

有色金属工业分析丛书

难熔金属和稀散

金属冶金分析

· 6 ·

有色金属工业分析丛书》
编辑委员会 编

有色金属工业分析丛书 6

难熔金属和稀散金属 冶金分析

《有色金属工业分析丛书》

编辑委员会 编

冶金工业出版社



(京) 新登字036号

内 容 提 要

《难熔金属和稀散金属冶金分析》是《有色金属工业分析丛书》之一。书中概括介绍了难熔金属和稀散金属冶金分析现代分离技术和分析方法,阐述了铅、铋、铌、钽、钼、钨、铍、镓、铟、铊、锗、硒和碲13种元素的原料、中间物料、金属和合金的实用分析方法,其中包括常见元素和伴生元素的化学分析和仪器分析。同时书中还介绍了一些新技术的应用。

该书可作为从事难熔和稀散金属冶金分析工作者的工具书,也可作为高等学校师生、科研单位工作人员的参考书。

有色金属工业分析丛书 6

难熔金属和稀散金属冶金分析

《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

(北京北河沿大街崇文门北巷39号)

新华书店总店科技发行所经销

冶金工业出版社印刷厂印刷

850×1168 1/32 印张 15 字数 386 千字

1992年2月第一版 1992年2月第一次印刷

印数00,001~2,500册

ISBN 7-5024-0883-5

TF·207 定价10.30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 裴立奋 蔡绍勤
薛潮明

本册主编

秦光荣

副主编

于广聪

编写人员

(按姓氏笔划为序)

王天聪 王彦君 田孔泉 仲菊芬 任善武
朱银康 邵永添 吴全兴 陈国华 李桂芝
张兰芳 张国瑞 施江海 胡善寅 曹承梁
裴立奋 缪兆佳

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。分析检测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》基本上按分析对象分类,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》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《难熔金属和稀散金属冶金分析》编入了锆、铪、铌、钽、钼、钨、铼、镓、铟、铊、锗、硒和碲13种金属的冶金分析。着重介绍了它们的分离以及在各种物料中常见元素从常量到微量的各种测定方法。

《有色金属工业分析丛书》编辑委员会

1990年11月

目 录

1 锆和铪	1
1.1 概论	1
1.2 锆和铪的分离方法	2
1.2.1 沉淀分离法	3
1.2.2 溶剂萃取分离法	5
1.2.3 离子交换色谱分离法	11
1.2.4 其他色谱分离法	13
1.3 锆、铪精矿和中间物料分析	14
1.3.1 概述	14
1.3.2 二氧化硅的测定	16
1.3.3 锆铪总量的测定	20
1.3.4 锆铪分量的测定	21
1.3.5 5-Br-PADAP吸光光度法测定锆英石中铀	27
1.3.6 偶氮胂Ⅲ吸光光度法测定锆英石中钍和稀土	27
1.3.7 偶氮胂Ⅲ吸光光度法测定锆英石中稀土、铀和钍	28
1.3.8 二氧化钛的测定	30
1.3.9 二氧化锡的测定	30
1.3.10 钼蓝萃取吸光光度法测定磷	31
1.3.11 铁的测定	32
1.3.12 铝的测定	33
1.3.13 吸光光度法测定锰	34
1.3.14 二苯卡巴腓吸光光度法测定铬	35
1.3.15 滴定法测定氟锆酸钾中氟	35
1.3.16 火焰光度法测定氟锆酸钾中钾和钠	36
1.4 金属锆、铪及其合金分析	36
1.4.1 概述	36
1.4.2 锆中铪的测定	39
1.4.3 铀的测定	41
1.4.4 钨的测定	43

