



国家骨干高等职业院校
优质核心课程系列教材



工业分析与检验专业 >>>

岩石矿物分析

◎ 主编 张冬梅 赵凤英 王长基

地质出版社



国家骨干高等职业院校优质核心课程系列教材

岩石矿物分析

主 编：张冬梅 赵凤英 王长基

副主编：罗诗文 钟起志 石生益

主 审：刘大洲



地 质 出 版 社

· 北 京 ·

内 容 提 要

本书包括两大学习模块8个项目34项任务。主要包括铁、钨、钴、铜、稀土、贵金属岩矿分析和硅酸盐系统分析。在编写格式上每个任务分为任务描述、任务实施(技能训练)、任务分析、实验操作指南与安全提示、拓展提高、相关标准六大部分。每个项目之后还附有思考题,以便学生理解和掌握相关知识与技能。

本书可以作为工业分析与检验专业的通用教材,也可以作为工矿企业从事工业分析人员的参考书。

图书在版编目(CIP)数据

岩石矿物分析 / 张冬梅等主编. —北京:地质出版社, 2014. 4

ISBN 978 - 7 - 116 - 08737 - 8

I. ①岩… II. ①张… III. ①岩矿分析 - 教材 IV. ①P585

中国版本图书馆 CIP 数据核字 (2014) 第 040890 号

责任编辑:李凯明

责任校对:李 玫

出版发行:地质出版社

社址邮编:北京海淀区学院路31号,100083

咨询电话:(010)82324508(邮购部);(010)82324509(编辑室)

网 址:<http://www.gph.com.cn>

传 真:(010)82324340

印 刷:北京纪元彩艺印刷有限公司

开 本:787mm×1092mm 1/16

印 张:18

字 数:440千字

印 数:1—600册

版 次:2014年4月北京第1版

印 次:2014年4月北京第1次印刷

定 价:28.00元

书 号:ISBN 978 - 7 - 116 - 08737 - 8

(如对本书有建议或意见,敬请致电本社;如本书有印装问题,本社负责调换)

前 言

岩石矿物分析是分析化学在应用上的一个分支学科。它以岩石、矿物为研究对象，任务是确定岩石、矿物的化学组成及有关组分在不同赋存状态下的含量。因此，它是一门实践性很强的专业课。

本书根据岩石矿物分析要求选择了典型工作任务，通过创设真实工作情境，渗透必备知识。本书包括两个学习模块 8 个项目 41 项任务。学生在完成各专项知识学习和典型工作任务之后，集中进行综合性、系统化训练，以进一步提高学生的岗位适应能力。在编写格式上，每个任务分为任务描述、任务实施、任务分析、实验操作指南与安全提示、拓展提高、相关标准六大部分。每个项目之后还附有思考题，以便学生理解和掌握相关知识与技能。典型的学习性“工作任务”分别与相应工作岗位的知识、能力、素质要求相吻合，将理论与实践结合在一起，实现“教-学-做”的有机融合，突出教材的简明和实用。本书的特色与创新之处可以归纳为下列几个方面：

(1) 基于工作过程，分析确定教材内容。教材编写前，编者首先调研了江西分析测试中心以及地质调查大队、有关的矿产品加工企业的化验室所设立的职业岗位，分析了这些岗位的工作内容；根据工作内容，设计了课程学习情境，构建教材体系；最后，确定教材内容，确保所选内容能够满足学习者将来从事岩石矿物分析工作的需要。

(2) 引入最新国家标准、行业标准，体现学习内容的前瞻性。教材尽可能引入现代企业目前正在使用的国家最新标准分析方法，使教材内容具有先进性。

(3) 注重教材项目设计，体现“教-学-做”一体化。根据企业的工作流程、典型的工作任务设计教材项目任务。每个项目浓缩为一个典型的工作环节，学习任务与工作任务协调，实现“教-学-做”一体化。

(4) 注意任务与知识并行，体现理论与实践的一致性。在任务中渗透知识，体现理论的实用性。

(5) 引入科学的评价手段。教材采用形成性评价和终结性评价相结合的评价方法，着重考查学生的实验技能和操作能力，培养学生自主学习能力。教材提供了教师评价表、学生评价表及评价参照标准等经过教学检验的形成性评价手段，既引导学生

