

有色金属工业分析丛书

重金属冶金分析

· 3 ·

《有色金属工业分析丛书》
编辑委员会 编

73058
212

有色金属工业分析丛书 3

重金属冶金分析

《有色金属工业分析丛书》

编辑委员会 编

3605/13

冶金工业出版社

(京) 新登字036号

内 容 提 要

《重金属冶金分析》是《有色金属工业分析丛书》之一。书中概括地阐述了铜、铅、锌、镉、镍、钴、锡、铋、锑、汞的分离与富集和测定方法，系统地介绍了上述重金属冶炼过程中的原料、中间物料、金属产品的实用分析方法，并包括一些新的分析技术的应用。

本书可供冶金、机械、地质、环保系统的科研、厂矿单位从事分析检验工作的人员使用，也可供高等院校、中等专业学校有关专业师生参考。

有色金属工业分析丛书 3

重 金 属 冶 金 分 析

《有色金属工业分析丛书》编辑委员会 编

责任编辑 刘永琴

*

冶金工业出版社出版发行

(北京北河沿大街嵩祝院北巷39号)

新华书店总店科技发行所经销

北京昌平百善印刷厂印刷

*

850×1168 1/32 印张 18 字数 463千字

1994年8月第一版 1994年8月第一次印刷

印数1~1700册

ISBN 7-5024-1450-9

TF·333 定价22.00元

《有色金属工业分析丛书》

编辑委员会

主任委员

王道隆

副主任委员

(按姓氏笔划为序)

丁长兴 王家洪 朱子长 张凤兮

杨邦俊 秦光荣 翁吉生 符斌

委员

(按姓氏笔划为序)

丁官忠 于广聪 王守成 王履宏

刘文华 邬安华 苏德 吴永福

陆世鑫 李昌世 张志龙 张宝琦

张惠斌 林庆权 赵多仲 赵敏政

夏汉祥 郭采文 徐金华 常发现

龚美菱 袁立奋 蔡绍勤 薛潮明

本册主编

符斌

副主编

孙淑媛

编写人员

(按姓氏笔划为序)

王守成 王履宏 孙龄高 刘翰屺

吴永福 严纪良 邹家寅 苏德

林庆权 贾广化 郭采文 唐德保

魏怡若

编 者 的 话

建国40多年来，我国有色金属工业有了突飞猛进的发展。分析测试工作在有色金属工业生产中是一个不可缺少的环节，它对有色金属工业的生产、科研、产品质量的提高都起着重要的作用。目前，有色金属工业分析专业门类齐全，仪器设备先进，拥有一支技术水平较高的专业队伍，实现了现代化管理，在全国分析行业中享有一定的声誉。

为了系统总结有色金属工业分析在理论和实际工作中的成就和经验，进一步提高本行业的分析测试水平以适应我国有色金属工业的发展，在中国有色金属工业总公司科技局的支持和领导下，由有色金属分析化学科技协作组和有色金属分析情报网共同筹划，组成了编辑委员会，负责组织《有色金属工业分析丛书》的编写工作。《丛书》的编写以先进性与实用性相结合为指导思想，力求反映出我国有色金属工业分析的特色和技术水平。由于有色金属产品种类繁多，《丛书》基本按分析对象分类，每本书又各具特色，内容丰富，既有简明的理论阐述，又有实用方法介绍，既有经典化学分析方法，又有现代仪器分析方法，可作为分析测试人员的实用工具书。

《丛书》共九种：

- 1 现代分析化学基础
- 2 地质和地球化学物料分析
- 3 重金属冶金分析
- 4 轻金属冶金分析
- 5 贵金属分析
- 6 难熔金属和稀散金属冶金分析
- 7 稀土分析
- 8 高纯金属和半导体材料分析
- 9 矿石和工业产品化学物相分析

《丛书》在编写过程中，得到了沈阳冶炼厂、株洲冶炼厂、白银有色金属公司、金川有色金属公司、云南锡业公司、郑州铝厂、葫芦岛锌厂、株洲硬质合金厂、跃龙化工厂、北京有色金属研究总院、北京矿冶研究总院、中国有色金属工业总公司矿产地质研究院、广州有色金属研究院、郑州轻金属研究院、昆明贵金属研究所、西北有色金属研究院、西北有色金属地质研究所、湖南稀土金属材料研究所、峨眉半导体材料研究所、上海有色金属研究所和中南工业大学等单位的领导和广大分析工作者的积极支持，在此表示致谢。