目 录

1.4.5 萃取分离吸光光度法测定稀土	45
1.4.6 硼的测定	46
1.4.7 二硫酚萃取吸光光度法测定钼和钨	48
1.4.8 MIBK萃取吸光光度法测定磷	49
1.4.9 萃取分离吸光光度法测定钴	49
1.4.10 BPHA萃取吸光光度法测定钒	50
1.4.11 硫氰酸铁间接吸光光度法测定氯	50
1.4.12 重量法测定锆粉中总锆量和活性锆	51
1.4.13 原子发射光谱法测定金属锆中微量杂质元素	51
1.4.14 原子发射光谱法测定金属钨中微量杂质元素	52
1.4.15 离子交换分离-原子吸收光谱法测定钙、钠、钾、 铜、锌和镉	54
1.4.16 原子吸收光谱法测定氧化锆、氧化钨中钠	54
1.4.17 硅钼蓝吸光光度法测定硅	55
1.4.18 铅的测定	56
1.4.19 萃取吸光光度法测定镍	57
参考文献	58
2 铌和钽	63
2.1 概论	63
2.2 铌和钽的分离方法	64
2.2.1 沉淀分离法	64
2.2.2 溶剂萃取分离法	66
2.2.3 离子交换分离法	68
2.2.4 纸上色谱法	69
2.3 铌、钽精矿和中间物料分析	70
2.3.1 概述	70
2.3.2 铌钽精矿中铌钽总量的测定	73
2.3.3 铌钽分量的测定	75
2.3.4 钨的测定	79
2.3.5 铀的测定	79
2.3.6 钍的测定	81
2.4 金属铌、钽及其化合物分析	83

目 录

2.4.1	概述	83
2.4.2	铈中钼的测定	95
2.4.3	钼中铈的测定	96
2.4.4	钼和钨的测定	99
2.4.5	钾和钠的测定	101
2.4.6	热水解分离-茜素络合酮吸光光度法测定氟	102
2.4.7	原子发射光谱法测定氟钼酸钾中杂质元素	103
2.4.8	原子发射光谱法测定钼及五氧化二钼中钠和钾	104
2.4.9	原子发射光谱法测定钼及五氧化二钼中杂质元素	105
2.4.10	蒸发法-原子发射光谱法测定高纯钼中易挥发元素	105
2.4.11	原子发射光谱法测定铈及五氧化二铈中杂质元素	107
2.4.12	控制气氛原子发射光谱法测定高纯氧化铈中钨和钼	107
2.4.13	化学光谱法测定高纯铈中痕量钾	109
2.4.14	原子发射光谱法测定铈中易挥发元素	110
2.4.15	原子发射光谱法测定铈酸锂晶体中微量杂质元素	111
2.4.16	高纯铈(钼)及氢氧化铈(钼)中杂质元素的测定	112
2.5	铈、钼合金分析	116
2.5.1	概述	116
2.5.2	焦性没食子酸吸光光度法测定合金中钼	116
2.5.3	焦性没食子酸吸光光度法测定合金中铈	117
2.5.4	X射线荧光光谱法测定钼铈合金中铈	117
2.5.5	离子选择电极法测定铈合金中钼	118
2.5.6	X射线荧光光谱滤纸片法测定铈钛合金中铈和钛	119
2.5.7	纸上色谱分离5-Br-PADAP吸光光度法测定铈钛合金中钼	119
2.5.8	合金中钛的测定	120
2.5.9	合金中钨的测定	121
2.5.10	硫氰酸盐差示吸光光度法测定合金中钨	122
2.5.11	硫氰酸盐差示吸光光度法测定合金中钼	123
2.5.12	原子吸收光谱法测定铈基合金中钨和钼	123
2.5.13	催化极谱法连续测定铈、钛、钼合金中钨和钼	124
2.5.14	原子发射光谱法测定合金中杂质元素	124