不断进步，也不会增加教师负担。

(6) 增加现代仪器分析方法，以拓宽学生的知识领域，适应科研及生产的发展要求。

本书由江西应用技术职业学院张冬梅、赵凤英和赣州华兴钨制品有限公司王长基担任主编，江西应用技术职业学院罗诗文、钟起志和甘肃工业职业技术学院石生益任副主编。编写分工为：张冬梅、王长基负责大纲的制定及全书的统编定稿；课程导入、项目一、项目二、项目八由张冬梅执笔；项目三、项目六由王长基执笔；项目五由赵凤英和石生益执笔；项目四、项目七由罗诗文、钟起志共同执笔。

书稿完成后，江西应用技术职业学院聘请江西省地矿局中心实验室陈金宝、赣州华兴钨制品有限公司张倩对书稿进行了审定；地质出版社聘请河北地质职工大学刘大洲作为主审，对书稿进行了评审。编者根据审稿意见对书稿进行了修改和完善。在此，向审稿人表示由衷的谢意！编写过程中，编者参考并引用了部分专家、学者公开出版的文献，谨向文献作者表示感谢！还要感谢江西应用技术职业学院的领导、同事对本书编写给予的大力支持和帮助。由于编者的学识水平所限，书中难免存在疏漏与不妥，敬请各位专家、读者批评指正。

编 者

2014 年 1 月于赣州

目 录

前言

课程导入 (1)

模块一 岩石矿物单项分析

项目一 地质样品分析基础知识及通用技术 (7)

任务1 认识地质实验测试工作 (7)

任务2 岩石矿物试样的制备 (14)

任务3 岩石矿物试样的分解 (21)

任务4 地质样品的定性与半定量分析 (29)

项目二 铁矿石分析 (35)

任务1 铁矿石分析方法的选择 (35)

任务2 铁矿石中全铁的测定 (40)

任务3 铁矿石中亚铁的测定 (45)

任务4 铁矿石中硫的测定 (49)

任务5 填写检验报告、评价项目任务 (54)

项目三 钨矿石分析 (57)

任务1 钨矿石分析方法的选择 (57)

任务2 钨矿石中三氧化钨的测定 (62)

任务3 钨精矿中三氧化钨的测定 (71)

任务4 钨精矿中钙的测定 (77)

任务5 填写检验报告、评价项目任务 (84)

项目四 钴矿石与钴产品的分析 (86)

任务1 钴矿石分析方法的选择 (86)

任务2 钴精矿中钴的测定 (91)

任务3 钴矿石中钴的测定 (96)

任务4 钴产品中杂质元素的测定 (101)

任务5 填写检验报告、评价项目任务 (107)

项目五 铜矿石分析 (109)

任务1 铜矿石分析方法的选择 (109)

任务2 铜精矿中铜的测定 (117)

| | | |
|------------|----------------|-------|
| 任务 3 | 铜矿石中铜的测定 | (124) |
| 任务 4 | 铜矿石的物相分析 | (130) |
| 任务 5 | 填写检验报告、评价项目任务 | (138) |
| 项目六 | 稀土元素分析 | (140) |
| 任务 1 | 稀土分析方法的选择 | (140) |
| 任务 2 | 稀土氧化物中稀土总量的测定 | (146) |
| 任务 3 | 岩矿中稀土总量的测定 | (152) |
| 任务 4 | 稀土配分量的测定 | (161) |
| 任务 5 | 填写检验报告、评价项目任务 | (171) |
| 项目七 | 贵金属元素分析 | (173) |
| 任务 1 | 贵金属分析方法的选择 | (173) |
| 任务 2 | 金矿石中金含量的测定 | (182) |
| 任务 3 | 矿石中银含量的测定 | (191) |
| 任务 4 | 矿石中钯含量的测定 | (200) |
| 任务 5 | 填写检验报告、评价项目任务 | (209) |