《丛书》中的《重金属冶金分析》共分九章，分别为铜、铅、锌、镉、镍和钴、锡、铋、锑、汞的冶金分析。概括阐述了上述10种重金属元素的分离与富集和测定方法，并系统介绍了它们的冶炼过程中原料、中间物料和金属产品的各种分析方法。

《有色金属工业分析丛书》编辑委员会

1993年11月

目 录

1 铜冶金分析	1
1.1 概论	1
1.1.1 铜的分离与富集	2
1.1.2 铜的测定方法	4
1.2 铜精矿分析	8
1.2.1 概述	8
1.2.2 铜的测定	10
1.2.3 铅的测定	11
1.2.4 锌的测定	12
1.2.5 极谱法连续测定铅和锌	14
1.2.6 火焰原子吸收光谱法测定镉	15
1.2.7 铁的测定	15
1.2.8 燃烧-酸碱滴定法测定硫	16
1.2.9 砷的测定	18
1.2.10 离子选择电极法测定氟	20
1.2.11 火焰原子吸收光谱法测定钴	21
1.2.12 火焰原子吸收光谱法测定氧化镁	21
1.2.13 金和银的测定	21
1.2.14 原子发射光谱法测定铜精矿中氧化钙、氧化镁和氧化 铝	25
1.2.15 电感耦合等离子体原子发射光谱法测定铜精矿中6 种杂质元素	25
1.2.16 电感耦合等离子体原子发射光谱法测定铜精矿中10种 杂质元素	27
1.3 铜冶炼中间物料分析	29
1.3.1 概述	29
1.3.2 铜的测定	30

1.3.3	铁的测定	33
1.3.4	燃烧-酸碱滴定法测定硫	35
1.3.5	铅的测定	35
1.3.6	锌的测定	35
1.3.7	二氧化硅的测定	36
1.3.8	EDTA滴定法测定氧化钙和氧化镁	37
1.3.9	氧化钙的测定	38
1.3.10	火焰原子吸收光谱法测定氧化镁	39
1.3.11	砷的测定	39
1.3.12	铈的测定	40
1.3.13	铋的测定	41
1.3.14	硒的测定	43
1.3.15	碲的测定	46
1.3.16	火焰原子吸收光谱法测定镍	47
1.3.17	火焰原子吸收光谱法测定铟和铊	47
1.3.18	汞的测定	48
1.3.19	金和银的测定	49
1.3.20	原子发射光谱法测定粗铜和阳极铜中杂质元素	50
1.3.21	X射线荧光光谱法测定铜冶炼中间物料中多元素	51
1.4	金属铜分析	53
1.4.1	概述	53
1.4.2	铜的测定	55
1.4.3	燃烧-碘量法测定硫	56
1.4.4	铅的测定	57
1.4.5	碘化钾吸光光度法测定铋	59
1.4.6	镍的测定	60
1.4.7	锡的测定	61
1.4.8	孔雀绿吸光光度法测定铈	62
1.4.9	邻菲罗啉吸光光度法测定铁	63
1.4.10	锌的测定	63
1.4.11	铜试剂银盐吸光光度法测定砷	65

1.4.12	磷钼蓝吸光光度法测定磷	66
1.4.13	硅钼蓝吸光光度法测定硅	67
1.4.14	镉的测定	67
1.4.15	脉冲加热电量法测定氧	69
1.4.16	原子发射光谱法测定金属铜中杂质元素	69
1.5	铜合金分析	72
1.5.1	概述	72
1.5.2	铜的测定	74
1.5.3	铅的测定	74
1.5.4	铁的测定	77
1.5.5	铝的测定	77
1.5.6	锰的测定	78
1.5.7	锡的测定	79
1.5.8	镍的测定	80
1.5.9	锌的测定	82
1.5.10	铍的测定	83
1.5.11	镉的测定	84
1.5.12	铬的测定	84
1.5.13	钴的测定	85
1.5.14	镁的测定	86
1.5.15	钼的测定	88
1.5.16	过氧化氢吸光光度法测定钛	88
1.5.17	硅的测定	89
1.5.18	碘化钾吸光光度法测定铋	90
1.5.19	结晶紫吸光光度法测定锑	91
1.5.20	砷的测定	91
1.5.21	磷的测定	92
1.5.22	燃烧-碘量法测定硫	92
1.5.23	非水滴定法测定碳	92
1.5.24	原子发射光谱法测定黄铜中杂质元素	93
1.5.25	原子发射光谱法测定复杂黄铜中杂质元素	94
1.5.26	原子发射光谱法测定青铜中杂质元素	95

