

TF8-18C₃

土法生產氧化鋁

簡易分析

土法生产氧化铝简易分析

國營氧化铝厂中心試驗室 編

冶金工业出版社

法生产氧化铝簡易分析

設計：韓晶石

国营氧化铝厂中心試驗室 編

校对：夏其五

1958年10月第一版 1958年10月北京第一次印刷 40,000 册

787×1092 • 1/32 • 16,000 字 • 印张 $\frac{28}{32}$ • 定价 0.09 元

冶金工业出版社印刷厂印 新华書店发行 書号1181

冶金工业出版社出版 (地址：北京市灯市口甲45号)

北京市書刊出版业营业許可証出字第093号

前 言

在党的总路线光辉照耀下，我国铜铝工业繼钢铁工业之后，也正在一日千里地飞跃发展着。根据国务院大力发展铜铝工业的指示，土法生产氧化铝的工厂，不久将在全国各地普遍兴建。土法生产氧化铝的主要关键之一，就是指导生产的控制分析。目前氧化铝厂采用的分析方法需要一定数量的贵重仪器设备，如白金坩埚、高温爐等等，这些仪器所費資金很多，而且大量供应也有困难，因之这些分析方法的采用受到了很大限制。

我厂中心試驗室同志結合土法制造氧化铝的試驗研究工作，对分析方法进行了一些試驗。經過一周苦战，确定了这本分析规程，供各地土法生产氧化铝的工作人员参考，希能有助于炼铝工业在全国遍地开花。由于試驗工作時間短促，其中难免有很多不妥之处，希望各地同志提出指正。

目 录

| | | |
|-----|--|----|
| 第一节 | 仪器設備 | 1 |
| 第二节 | 試剂的配制 | 2 |
| 第三节 | 試样的采取 | 3 |
| 第四节 | 試样名称的說明和分析的項目 | 9 |
| 第五节 | 不溶性固体試样的分析 | 9 |
| | 一、二氧化矽 SiO_2 的測定 | 10 |
| | 二、氧化鋁 Al_2O_3 的測定 | 11 |
| | 三、氧化鉄 Fe_2O_3 的測定 | 12 |
| | 四、氧化鈣 CaO 的測定 | 13 |
| | 五、三氧化硫 SO_3 的測定 | 14 |
| | 六、氧化鈉 Na_2O 的測定 | 15 |
| 第六节 | 可溶性試样的分析 | 16 |
| 第七节 | 石灰石中氧化鈣 CaO 的測定 | 16 |
| 第八节 | 液体試样的分析 | 17 |
| | 一、全碱的測定 | 17 |
| | 二、氧化鋁 Al_2O_3 的測定 | 18 |
| | 三、碳酸鈉 $\text{Na}_2\text{O}(\text{CO}_2)$ 的測定 | 18 |
| | 四、二氧化矽 SiO_2 的測定 | 20 |
| 第九节 | 氢氧化鋁成品的分析 | 21 |
| | 一、水分的測定 | 21 |
| | 二、二氧化矽 SiO_2 的測定 | 21 |
| | 三、氧化鉄 Fe_2O_3 的測定 | 22 |

| | |
|---|----|
| 第十节 生料的分析..... | 22 |
| 一、石灰石 CaCO_3 的测定..... | 22 |
| 二、硫酸钠 Na_2SO_4 的测定..... | 23 |
| 三、矿石的测定..... | 23 |

第一节 仪器設備

一、加热設備

1. 电爐：加热熔融用，溫度在 $500\sim 600^{\circ}\text{C}$ 。
2. 电热板：将 $400\times 600\times 15$ 毫米之生鉄板放于煤爐上即可代用。
3. 水浴：可以 $250\times 400\times 60$ 毫米的鉄盒制成，在盒盖上开数个如烧杯大小之孔，盒内盛所需的开水，同时在底部加热煮沸。
4. 沙浴：在 $250\times 400\times 50$ 毫米的鉄盘内放所需的細沙，放在电热板上即可。
5. 坩堝鉗子：可用粗的鉄条制成代用。
6. 电烘箱。