模块二 综合技能实训

| | | |
|-------------|-----------------------|-------|
| 项目八 | 硅酸盐系统分析 | (213) |
| 任务 1 | 硅酸盐中二氧化硅的测定 | (220) |
| 任务 2 | 硅酸盐中三氧化二铁的测定 | (229) |
| 任务 3 | 硅酸盐中三氧化二铝的测定 | (235) |
| 任务 4 | 硅酸盐中氧化钙的测定 | (244) |
| 任务 5 | 硅酸盐中氧化镁的测定 | (249) |
| 任务 6 | 硅酸盐中二氧化钛的测定 | (252) |
| 任务 7 | 硅酸盐中氧化钾、氧化钠的测定 | (256) |
| 参考文献 | | (261) |
| 附录一 | 质量记录表格 | (263) |
| 附录二 | 考核评价表格 | (271) |
| 附录三 | 常用酸碱溶液的相对密度与浓度 | (277) |
| 附录四 | 矿石质量标准 | (278) |

课程导入

岩石矿物分析是测定岩石、矿物的化学组成及有关组分在不同赋存状态下含量的一门学科。

一、岩石矿物分析的意义

岩石矿物分析是整个地质工作中的一个重要组成部分。在地质普查阶段，需要完成大量的简项分析，以确定矿的有无与矿的类别；在勘探阶段，更需要大量简项分析和全分析，以便了解其赋存状态及共生元素的情况，确定矿石品位和开采价值，从而拟定出合理的开采方案；同时，岩石矿物分析的数据也是各种地质研究成果中的重要组成部分。所以，岩石矿物分析在地质工作中占有十分重要的地位。

岩石和矿物均系天然产物，种类繁多，成分和结构复杂，含量有高有低，要求分析的项目多种多样，所以分析方法也必须随试样的不同而相应地有所变化。分析化学的所有方法和原理几乎都可以用于岩石矿物分析的实践中。

岩石矿物分析称取的试样一般为几百、几十甚至几毫克，而地质工作所采集的岩石矿物样品可以多至几千克甚至几十千克，且样品复杂、多样、不均匀，因此，必须有一套特定的样品加工工艺，在分析前将样品制成有代表性的分析试样。

岩石矿物分析的成果，直接关系到国家矿产资源的储量计算，也是将来开采、冶炼、设计工作的重要依据。因此，在分析工作的全过程，必须要有一套严格的工作规范，分析结果必须符合国家规定的允许误差范围。

根据岩石矿物分析的特点，在学习这门课程之前，必须牢固掌握分析化学和仪器分析的基础知识和实验技能，掌握一定的地质基础知识和其他有关基础理论课的基本原理。岩石矿物分析是一门实践性很强的学科，在学习过程中，树立实践第一的观点，坚持理论联系实际的原则。对于实验操作，必须按规定严格要求，培养严谨的科学实验态度，提高分析问题和解决问题的能力。

二、岩石矿物分析的分类

由于地质工作者对岩石矿物分析的目的与要求不同，岩石矿物分析一般分为简项分析、全分析、单矿物分析、岩石物相分析及元素相态分析等。

1. 简项分析

简项分析是了解矿石中一种或几种主要有益、有害组分的含量，是圈定矿体、划分矿石类型和品级、进行储量计算的主要依据。例如：对于碳酸盐类岩石，测定氧化钙、氧化镁和酸不溶物三种组分的含量；对于铁矿石通常测定铁、硫、磷、砷和二氧化硅等主要组

分以及冶炼过程的有害组分和造渣组分。

2. 全分析

全分析是指对岩石、矿物组分的全面分析。它的目的是全面了解岩石、矿物中各种组分的含量，通常在进行此项分析工作之前，先做光谱半定量分析；根据光谱分析结果，确定全分析项目。

3. 单矿物分析

岩矿分析工作中，有时需要把某一矿物单独挑选出来进行分析，通常称为单矿物分析。它的目的是：研究矿物的组成，查明某些元素的赋存状态，确定矿物名称及其化学式等。因目的不同，对分析准确度的要求也不一样。如为了确定矿物的名称，只需测定主要组分及含量；如为了确定矿物的组成，则需对其化学成分做全面而准确的分析。

因为许多细小矿物很难挑选，所以，为单矿物分析提供试样的挑选工作量是很大的。因此，进行单矿物分析，应尽可能选用耗样量少的分析方法。

4. 矿物物相分析

矿物物相分析是以镜下鉴定、X射线衍射分析、差热分析以及红外光谱等分析方法为手段，确定矿石中矿物组成、晶粒大小及结构特征；应用化学选择性溶解方法，确定各矿所占百分率。矿物物相分析结果是矿床质量评价、选矿试验以及最终确定冶炼方案的重要依据。

