

冶金生产技术丛书

YEJIN SHENGCHANG JISHU CONGSHU

联合法生产氧化铝

控制分析

冶金工业出版社

冶金生产技术丛书

联合法生产氧化铝

控制分析

《联合法生产氧化铝》编写组 编

冶金工业出版社

本书详细阐述了氧化铝生产工艺和操作技术，也叙述了生产的基础理论。编写中注意了理论与实践的结合，由浅入深地叙述工艺原理，而侧重介绍了生产操作，并讲解了一些简易计算方法等。本书共分为八个分册：联合法生产氧化铝基本知识；原料制备；高压溶出；熟料烧结；熟料溶出与脱硅；分解与蒸发；氢氧化铝焙烧；控制分析。

本书适合有关的生产工人阅读使用，也可供有关生产管理人员、技术人员和学校师生参考。

这是其中的“控制分析”分册。参加此分册编写工作的人员有：赵国永，杨清廉，单仁斌，张修身，夏汉祥，姜云飞。

此书又经中南矿冶学院分析化学教研室协助校阅。

冶金生产技术丛书
联合法生产氧化铝
控制分析
《联合法生产氧化铝》编写组 编

冶金工业出版社出版
新华书店北京发行所发行
冶金工业出版社印刷厂印刷

850×1168 1/32 印张 9 3/8 字数 244 千字

1977年9月第一版 1977年9月第一次印刷

印数00,001~5,500册

统一书号：15062·3274 定价（科二）0.78 元

毛主席语录

阶级斗争是纲，其余都是目。

抓革命，促生产，促工作，促战备。

一个粮食、一个钢铁，有了这两个东西就什么都好办了。

入门既不难，深造也是办得到的，只要有心，只要善于学习罢了。

出版说明

在毛主席的无产阶级革命路线指引下，冶金工业战线上的广大职工，以阶级斗争为纲，坚持党的基本路线，贯彻执行**鼓足干劲，力争上游，多快好省地建设社会主义**的总路线，高举“**鞍钢宪法**”的光辉旗帜，坚持独立自主，自力更生，艰苦奋斗，勤俭建国的方针，抓革命，促生产，夺取革命与生产的新胜利。

为了适应冶金工业发展的需要，根据广大冶金工人学习生产技术知识的迫切要求，我们组织编写了一套《冶金生产技术丛书》，介绍冶金工业采矿、选矿、有色金属冶炼和加工、炼铁、炼钢、轧钢、金属材料等有关生产技术操作和基本知识，供冶金工人阅读，并给从事于冶金工业的干部和技术人员参考。

《联合法生产氧化铝》是这套丛书之一。

目 录

第一章 概述	1
第一节 氧化铝生产控制分析的重要性及其特点	1
第二节 分析结果的表示方法与分析方法的准确度和重现性	2
第二章 分析化学的一些基础知识	7
第一节 电解质溶液	7
第二节 中和反应	15
第三节 络合滴定	23
第四节 离子交换反应	40
第五节 比色分析	42
第六节 火焰光度法	50
第三章 试样的采取和制备	53
第一节 试样的采取	53
第二节 分析试样的制备	56
第四章 试剂的配制	62
第一节 试剂浓度的表示方法	62
第二节 标准溶液的配制和标定	64
第三节 酸、碱、EDTA及硝酸锌标准溶液的配制和标定	68
第四节 其它标准溶液的配制与标定	73
第五节 比色分析标准溶液的配制	75
第六节 常用试剂的配制	77
第五章 铝矿石的分析	84
第一节 二氧化硅的测定	85
第二节 三氧化二铁的测定	91
第三节 氧化铝的测定	93
第四节 二氧化钛的测定	98
第五节 氧化钙的测定	99
第六节 氧化钠和氧化钾的测定	102
第七节 三氧化硫的测定	103
第八节 氧化镓的测定	104