二、一般仪器

- | | | | |
|-------------|--------|-------------|--------|
| 1. 烧杯 | 100毫升 | 2. 烧杯 | 250毫升 |
| 3. 烧杯 | 300毫升 | 4. 烧杯 | 400毫升 |
| 5. 量杯 | 25毫升 | 6. 量筒 | 100毫升 |
| 7. 量筒 | 500毫升 | 8. 量筒 | 1000毫升 |
| 9. 蒸发皿(带柄) | 100毫升 | 10. 蒸发皿(带柄) | 150毫升 |
| 11. 蒸发皿(带柄) | 250毫升 | 12. 表皿 | 7—12厘米 |
| 13. 銅鉢 | | 14. 瓷鉢 | |
| 15. 三角烧瓶 | 500毫升 | 16. 烧瓶 | 500毫升 |
| 17. 烧瓶 | 1000毫升 | 18. 称量瓶(扁型) | |

- | | | | |
|----------|-------|---------|-------|
| 19. 試藥瓶 | 500毫升 | 20. 試藥瓶 | 5升 |
| 21. 試藥瓶 | 10升 | 22. 試藥瓶 | 20升 |
| 23. 試藥勺 | | 24. 滴瓶 | 150毫升 |
| 25. 滴定管架 | | 26. 漏斗 | |
| 27. 漏斗架 | | 28. 玻璃棒 | |
| 29. 干燥器 | | | |

三、标准容量仪器

- | | | | |
|------------|--------|------------|-------|
| 1. 滴定管(酸用) | 50毫升 | 2. 滴定管(碱用) | 50毫升 |
| 3. 容量瓶 | 250毫升 | 4. 容量瓶 | 100毫升 |
| 5. 容量瓶 | 1000毫升 | 6. 刻度管 | 5毫升 |
| 7. 刻度管 | 10毫升 | 8. 刻度管 | 20毫升 |
| 9. 移液管 | 5毫升 | 10. 移液管 | 10毫升 |
| 11. 移液管 | 15毫升 | 12. 移液管 | 25毫升 |
| 13. 移液管 | 50毫升 | 14. 移液管 | 100毫升 |
| 15. 比色管 | 50毫升 | 16. 比色管 | 100毫升 |

四、称量仪器

1. 分析天平 $1/10000$ 及 $1/1000$
2. 上皿天平 $1/10$ 及 $1/100$

第二节 试剂的配制

本書中分析方法所用试剂一般系指“化学純粹”或“分析试剂”。所用的水如不另加說明，均系指“蒸餾水”；“热水”指溫度在 80°C 左右，“溫水”指溫度在 40°C 左右。

一、普通試劑

1. 氫氧化鈉 NaOH: 粒狀, 化學純粹。
2. 碳酸鈉 Na_2CO_3 : 粉狀, 工業用。
3. 氯化汞 HgCl_2 : 固體, 化學純粹。
4. 錫 Sn: 金屬。
5. 鹽酸 HCl (濃): 比重 1.19, 化學純粹。
6. 鹽酸 HCl (1:1): 100 毫升鹽酸 (1.19) 倒入 100 毫升水中。
7. 鹽酸 HCl (3N): 100 毫升鹽酸 (1.19) 倒入 300 毫升水中。
8. 硝酸 HNO_3 (濃): 比重 1.42, 化學純粹。
9. 硝酸 HNO_3 (1:1): 100 毫升硝酸 (1.42) 倒入 100 毫升水中。
10. 硫酸 H_2SO_4 (濃): 比重 1.84, 化學純粹。
11. 硫酸 H_2SO_4 (1:1): 100 毫升硫酸 (1.84) 慢慢地倒入 100 毫升水中。
12. 氫氧化鈉 NaOH (8N): 32 克 NaOH 溶解於 100 毫升水中 (在蜡瓶內保存)。
13. 鉍酸銨 (10%): 10 克鉍酸銨溶解於 100 毫升水中。
14. 檸檬酸 (5%): 5 克檸檬酸溶解於 100 毫升水中。
15. 氯化亞錫 SnCl_2 (15%): 15 克氯化亞錫溶解於 20 毫升鹽酸, 用水沖至 100 毫升。
16. 氯化汞 HgCl_2 (5%): 5 克氯化汞溶解於 100 毫