目 录

2.5.15 石墨炉原子吸收光谱法测定铈铁合金中锡和铅·····	125
2.5.16 银离子选择电极间接法测定铈铁合金中磷·····	126
2.5.17 原子发射光谱法测定铈铁合金中砷、锑、铅、 锡和铋·····	126
参考文献·····	128
3 钼 ·····	134
3.1 概论·····	134
3.2 钼的分离方法·····	136
3.2.1 沉淀分离法·····	137
3.2.2 溶剂萃取分离法·····	138
3.2.3 色谱分离法·····	139
3.2.4 其他分离方法·····	148
3.3 钼精矿和中间物料分析·····	148
3.3.1 概述·····	148
3.3.2 钼的测定·····	151
3.3.3 铈的测定·····	156
3.3.4 硫氰酸盐吸光光度法测定钼·····	158
3.3.5 钙的测定·····	159
3.3.6 示波极谱法测定钼·····	160
3.3.7 砷的测定·····	160
3.3.8 多元素的测定·····	162
3.4 金属钼及其化合物分析·····	163
3.4.1 概述·····	163
3.4.2 钼中钨的测定·····	166
3.4.3 钼蓝吸光光度法测定磷·····	168
3.4.4 多元素的测定·····	169
3.5 钼合金分析·····	174
3.5.1 概述·····	174
3.5.2 钼酸钡重量法测定合金中钼·····	174
3.5.3 EDTA滴定法测定钼钨合金中钼·····	175
3.5.4 氧化还原滴定法测定钼铁合金中钼·····	175
3.5.5 磷钼蓝吸光光度法测定钼铁合金中钼·····	175

3.5.6	X射线荧光光谱测定铝合金中钛、锆、铪和铈	176
3.5.7	过氧化氢吸光光度法测定铝合金中钛	177
3.5.8	亚甲基蓝吸光光度法测定钼钛锆合金中硼	177
3.5.9	茜素S吸光光度法测定铝合金中锆	177
3.5.10	丁二肟吸光光度法测定钼铌合金中铌	178
3.5.11	X射线荧光光谱法测定钼钛锆合金中钛和锆	178
3.5.12	原子吸收光谱法测定钼铁合金中铜	179
参考文献		179
4	钨	184
4.1	概论	184
4.2	钨的分离方法	187
4.2.1	沉淀分离法	187
4.2.2	溶剂萃取分离法	189
4.2.3	离子交换色谱分离法	191
4.2.4	其他分离方法	192
4.3	钨精矿和中间物料分析	192
4.3.1	概述	192
4.3.2	钨的测定	195
4.3.3	钼的测定	200
4.3.4	多元素的测定	201
4.4	金属钨及其化合物分析	207
4.4.1	概述	207
4.4.2	钨、三氧化钨和仲钨酸铵中磷的测定	209
4.4.3	离子交换分离-硅钼蓝吸光光度法测定钨、三氧化钨和仲钨酸铵中硅	210
4.4.4	钨中钼的测定	211
4.4.5	原子发射光谱法测定纯钨中25种痕量杂质元素	212
4.4.6	原子吸收光谱法测定钨中钾和钠	213
4.4.7	电感耦合等离子体原子发射光谱法测定钨中微量元素	213
4.4.8	X射线荧光光谱法测定钨及其氧化物中钛和锆	214
4.4.9	质谱同位素稀释法测定三氧化钨及仲钨酸铵中杂	

目 录

质元素	216
4.4.10 氧化钨和钨青铜类化合物中非化学计量氧钨比的测定	216
4.5 钨合金分析	216
4.5.1 辛可宁重量法测定钨铁合金中钨	217
4.5.2 示波极谱滴定法测定钨钼合金中钼	217
4.5.3 EDTA滴定法测定钨钼合金中钼	218
4.5.4 重量法测定钨钽合金中钽	218
4.5.5 氧化还原滴定法测定钨铈合金中铈	218
4.5.6 间磺酸基偶氮氯膦吸光光度法测定钨铈合金中铈	219
4.5.7 过氧化氢差示吸光光度法测定钨钽合金中钽	219
4.5.8 二安替比林甲烷-变色酸三元络合物吸光光度法测定钨钽钛硬质合金中钛	220
4.5.9 原子吸收光谱法测定钨钽合金中钽	220
4.5.10 5-Br-PADAP吸光光度法测定钨钽钛硬质合金中铁	220
4.5.11 偶氮氯膦Ⅲ吸光光度法测定硬质合金中微量稀土元素	221
4.5.12 离子选择电极法测定钨合金中钼	222
4.5.13 原子吸收光谱法测定钨铜、钨银合金中铜和银	222
4.5.14 原子吸收光谱法测定钨钼合金中钼	222
4.5.15 EDTA滴定法测定钨钽合金中钽	223
4.5.16 丁二肟重量法测定钨合金中镍	223
4.5.17 硫氰酸盐沉淀滴定法测定钨银合金中银	223
4.5.18 碘量法测定钨钼合金中铜	224
4.5.19 碘量法测定钨铜铅合金中铅	224
4.5.20 偶氮胂Ⅲ吸光光度法测定钨铜合金中钨	224
4.5.21 硫脲吸光光度法测定钨铜合金中铋	225
4.5.22 丁二肟吸光光度法测定钨铍合金中铍	225
参考文献	226
5 铍	231
5.1 概论	231

