(314)
1 1 丁二肟沉淀分离络合滴定法	(314)

十一、铜铁合金分析	(316)
1 铁的测定	(316)
1 1 抗坏血酸滴定法	(316)
十二、铈铜合金分析	(317)
1 铜的测定	(317)
1 1 碘量法	(317)
十三、磷铜合金分析	(318)
1 磷的测定	(318)
1 1 磷钒钼黄光度法	(318)
十四、钨铜合金分析	(319)
1 铜的测定	(319)
1 1 碘量法	(319)
十五、稀土镁合金钒的分析	(320)
1 钒的测定	(320)
1 1 高锰酸钾氧化—硫酸亚铁铵容量法	(320)
十六、钛铌镍合金分析	(321)
1 镍的测定	(321)
1 1 络合滴定法	(321)
十七、钇镨镱合金分析	(322)
1 钇镨和镱的连续测定	(322)
1 1 络合滴定连续法	(322)
十八、ICP-AES 法测定硅铁合金中铝	(324)
 第十一章 其它分析	(325)
一、氧化铝粉的分析	(325)
1 灼烧减量的测定	(325)
2. 氧化钠的测定	(325)
2 1 火焰原子吸收分光光度法	(325)
3 二氧化硅的测定	(326)
3 1 钼蓝光度法	(326)
4 三氧化二铁的测定	(328)
4 1 邻菲罗啉光度法	(328)
4 2 火焰原子吸收分光光度法	(329)
5 三氧化二铝的测定	(331)
二、钨粉的分析	(331)
1 磷的测定	(331)
1 1 磷钼蓝光度法	(331)
2 硅的测定	(332)
2 1 硅钼蓝光度法	(332)
3 钴、镍、铜的测定	(333)

3 1 火焰原子吸收分光光度法	(333)
4 铁的测定	(335)
4 1 邻菲罗啉光度法	(335)
三、氧化锆粉的分析	(336)
1 氧化锆的测定	(336)
1 1BPHA 沉淀质量法	(336)
2 三氧化铁的测定	(337)
2 1 邻菲罗啉光度法	(337)
2 2 火焰原子吸收分光光度法	(338)
四、热处理盐浴分析	(339)
1 水份的测定	(339)
2 水不溶物含量的测定	(340)
3 PH 值的测定	(340)
4 碳酸离子含量的测定	(341)
5 氯离子含量的测定	(341)
6 硫酸离子含量的测定	(342)
五、焊药的分析	(343)
1 二氧化硅的测定	(343)
1 1 沉淀质量法	(343)
2 氧化铁的测定	(344)
2 1 邻菲罗啉光度法	(344)
2.2 火焰原子吸收分光光度法	(345)
3 氧化锰的测定	(346)
3 1 硝酸铵氧化法	(346)
3 2 火焰原子吸收分光光度法	(348)
4 磷的测定	(349)
4 1 磷钼蓝光度法	(349)
5 氧化钙、氧化镁、氧化铝的联合测定	(350)
5 1 EDTA 容量法	(350)
6 氟化钙的测定	(352)
6.1 蒸馏吸收容量法	(352)
6 2 离子选择电极法	(354)
7 硫的测定	(355)
7 1 高频感应炉燃烧红外吸收法	(355)
7 2 燃烧—碘量法	(355)
附表 1 气体容量法测定碳的温度、气体修正系数表:	(356)
(1)本表用 1:1000 的硫酸溶液作封闭液	(356)
(2)本表用氯化钠酸性溶液作封闭液	(365)
附表 2 标准(基准)物质的摩尔质量 M_B 及其对数(g/mol)	(374)