升水中。

17. 硫磷酸混合液：在 150 毫升磷酸中加入 150 毫升硫酸混合后，慢慢倒入 500 毫升水中，冷后稀释至 1000 毫升。

18. 碘化钾 KI (10%)：10 克碘化钾溶解于 100 毫升水中（在褐色瓶中保存）。

19. 磷酸 H_3PO_4 ：比重 1.8，化学纯粹。

20. 磷酸二氢铵 $NH_4H_2PO_4$ (10%)：10 克磷酸二氢铵溶解于 100 毫升水中。

21. 醋酸钠—醋酸缓冲液：pH=5.2。醋酸钠 200 克溶于 400 毫升水中，加醋酸 35 毫升，然后倒入 1000 毫升容量瓶中，冲至刻度，混匀。

22. 铬酸钡 $BaCrO_4$ 溶液：甲、重铬酸钾 $K_2Cr_2O_7$ 19.44 克溶解于 1000 毫升水中，加热至沸（体积要准）。乙、氯化钡 $BaCl_2 \cdot 2H_2O$ 24.44 克溶解于 1000 毫升水中，加热至沸（体积要准）。将甲乙两种溶液倒在一起，充分搅拌后放置待其澄清；倾出澄清液，再加水待其澄清，再将澄清液倾出，如此洗涤 4~5 次，最后加水使体积达到 400 毫升左右。每毫升相当 0.6 克铬酸钡。

23. 碳酸铵 $(NH_4)_2CO_3$ (50%)：50 克碳酸铵溶解于 100 毫升水中。

24. 高锰酸钾 $KMnO_4$ (0.25%)：0.25 克高锰酸钾溶解于 100 毫升水中。

二、指示剂

25. 混合指示剂：甲、0.1 克二甲基黄溶解于 100 毫升 90% 的酒精中。乙、0.1 克次甲基蓝溶解于 100 毫升 90% 的

酒精中。将甲液 95 毫升与乙液 100 毫升混合均匀，保存于棕色瓶中。

25. 玫紅酸 (0.5%) : 0.5 克玫紅酸溶解于 100 毫升 50% 的酒精中。

27. 3:3 二甲基萘胺 (0.3%) : 0.3 克 3:3 二甲基萘胺溶解于 100 毫升水中。

28. 鈣試剂: 0.5 克鈣試剂与研細的 50 克氯化鈉充分混合，并在研钵內研磨。

29. 鉄氰化物指示剂: 0.2 克鉄氰化鉀与 0.05 克亚鉄氰化鉀溶解于 100 毫升水中。

30. 甲基橙 (0.1%) : 0.1 克甲基橙溶解于 100 毫升水中。

31. 甲基紅 (0.2%) : 0.2 克甲基紅溶解于 100 毫升水中。

32. 酚酞 (0.1%) : 0.1 克酚酞溶解于 100 毫升 95% 的酒精中。

33. 淀粉 (1.0%) : 1 克淀粉置于 300 毫升烧杯中，加入水少許使成糊状，在搅拌的情况下倒入煮沸的开水 100 毫升，并煮沸 1~2 分鐘。待其澄清后取澄清液保存应用。

三、标准溶液

34. 重鉻酸鉀 $K_2Cr_2O_7$ 标准液 (0.0213N) : 精确称取 1.044 克重鉻酸鉀溶解于 100 毫升水中，然后倒入 1000 毫升容量瓶中，以水冲至刻度，混合均匀，以备应用。

35. 重鉻酸鉀 $K_2Cr_2O_7$ 标准液 (0.0063N) : 以滴定管取 73.8 毫升上述 0.0213N 标准液于 250 毫升的容量瓶中，以水冲至刻度，混合均匀，以备应用。

36. 硫代硫酸鈉 $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 标准液 (0.1N) : 称取 $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ 25克, 溶解于煮沸过的冷水中, 倒入1000毫升容量瓶中, 以水冲至刻度, 混合均匀, 以备标定。

标定方法: 以滴定管取 0.0213N 重铬酸钾溶液 50 毫升于 500 毫升的三角瓶中, 加入 10% 碘化钾溶液 10 毫升及盐酸 (1:1) 10 毫升, 振盪后放置 1~2 分鐘, 以欲标定的硫代硫酸鈉溶液滴定至微黄色, 此时加入淀粉 (1%) 5 毫升, 繼續滴定至紫色变为綠色, 即为終点。

$$N (\text{硫代硫酸鈉}) = \frac{50 \times 0.0213}{\text{硫代硫酸鈉毫升数}}$$

37. EDTA (0.05M) : 称取 EDTA 18.61 克在 1000 毫升容量瓶內, 溶解于 1000 毫升水中。

标定方法: 称取 0.15 克分析純碳酸鈣于 500 毫升三角烧瓶中, 加水 50 毫升左右, 然后加入浓盐酸 5 毫升使全部溶解, 再以氨水 NH_4OH 中和至微有氨味后, 加入氢氧化鈉 (8N) 4 毫升使体积达到 100 毫升左右, 加入鈣試剂 0.1 克, 用欲标定的 EDTA 滴定至紅色变为藍色, 即为終点。