5.2 铈的分离富集方法	232
5.2.1 沉淀分离法	233
5.2.2 离子交换色谱分离法	234
5.2.3 溶剂萃取分离法	235
5.3 铈矿石和中间物料分析	237
5.3.1 概述	237
5.3.2 吸光光度法测定铈	245
5.3.3 极谱法测定铈	248
5.3.4 原子发射光谱法测定铈	249
5.4 富集物中铈的分析	250
5.4.1 氯化四苯肼重量法	250
5.4.2 硝酸灵重量法	250
5.4.3 EDTA间接络合滴定法	251
5.5 金属铈及其合金分析	251
5.5.1 概述	251
5.5.2 原子吸收光谱法测定高铈酸钾中铜、锰、镍、铬、铁和铝	253
5.5.3 化学光谱法测定纯铈中杂质元素	253
5.5.4 丁二肟吸光光度法测定钨铈合金中铈	254
5.5.5 X射线荧光光谱滤纸片法测定镍铈钼合金中铈	254
参考文献	255
6 难熔金属中氢、氧、氮、碳、硫的分析	258
6.1 概论	258
6.2 氢的测定	263
6.2.1 概述	263
6.2.2 真空加热气相色谱法	264
6.2.3 惰性气氛加热热导法	265
6.3 氧的测定	266
6.3.1 概述	266
6.3.2 真空加热(或熔化)色谱法	267
6.3.3 惰气高频加热(或熔化)电量法	269
6.3.4 惰气脉冲加热(或熔化)色谱法	272

目 录

6.4 氮的测定	272
6.4.1 概述	272
6.4.2 凯氏蒸馏奈氏试剂吸光光度法	274
6.4.3 氨气敏电极法	275
6.5 碳的测定	277
6.5.1 概述	277
6.5.2 管式炉燃烧电量法	278
6.5.3 高频燃烧红外吸收光谱法	279
6.5.4 氩载气氧化熔化色谱法	279
6.6 硫的测定	282
6.6.1 概述	282
6.6.2 管式炉燃烧电导法	283
6.6.3 高频燃烧红外吸收光谱法	284
6.6.4 还原蒸馏吸光光度法	284
参考文献	286
7 镓	289
7.1 概论	289
7.2 镓的分离富集方法	290
7.2.1 沉淀分离法	293
7.2.2 溶剂萃取分离法	293
7.2.3 色谱分离法	294
7.3 镓矿石和中间物料分析	295
7.3.1 概述	295
7.3.2 吸光光度法测定镓	299
7.3.3 原子吸收光谱法测定镓	301
7.3.4 极谱法测定镓	303
7.3.5 原子发射光谱法测定镓	307
7.4 富集物中镓的测定	309
7.4.1 概述	309
7.4.2 重量法	310
7.4.3 滴定法	311
7.5 金属镓分析	312