元素相态分析是矿物物相分析的延拓。它是测定试样中元素的赋存状态并确定某元素在各种化合物中所占比例的测试技术。对地球化学样品来说，它是测定构成地球化学异常的元素赋存状态，其中包括元素的价态、元素化合价形式、元素与其他矿物的结合关系及分布形态等。

三、岩石矿物分析的过程和分析技术

岩石矿物分析的过程遵循定量分析的一般程序，即可分为样品制备、试样分解、测定和数据处理等步骤。对于某些固体进样的分析方法来说，可略去试样分解的步骤；对于某些组分复杂的岩矿试样，为消除共存组分的干扰，在测定前还需要增加分离和富集的步骤。

岩石矿物种类繁多，成分和结构复杂，含量高低不一，要求分析的项目多种多样：除常量分析外，还要求在同一试样中进行多种痕量组分的定量分析；要求用极少量试样甚至不破坏试样的多组分定量分析；要求尽可能地现场分析；甚至要求对井下不经采样而进行遥控分析，以及可能遇到的宇宙天体的采样分析等。所以分析方法随分析化学的发展和试样的不同也在变化。岩石矿物分析除了使用多种化学分析方法外，越来越多地采用现代的仪器分析方法来获得结果。例如光度法、电化学分析法、色谱分析法、原子吸收光谱法、原子荧光光谱法、等离子体原子发射光谱法、X射线分析法、质谱分析法等。

选择分析方法时，应根据各种方法的特点、试样的组成和含量高低，以及对分析项目的准确度要求而定。由于电子计算科学的发展，数学、物理等学科不断向分析化学渗透，当今的分析操作向自动化发展。

四、质量控制的手段

对于分析结果的准确度，常用以下方法进行检查。

(一) 对照实验

1. 双份平行测定

由同一人同时做双份平行测定，如果两份结果相差很大，则表明其分析结果的精密度有问题。这种对照方法常用于水样、煤样和物相分析中。

2. 基本分析和检查分析

基本分析是指一般实验室进行的日常生产分析工作。检查分析是指在基本分析任务中按一定比例抽出部分试样同时交由另外的分析人员进行分析，以此来对照检查基本分析的质量。此种检查分析又叫内部检查分析。

在生产上一般 10 个以上的样品，应交由不同人员进行基本分析和检查分析，具体操作见《地质矿产实验室测试质量管理规范》。

3. 标准试样或管理样的利用

在生产化验室中，当发出成批试样时，在其中插入若干个标准试样或管理样。收到结果后，对照检查这些已知试样的结果，如果没有超差，则说明这一批分析结果是可靠的。

4. 外检

生产化验室在做完一批试样的分析以后，为确保分析结果的质量，常抽出部分样品送交其他单位进行分析，将所得的结果与本单位的分析结果对照。这种方法在生产部门称为“外检”。

各实验室在分析外检样品时，应采用最准确的方法，并由经验丰富的分析人员进行 100% 的检查分析。

5. 其他分析方法

利用国家标准方法，或公认与可靠的经典方法，与选用的分析方法分析同一试样，如果分析结果符合公差要求，说明选用的分析方法是可靠的。

在岩矿分析中，因样品成分甚为复杂，如果采用不同的方法（即使不是标准方法）分析同一试样，求其结果的平均值，可以减少某些成分产生相同影响的机会，因而容易发现可能存在的误差。

(二) 求分析结果之和

在全分析中计算分析结果的总和是一种有效的检查方法。虽然总和结果接近 100% 不一定准确度高，但离 100% 太远，则说明结果肯定有误差。因为，在全分析中，误差相互抵消是常有的事。例如，若二氧化硅分离不完全而残余的二氧化硅与其他氧化物一起沉淀，则在最后结果中，二氧化硅的结果偏低而其他氧化物的结果偏高，因此在结果总和中它们的误差会相互抵消。在计算结果的总和时，还需注意某些项目的校正，如有氟或硫化物存在时，应分别减少氧当量。