$T(\text{EDTA}) = \text{每毫升 EDTA 相当于碳酸鈣的克数}$

$$= \frac{0.15}{\text{EDTA 毫升数}}$$

38. 醋酸鋅 $\text{Zn}(\text{CH}_3\text{COO})_2$ (0.05N) : 称取分析純粹氧化鋅 4.07 克溶解于 100 毫升水中, 加入醋酸使其全部溶解后, 倒入 1000 毫升容量瓶中, 再加醋酸 3 毫升, 以水冲至刻度, 混合均匀, 以备标定。

标定方法: 取 EDTA (0.05M) 25 毫升于 500 毫升三角

瓶中，加水至 100 毫升左右，加入 10 毫升醋酸鈉——醋酸緩沖液、1 毫升鉄氰化物指示剂、3 滴 3:3 二甲基萘胺 (0.3%) 指示剂，以欲标定的醋酸鋅溶液滴定至呈现紅色，即为終点。

$$N(\text{醋酸鋅}) = \frac{0.05 \times 25}{\text{醋酸鋅毫升数}}$$

39. 盐酸标准液 (0.5N)：取 50 毫升盐酸 (1.19) 倒入 500 毫升水中，然后倒入 1000 毫升容量瓶中，以水冲至刻度，混合均匀，以备标定。

标定方法：称取在 300°C 左右焙烧过的化学純碳酸鈉 0.5 克于 500 毫升三角瓶中，加水 100 毫升左右使其全部溶解，然后加入甲基橙指示剂 2 滴，自滴定管中以欲标定的盐酸滴定至有橙色出现，即为終点。

$$N(\text{盐酸}) = \frac{0.5 \times 2000}{106 \times \text{盐酸毫升数}}$$

40. 氢氧化鈉 NaOH 标准液 (0.5N)：取 100 克氢氧化鈉溶解于 100 毫升水中。冷后倒入涂有石蜡的瓶中保存，待其澄清 (約一星期左右)。澄清后取出 40 毫升，倒入 1000 毫升容量瓶中，以煮沸过的冷水冲至刻度，混合均匀，以备标定。

标定方法：取 0.5N 盐酸 25 毫升，置于 500 毫升的三角瓶中，加水 80 毫升左右，加入甲基橙指示剂 2 滴，以欲标定的氢氧化鈉溶液滴定至黄色呈现，即为終点。

$$N(\text{氢氧化鈉}) = \frac{0.5 \times 25}{\text{氢氧化鈉毫升数}}$$

41. 高錳酸鉀 KMnO_4 标准液 (0.06N)：称取 160 克

高錳酸鉀溶于煮沸过的蒸餾水中，冲至5升，貯存三天以上再用（約1N）。取出61毫升冲稀到1000毫升，以备标定。

标定方法：称取烘干过的草酸钠0.1~0.2克于300毫升烧杯中，加水200毫升左右及1:1硫酸10毫升，加热至80°C左右。取下，用欲标定之高錳酸鉀滴定至呈现淡紅色在30秒內不褪，即为終点。

$$N(\text{高錳酸鉀}) = \frac{\text{草酸钠克数} \times 2000}{134 \times \text{高錳酸鉀毫升数}}$$

第三节 試样的采取

取样要有代表性，使所取的試样能够代表該批样品的成份，否則分析結果不能起到指导生产的作用。

取样方法

1. 先进行多点取样：例如对一个矿堆取样时，可按矿堆的形势、高度、宽度、长度，取各点的代表样。
2. 将各点的代表样粉碎后充分混合。
3. 将粉碎混合的代表試样堆成一正方形或长方形的形状，并且要求厚度均匀，然后以两条对角綫进行划分，保留其中相对的两部分，其余两部分丢弃不用。
4. 将保留的两部分充分混合，按上述方法再进行分取，直至获得所需的数量約20克为止。
5. 将所得的部分研磨成細末，至以手指相摸感觉无粗粒时，放于称量瓶中。