1.5.27 原子发射光谱法测定白铜中杂质元素	97
参考文献	98
2 铅冶金分析	100
2.1 概论	100
2.1.1 铅的分离与富集	100
2.1.2 铅的测定方法	103
2.2 铅精矿分析	105
2.2.1 概述	105
2.2.2 铅的测定	108
2.2.3 EDTA滴定法测定锌	110
2.2.4 铜的测定	111
2.2.5 砷铋钼蓝吸光光度法测定砷	111
2.2.6 氧化镁的测定	113
2.2.7 铬天青S吸光光度法测定氧化铝	114
2.2.8 $P_{2}O_{4}$ 萃取-硫脲吸光光度法测定铋	115
2.2.9 金和银的测定	116
2.2.10 燃烧-酸碱滴定法测定硫	119
2.2.11 X射线荧光光谱法测定铅精矿中多元素	120
2.3 混合料和烧结块分析	123
2.3.1 概述	123
2.3.2 硅钼蓝吸光光度法测定二氧化硅	123
2.3.3 EDTA滴定法测定铁	124
2.3.4 氧化钙的测定	125
2.3.5 重铬酸钾滴定法测定砷	126
2.3.6 EDTA滴定法测定铅	127
2.4 粗铅和阳极板分析	127
2.4.1 概述	127
2.4.2 EDTA滴定法测定铅	128
2.4.3 硫脲吸光光度法测定铋	129
2.4.4 新铜试剂萃取吸光光度法测定铜	130
2.4.5 铋的测定	130

2.4.6	锡的测定	132
2.4.7	火试金法测定金和银	133
2.5	炉渣和冰铜分析	134
2.5.1	概述	134
2.5.2	极谱法测定铜和锌	135
2.5.3	氟化物解蔽-EDTA滴定法测定铝	135
2.5.4	极谱法测定铅	137
2.5.5	碘量法测定铜	137
2.5.6	非水滴定法测定碳	138
2.5.7	高频燃烧红外吸收光谱法测定碳和硫	139
2.6	烟尘分析	140
2.6.1	概述	140
2.6.2	极谱法测定镉	141
2.6.3	结晶紫萃取吸光光度法测定铊	141
2.6.4	EDTA滴定法测定铅	14 ²
2.7	铅电解液分析	142
2.7.1	概述	142
2.7.2	酸碱滴定法测定硅氟酸	143
2.7.3	EDTA滴定法测定铅	143
2.7.4	铜试剂萃取吸光光度法测定铜	144
2.7.5	苯基荧光酮吸光光度法测定锡	145
2.7.6	新铜试剂-甲基橙萃取吸光光度法测定银	145
2.7.7	离子选择电极法测定游离氟	146
2.7.8	间接碘量法测定氨基乙酸	147
2.7.9	亚硝酸钠转化-吸光光度法测定 β -萘酚	148
2.8	阳极泥分析	149
2.8.1	概述	149
2.8.2	EDTA滴定法测定铅	149
2.8.3	EDTA滴定法测定铋	150
2.8.4	硫酸铈、溴酸钾滴定法连续测定铈和砷	151
2.8.5	火试金法测定金和银	150

2.9	金属钎分析	151
2.9.1	概述	151
2.9.2	双乙醛草酰二脞吸光光度法测定铜	153
2.9.3	新铜试剂-甲基橙萃取吸光光度法测定银	153
2.9.4	碘化钾-马钱子碱萃取吸光光度法测定铋	154
2.9.5	铜试剂银盐吸光光度法测定砷	155
2.9.6	孔雀绿萃取吸光光度法测定铈	156
2.9.7	邻苯二酚紫-CTMAB吸光光度法测定锡	157
2.9.8	邻菲罗啉吸光光度法测定铁	158
2.9.9	结晶紫萃取吸光光度法测定铊	158
2.9.10	双硫脞萃取吸光光度法测定铋	159
2.9.11	火焰原子吸收光谱法测定碲	160
2.9.12	原子发射光谱法测定金属铅中杂质元素	161
2.10	铅合金分析	162
2.10.1	概述	162
2.10.2	新铜试剂萃取吸光光度法测定铜	163
2.10.3	苯基荧光酮-CTMAB吸光光度法测定铋	163
2.10.4	苯基荧光酮-CTMAB吸光光度法测定锡	16 ⁴
2.10.5	砷钼蓝吸光光度法测定砷	165
2.10.6	高频燃烧红外吸收光谱法测定硫	166
	参考文献	166
3	锌冶金分析	168
3.1	概论	168
3.1.1	锌的分离与富集	169
3.1.2	锌的测定方法	171
3.2	锌精矿分析	174
3.2.1	概述	174
3.2.2	EDTA滴定法测定锌	176
3.2.3	燃烧-酸碱滴定法测定硫	177
3.2.4	EDTA滴定法测定铁	178
3.2.5	二氧化硅的测定	179