一般情况下，全分析中各项目总和不低于 99.3% ，不高于 101.2% （要求高则不应低于 99.5% ，不高于 100.75% ）。

（三）加标回收实验

在试样中加入一定量的待测成分，然后进行该成分的测定。测定的结果与原样（未加入待测成分的）结果相比较，两个结果之差即为加入成分的回收量。倘若回收是完全的，则测定的准确度较为可靠。此法在分光光度法、极谱法测定中使用较广泛。加入的待测成分（标准）的量应接近试样中该成分原来的含量，若相差太大，会失去检查的作用。

模块一



岩石矿物单项分析

项目一 地质样品分析基础知识及通用技术

知识目标

- 了解岩石矿物分析流程。
- 知道岩石矿物分析数据的处理和评定。
- 知道岩石矿物试样的采取与制备及分解方法。
- 明白岩石矿物样品定性分析方法原理。

技能目标

- 能对岩石矿物试样进行采取与制备。
- 会选用适当分解技术进行试样处理。
- 能用发射光谱法对试样进行定性分析。
- 能填写相关质量记录表格。

知识 技能

任务1 认识地质实验测试工作

任务 描述

岩石矿物等地质样品的分析数据，反映了自然界客观事物存在的形态及其衍生、变化情况，提供了化学元素迁移、富集的规律和开发利用矿产资源的依据。对分析数据的最基本要求是准确，但任何一个分析程序都会产生大小不一的误差，分析人员的技术水平也会有差异。如何才能获得准确一致的数据，如何判断数据是否准确，需要一个可行的、公认的办法。通过本次任务的学习，明白实验室工作流程及实验室质量控制相关知识；知道准确度和精密度控制办法。



任务分析

实验室中岩石矿物分析主要由以下基本程序组成：

样品验收→试样的加工→进行定性→根据样品组成及待测项目选择测定方法→拟定分析方案→实施检测→审查分析结果。

一、样品验收

(1) 实验室接收客户样品时，应根据客户的要求对样品编号、数量、质量、性质（特性）、包装和可检性等逐项查对、验收、登记。

(2) 接收客户实验室样品时，应记录不符合情况和对可检性的偏离及商定的解决方法。

(3) 实验室应建立合同评审程序。对于新的（第一次）、复杂的、重要的或先进的测试任务，实施合同评审并保存所有记录。

二、样品标识

实验室应具有样品标识系统。样品在实验室的整个过程应保留该标识。样品标识系统的设计和运作应确保样品实物和所有涉及样品的记录在实验室流转过程中不会混淆。

三、试样制备

实验室样品制备应根据样品性质、测试要求选用相关标准或规范的制备方法，确保试样的代表性和一致性。分析样品制备应严格按照《岩石矿物分析试样制备》（DZ/T 0130.2-2006）中的规定执行。对于送样单位有特殊加工要求的样品，可按照送样单位的要求进行加工，但应遵循《岩石矿物分析试样制备》中规定的加工原理。

四、测试方法选择

选择测试方法应考虑：

(1) 满足客户的需求；符合相应法规、标准或规范的要求；适合于被检样品；本实验室人员、设备能力和环境条件；安全、成本和时间。

(2) 选择测试方法首选标准方法，其次是通过确认的非标准方法。使用非标准方法应征得客户同意。

(3) 根据岩石矿物种类和特性选择分析方法。

(4) 同一组分有两个或两个以上分析方法时，应根据试样的基体组成和待测组分含量大致范围选择适宜的分析方法。测量值应在使用分析方法的有效测量范围之内。

(5) 物相分析的分析方法，应根据采样矿区的具体特点，进行方法试验后确定。

(6) 在能确保分析质量和客户要求的前提下，应当使用准确、快速、先进的分析方法。

(7) 校准曲线点数、各点浓度水平、空白试验等均应合理、有效。

(8) 对基体效应和干扰影响，应采用有效的消除方法。

(9) 新制定的测试方法、非标准方法、超出预定范围使用的标准方法、扩充和修改过的标准方法等应进行确认，以证实该方法适用于预期用途和目的。确认可采用下列一种或多种方法：①使用参考标准或标准物质进行校准；②与其他标准方法所得结果进行比对；③实验室间比对；④对所得结果不确定度进行评定。