第四节 試样名称的說明和分析的項目

1. 矿石：指矾土矿。分析： SiO_2 , Fe_2O_3 , Al_2O_3 。
2. 石灰石：燒結用。分析： CaO 。
3. 芒硝：即硫酸鈉。分析： SO_3 。
4. 生料：即焙燒時由矾土矿和石灰石、或者由矾土矿、石灰石及硫酸鈉按比例配成的原料。分析：矾土矿，石灰石，硫酸鈉。如果需要分析 SiO_2 , Fe_2O_3 , Al_2O_3 , CaO , Na_2O , SO_3 ，可按不溶性固体試样的分析方法进行。
5. 熟料：生料通过加煤焙燒所得的焙燒块。分析： SiO_2 , Fe_2O_3 , Al_2O_3 , CaO , Na_2O 。
6. 赤泥：熟料經過溶出过滤的残渣。分析： Al_2O_3 , CaO 。
7. 矽渣：粗液經過脫矽过滤后的残渣。分析： SiO_2 , Al_2O_3 , CaO 。
8. 粗液：熟料經過溶出过滤后的滤液。分析：全碱， SiO_2 , $\text{NaO}(\text{CO}_2)$ 。
9. 精液：粗液經過脫矽过滤后的滤液。分析：全碱， SiO_2 , $\text{NaO}(\text{CO}_2)$ 。
10. 分解液：精液經過碳酸化分解后的溶液。分析：全碱， Al_2O_3 , $\text{NaO}(\text{CO}_2)$ 。

第五节 不溶性固体試样的分析

不溶性試样是指加入盐酸不能完全溶解的試样，包括生

料、矿石、煤灰、矽渣。

一、二氧化矽 SiO_2 的測定

1. 称取研細烘干的試样0.85克，放入盛有6克氢氧化鈉的鎳坩堝中，盖好盖子。

2. 放于 $500\sim 600^\circ\text{C}$ 的电爐上加热熔融 20 分鐘左右，电爐周围盖有石棉。

3. 取下冷却后，从坩堝縫中吹入热水 10 毫升左右，加热使熔块浸出，洗入 300 毫升烧杯中，洗净坩堝，加入 4 克碳酸鈉，使体积达到 150 毫升左右，煮沸 2~3 分鐘。

4. 取下冷却，倒入 250 毫升容量瓶，洗净烧杯，冲至刻度，混合均匀。

5. 以定性滤紙过滤，将滤液收集在 300 毫升的干烧杯中。最初一部分滤液洗滌烧杯后丢掉，然后繼續过滤，至滤液达 200 毫升左右。

6. 加盐酸使沉淀溶解，并将溶解液承接于原 250 毫升的容量瓶中，以 2% 盐酸洗滌滤紙至无黄色为止（約 5—6 次）。

7. 在容量瓶內以水冲至刻度，充分混合均匀，以备定 Fe_2O_3 及 CaO 用。

8. 取滤液 100 毫升，放于內涂石蜡的 500 毫升的三角瓶中。

9. 加入甲基紅指示剂約 0.5 毫升，加盐酸 (1:1) 使其由黄色变为紅色透明后，加入草酸鉀 (50%) 10 毫升，充分振盪 2 分鐘，以 0.5 N 盐酸滴至試液刚呈黄色，再过加 30 毫升。

10. 加入氟化鈉 2 克充分振盪 2~3 分鐘，用 0.5 N 氫氧化鈉滴定至溶液紅色消失，呈現黃色，即為終點。

$$\text{SiO}_2\% = \frac{[30 - (V_1 + V_2)] \times 0.5 \times 0.015 \times 100}{\text{試料重 (0.34)}}$$

$$= [30 - (V_1 + V_2)] \times 2.3$$

V_1 = 回滴所用氫氧化鈉毫升數；

V_2 = 2 克氟化鈉空白耗用 0.5 N 鹽酸毫升數。

二、氧化鋁 Al_2O_3 的測定

A. 酸鹼滴定法：

1. 取測定二氧化矽手續 (5) 中所得濾液 50 毫升，置於 500 毫升的三角瓶中，加 50 毫升水及 6 滴混合指示劑。

2. 以鹽酸 (1:1) 中和至有紫色呈現，且在充分振盪的情況下不消失為止。

3. 以 0.5 N 氫氧化鈉慢滴至剛呈綠色不消失後，再以 0.5 N 鹽酸使其剛變紫色不消失 (綠多紫少)。

4. 在電爐上加熱至 80°C 左右，冷後如溶液變綠色，再加一滴 0.5 N 鹽酸使其變紫色。

5. 加入玫紅酸指示劑 6 滴，以 0.5 N 氫氧化鈉標準溶液滴定至灰色或灰紫色即為終點。

6. 為了驗證終點，可加一滴 0.5 N 鹽酸，此時應變為綠色。

$$\text{Al}_2\text{O}_3\% = \frac{0.5 \times \text{氫氧化鈉毫升數} \times 0.017 \times 100}{\text{試料重 (0.17)}}$$

$$= 5 \times \text{氫氧化鈉毫升數}$$

B. EDTA 法：