7.5.1 概述	312
7.5.2 原子发射光谱法测定镓中铝、铁、铋、硅、镁、 锰、铜、镍、锡、铅和铬	313
7.5.3 化学光谱法测定镓中杂质元素	314
7.5.4 选择性溶解富集石墨炉原子吸收光谱法测定纯镓 中痕量锌	316
7.5.5 苯基荧光酮吸光光度法测定锡	317
7.5.6 钼蓝吸光光度法测定镓中微量硅	317
7.5.7 苯基荧光酮吸光光度法测定镓中微量锗	318
参考文献	318
8 铟	322
8.1 概论	322
8.2 铟的分离富集方法	323
8.2.1 沉淀分离法	324
8.2.2 溶剂萃取分离法	325
8.2.3 离子交换分离法	327
8.2.4 其他分离方法	328
8.3 铟矿石和中间物料分析	329
8.3.1 概述	329
8.3.2 吸光光度法测定铟	334
8.3.3 原子吸收光谱法测定铟	339
8.3.4 原子发射光谱法测定矿石中铟、锗、镓和铊	340
8.3.5 极谱法测定铟	341
8.4 富集物中铟的测定	343
8.4.1 概述	343
8.4.2 EDTA滴定法	344
8.5 金属铟分析	345
8.5.1 概述	345
8.5.2 粉末原子发射光谱法测定金属铟中杂质元素	346
8.5.3 金属电极原子发射光谱法测定铟中杂质元素	347
8.6 纯金属和铟合金中铟的测定	348
8.6.1 概述	348

8.6.2 极谱法测定合金中铟	349
8.6.3 PAR吸光光度法测定合金中铟	349
8.6.4 结晶紫吸光光度法测定铅和锡合金中铟	349
8.6.5 二溴苯基荧光酮吸光光度法测定纯铟、纯锡和铝 合金中铟	350
8.6.6 EDTA连续络合滴定法测定铟、锡和铅	351
参考文献	351
9 铊	356
9.1 概论	356
9.2 铊的分离富集方法	357
9.3 铊矿石和中间物料分析	360
9.3.1 概述	360
9.3.2 吸光光度法测定铊	368
9.3.3 原子吸收光谱法测定铊	371
9.3.4 原子发射光谱法测定铊	372
9.3.5 极谱法测定铊	373
9.4 富集物中铊的测定	375
9.4.1 概述	375
9.4.2 重量法	376
9.4.3 溴酸钾滴定法	376
9.4.4 碘量法	377
9.4.5 EDTA滴定法	377
9.5 金属铊及其合金分析	378
9.5.1 概述	378
9.5.2 原子发射光谱法测定金属铊中银、铜、镉、铟、铝、 铁和铅	380
9.5.3 化学光谱法测定铊中杂质元素	380
9.5.4 溶出伏安法测定高温合金中微量铊	381
9.5.5 茜素紫吸光光度法测定铅铜合金中铊	382
参考文献	382
10 铋	386
10.1 概论	386

10.2 锆的分离富集方法	387
10.2.1 蒸馏分离法	388
10.2.2 沉淀分离法	389
10.2.3 溶剂萃取分离法	390
10.2.4 纸上色谱分离法	390
10.3 锆矿石和中间物料分析	391
10.3.1 概述	391
10.3.2 吸光光度法测定锆	393
10.3.3 原子吸收光谱法测定锆	396
10.3.4 原子发射光谱法测定矿石中锆	397
10.3.5 极谱法测定锆	397
10.4 富集物中锆的测定	398
10.4.1 概述	398
10.4.2 重量法测定铝基、铍基合金中锆	399
10.4.3 滴定法	400
参考文献	401
11 硒	403
11.1 概论	403
11.2 硒的分离富集方法	404
11.2.1 挥发法	405
11.2.2 沉淀分离法	405
11.2.3 离子交换分离法	405
11.2.4 溶剂萃取分离法	406
11.3 硒矿石和中间物料分析	409
11.3.1 概述	409
11.3.2 吸光光度法测定硒	412
11.3.3 气相色谱法测定硒	417
11.3.4 极谱法测定硒	417
11.3.5 原子吸收光谱法测定硒	418
11.4 富集物中硒的测定	419
11.4.1 重量法	420
11.4.2 滴定法	420