3.2.6	铅的测定	180
3.2.7	铜的测定	181
3.2.8	砷的测定	182
3.2.9	镉的测定	184
3.2.10	离子选择电极法测定氟	185
3.2.11	苯基荧光酮吸光光度法测定锡	186
3.2.12	孔雀绿吸光光度法测定锑	187
3.2.13	火焰原子吸收光谱法测定银	188
3.2.14	火焰原子吸收光谱法测定钙和镁	188
3.3	锌冶炼中间物料分析	189
3.3.1	概述	189
3.3.2	锌的测定	194
3.3.3	镉的测定	198
3.3.4	铅的测定	201
3.3.5	铜的测定	203
3.3.6	铁的测定	205
3.3.7	砷的测定	207
3.3.8	锑的测定	208
3.3.9	苯基荧光酮吸光光度法测定锡	210
3.3.10	钴的测定	210
3.3.11	铟的测定	213
3.3.12	苯基荧光酮吸光光度法测定锗	214
3.3.13	硫的测定	216
3.3.14	二氧化硅的测定	217
3.3.15	离子选择电极法测定氟	218
3.3.16	氯的测定	219
3.3.17	锰的测定	220
3.3.18	铝的测定	222
3.3.19	氧化钙的测定	224
3.3.20	氧化镁的测定	225
3.3.21	非水滴定法测定碳	226

3.3.22	火焰原子吸收光谱法测定镓	227
3.4	金属锌分析	227
3.4.1	概述	227
3.4.2	铅的测定	229
3.4.3	镉的测定	230
3.4.4	铁的测定	231
3.4.5	铜的测定	232
3.4.6	砷钼蓝吸光光度法测定砷	233
3.4.7	铋的测定	234
3.4.8	火焰原子吸收光谱法测定镁	235
3.4.9	苯基荧光酮-CTMAB吸光光度法测定锡	235
3.4.10	原子发射光谱法测定Zn-0、Zn-1和Zn-2中4种杂质元素	236
3.4.11	原子发射光谱法测定Zn-4、Zn-5中铜和锡	238
3.4.12	原子发射光谱法测定Zn-4中9种杂质元素	238
3.5	锌合金与其他成品分析	239
3.5.1	概述	239
3.5.2	热镀锌合金分析	241
3.5.3	铸造锌合金分析	243
3.5.4	锌粉分析	247
3.5.5	氧化锌分析	247
3.5.6	火焰原子吸收光谱法测定锌合金中铋和镉	254
	参考文献	255
4	镍和钴冶金分析	257
4.1	概论	257
4.1.1	镍的分离与富集	258
4.1.2	钴的分离与富集	259
4.1.3	镍的测定方法	260
4.1.4	钴的测定方法	261
4.2	镍矿石分析	262
4.2.1	概述	262

4.2.2	镍的测定	264
4.2.3	钴的测定	265
4.2.4	铜的测定	267
4.2.5	EDTA滴定法测定氧化镁	269
4.2.6	氟硅酸钾沉淀-酸碱滴定法测定硅	270
4.2.7	燃烧-酸碱滴定法测定硫	271
4.3	镍和钴冶炼中间物料分析	272
4.3.1	概述	272
4.3.2	EDTA滴定法测定低冰镍中镍	273
4.3.3	碘量法测定低冰镍中铜	274
4.3.4	亚硝基R盐吸光光度法测定低冰镍中钴	274
4.3.5	EDTA滴定法测定低冰镍中铁	274
4.3.6	丁二肟重量法测定高冰镍中镍	274
4.3.7	磺基水杨酸吸光光度法测定高冰镍中铁	275
4.3.8	硫酸钡重量法测定高冰镍中硫	276
4.3.9	钴的测定	276
4.4	镍电解液分析	279
4.4.1	概述	279
4.4.2	EDTA滴定法测定镍	279
4.4.3	钴的测定	280
4.4.4	铜试剂吸光光度法测定铜	281
4.4.5	铁的测定	282
4.4.6	极谱法测定铅	283
4.4.7	MIBK萃取-双硫脲滴定比色法测定锌	283
4.4.8	硝酸汞滴定法测定氯	284
4.4.9	硫酸联苯胺沉淀-酸碱滴定法测定硫酸根	285
4.5	钴电解液分析	285
4.5.1	概述	285
4.5.2	EDTA滴定法测定钴	286
4.5.3	铜试剂吸光光度法测定铜	287
4.5.4	丁二肟萃取吸光光度法测定镍	287