五、实施检测

试样按所选用的测试方法实施检测，应由具有一定理论知识和操作经验的化验室操作人员进行。化验室操作人员在收到样品流转单后，严格按照本专业质量控制程序文件和本化验室仪器设备操作规程进行检测工作。对所需进行实验的产品采用国家标准、行业标准或顾客指定的标准进行实验作业。实验人员在实验完毕后将实验的结果和各种原始数据记录于“原始记录本”中。所记录的实验结果应能真实反映实验情况，每个结果均应有操作人员签名确认，必要时须由第二人复核。

六、分析过程的质量控制

（一）控制原则

准确度控制与精密度控制并重；标准物质控制与重复分析控制及空白试验控制相结合。

（二）准确度控制方法

1. 标准物质

试样的每个分析批次，均应插入标准物质、重复试样，同时进行空白试验。

每分析批次样数为 10 个以下时，应插入 1~2 个标准物质控制；10 个以上时，插入 2~3 个标准物质监控；特殊试样或质量要求较高的试样可酌情增加标准物质的监控数量。

（1）插入标准物质应：①在每个分析批试样中的位置随机或均匀分布；②同一标准物质不能既用作校准曲线又用于同一测试过程的质量监控。

（2）选择标准物质应：①标准物质的含量水平与预期应用的水平相适应；②标准物质的基体与待测试样的基体应尽可能接近；③标准物质应以与待测试样相同的形态使用；④标准物质的数量应满足整个实验计划的使用；⑤标准物质的使用应在其注明的有效期限之内，并符合贮存条件；⑥标准值的不确定度应满足客户对分析质量的预期。

2. 加标回收

如没有合适的标准物质时，应采用加标回收方法。

在测定试样的同时，于同一试样的子样中加入一定量的已知标准进行测定，将其测定结果扣除样品的测定值，计算回收率：

$$\text{回收率}(\%) = [(\text{加标试样测得量} - \text{试样测得量}) / \text{加标量}] \times 100\%$$

（三）精密度控制方法

（1）重复分析数量据客户对质量的总体要求来确定，一般情况下为：①采用随机抽样方法，重复分析数量为每批次试样数的 20%~30%；②每批次分析试样数不超过 5 个时，重复分析数为 100%；③光谱半定量分析，随机抽取试样的数量为每批次分析试样数的 5%~10%；④特殊试样或质量要求较高的试样可酌情增加抽取试样的数量直到 100% 分析。

(2) 随机抽取的重复分析试样应编成密码，交由不同人员进行分析；试样数量少时，也可由同一人承担。

(四) 空白试验控制方法

每次分析至少插入 2 个空白试验，与试样同时分析。

七、记录控制

测试原始记录是出具测试报告的依据，是测试过程的记录，应能够重现测试工作的全部过程。实验室应当根据测试项目或测试方法制定原始记录格式，原始记录至少应包括以下内容：

- (1) 原始记录的标题；
- (2) 原始记录的唯一编号和每页及总页数的标识；
- (3) 测试样品的状况；
- (4) 测试依据和方法；
- (5) 使用的仪器设备名称和编号；
- (6) 记录观察得到的数据、计算公式和导出的结果；
- (7) 测试时的环境条件；
- (8) 测试中意外情况的描述和记录（如果有）；
- (9) 测试日期；
- (10) 测试人员和相关人员的签名。

记录应按规定的格式填写，应做到客观、真实、准确、全面和及时，不应漏记、补记、追记。

记录的更正应采用杠改方法，更改后的值应在被更改值附近，并有更改人标识。电子存储记录更改也应遵循上述更改原则，避免原始数据丢失或不清楚。被更改的原记录仍应清楚可见，不允许消失或不清楚。

八、结果报告

实验室应准确、清晰、明确和客观地报告每一项或一系列的测试结果，并符合测试方法中的规定。测试结果应以测试报告的形式出具，并且应包括客户要求的、说明测试结果所必需的和所用方法要求的全部信息。

(一) 测试报告的信息

测试报告应至少包括下列信息：

- (1) 标题；
- (2) 实验室名称和地址，进行测试的地点（如果与实验室的地址不同）；
- (3) 客户的名称和地址及联系人；
- (4) 所用方法的标识；
- (5) 测试样品的描述、状态和明确的标识；