4.5.5	极谱法测定铅	288
4.5.6	MIBK萃取-二苯基邻菲罗啉吸光光度法测定铁	288
4.6	金属镍分析	289
4.6.1	概述	289
4.6.2	新铜试剂-甲基橙吸光光度法测定铜	291
4.6.3	MIBK萃取-二苯基邻菲罗啉吸光光度法测定铁	292
4.6.4	二安替比林甲烷吸光光度法测定钴	292
4.6.5	二甲酚橙吸光光度法测定铋	293
4.6.6	铬天青S吸光光度法测定铝	293
4.6.7	磷钼蓝吸光光度法测定磷	294
4.6.8	结晶紫吸光光度法测定铈	295
4.6.9	PAN吸光光度法测定锌	295
4.6.10	极谱法测定铅	296
4.6.11	硅钼蓝吸光光度法测定硅	297
4.6.12	砷钼蓝吸光光度法测定砷	297
4.6.13	苯基荧光酮吸光光度法测定锡	298
4.6.14	火焰原子吸收光谱法测定镉、镁和锰	299
4.6.15	高频燃烧红外吸收光谱法测定硫	299
4.6.16	高频燃烧红外吸收光谱法测定碳	300
4.6.17	原子发射光谱法测定金属镍中杂质元素	301
4.7	工业硫酸镍分析	303
4.7.1	概述	303
4.7.2	丁二肟重量法测定镍	304
4.7.3	亚硝基R盐吸光光度法测定钴	305
4.7.4	邻菲罗啉吸光光度法测定铁	305
4.7.5	新铜试剂吸光光度法测定铜	306
4.7.6	双硫腙吸光光度法测定铅	306
4.7.7	双硫腙吸光光度法测定锌	307
4.7.8	重量法测定水不溶物	307
4.7.9	2,4-二甲苯酚蒸馏吸光光度法测定 NO_3^-	308
4.7.10	EDTA滴定法测定钙和镁	308

4.7.11	重量法测定铵沉淀物(以Al计, 不包括Fe)	309
4.7.12	蒸馏分离-酸碱滴定法测定氨	309
4.7.13	火焰原子吸收光谱法测定钙和镁	310
4.7.14	火焰原子吸收光谱法测定钴	310
4.8	金属钴分析	310
4.8.1	概述	310
4.8.2	5-Br-PADAP吸光光度法测定镍	311
4.8.3	极谱法测定铅	312
4.8.4	高锰酸盐吸光光度法测定锰	313
4.8.5	新铜试剂-甲基橙吸光光度法测定铜	313
4.8.6	二苯基邻菲罗啉吸光光度法测定铁	313
4.8.7	铬天青S吸光光度法测定铝	313
4.8.8	磷钼蓝吸光光度法测定磷	313
4.8.9	结晶紫吸光光度法测定锑	313
4.8.10	硅钼蓝吸光光度法测定硅	313
4.8.11	砷钼蓝吸光光度法测定砷	313
4.8.12	高频燃烧红外吸收光谱法测定硫	313
4.8.13	高频燃烧红外吸收光谱法测定碳	314
4.8.14	火焰原子吸收光谱法测定镉、镁和锌	314
4.8.15	电热原子吸收光谱法测定锡	314
4.8.16	原子发射光谱法测定金属钴中杂质元素	315
4.9	氧化钴分析	317
4.9.1	概述	317
4.9.2	亚硝酸钴钾重量法测定钴	318
4.9.3	火焰原子吸收光谱法测定钠	318
4.9.4	铜试剂银盐吸光光度法测定砷	319
4.9.5	蒸馏-极谱法测定硫	319
4.9.6	火焰原子吸收光谱法测定镉	322
4.9.7	原子发射光谱法测定氧化钴中杂质元素	322
4.10	工业硫酸钴分析	323
4.10.1	概述	323