第九节	灼减的测定	106
第六章	石灰石、石灰及混矿的分析	108
第一节	二氧化硅、三氧化二铁、氧化铝的测定	108
第二节	石灰石中氧化钙和氧化镁的连续测定	108
第三节	石灰中氧化钙的快速测定	110
第四节	石灰中有效氧化钙的测定	111
第七章	生料浆的分析	113
第一节	水分的测定	114
第二节	细度的测定	116
第三节	成分分析用样品的制备	116
第四节	二氧化硅及三氧化二铁的测定	116
第五节	氧化铝的测定	117
第六节	氧化钙、氧化钠的测定	117
第七节	固定碳的测定	120
第八章	熟料、矿浆、赤泥和硅渣的分析	124
第一节	二氧化硅、三氧化二铁、氧化铝及二氧化钛的测定	125
第二节	氧化钙和氧化镁含量的测定	125
第三节	氧化钠和氧化钾的测定	128
第一种方法	硫酸盐重量法	128
第二种方法	火焰光度法	129
第四节	硫酸钠的测定	133
第一种方法	硫酸钡重量法	133
第二种方法	离子交换法	135
第五节	熟料标准溶出率的测定	138
第六节	熟料及烧结赤泥中二价硫(S^{2-})的测定	140
第九章	铝酸钠浆液的分析	143
第一节	液固比的测定	147
第一种方法	烘干称量法	147
第二种方法	比重法	148
第二节	固体含量的测定	149
第一种方法	烘干称量法	149
第二种方法	沉降容积法	150

第三种方法 液固比换算法	151
第三节 细度的测定	152
第四节 浮游物的测定	152
第五节 滤饼含水率的测定	152
第六节 碱液比重的测定	152
第七节 全碱、氧化铝的测定	153
第八节 苛性碱的测定	156
第九节 碳酸碱的测定	161
第十节 二氧化硅的测定	163
第一种方法 钼蓝比色法	163
第二种方法 目视比色法	164
第十一节 三氧化二铁的测定	165
第一种方法 硫氰酸盐比色法	165
第二种方法 邻二氮菲比色法	167
第十二节 硫酸根的测定	168
第十三节 氧化镓的测定	168
第十四节 有机物的测定	170
第十五节 生产用水中含碱量的测定	171
第十章 氧化铝及氢氧化铝的分析	172
第一节 二氧化硅的测定	172
第二节 三氧化二铁的测定	176
第三节 氧化钠及氧化钾的测定	178
第一种方法 火焰光度法	178
第二种方法 重量法	180
第四节 氢氧化铝附着碱的测定	181
第五节 氢氧化铝中水分的测定	182
第六节 灼烧减量的测定	183
第十一章 纯碱(碳酸钠)的分析	186
第一节 总碱量的测定	186
第二节 氯化钠的测定	187
第三节 三氧化二铁的测定	188
第四节 硫酸钠的测定	189
第五节 水不溶物的测定	190

第六节 灼烧减量的测定	191
第十二章 水、煤、油的工业分析	192
第一节 工业用水的分析	192
一 色度的测定	192
二 浑浊度的测定	193
三 透明度的测定	193
四 全固形物的测定	193
五 悬浮物的测定	193
六 溶解固体及灼烧残渣的测定	194
七 pH值的测定	194
八 游离二氧化碳的测定	195
九 碱度的测定	196
十 总硬度的测定	197
十一 暂时硬度的测定	199
十二 氯离子的测定	200
十三 硫酸根的测定	201
十四 耗氧量的测定	202
第二节 煤的工业分析	203
一 细度的测定	203
二 煤的外在水分的测定	203
三 水分(分析基)的测定	204
四 灰分的测定	204
五 挥发分的测定	205
六 固定碳的测定	205
七 全硫的测定	206
八 发热量的测定	207
第三节 重油的分析	212
一 比重的测定	212
二 水分的测定	213
三 粘度的测定	213
四 闪点的测定	215
五 机械杂质的测定	215
六 酸值的测定	217

第十三章	窑气及炉气的分析	218
第十四章	实验室主要仪器的使用及检修	222
第一节	玻璃仪器的校正	222
第二节	光电分析天平	226
第三节	光电比色计	234
第四节	630-C型火焰光度计	248
附录 1	化验室安全规定	256
附录 2	分析允许误差范围	258
附录 3	物料的质量等级	261
附录 4	铝酸钠溶液氧化铝结果表	262
附录 5	测定磷的气压温度校正系数表	268
附录 6	常用酸碱的比重和浓度表	272
附录 7	重量分析的换算因素	273
附录 8	金属氢氧化物沉淀的pH值	274
附录 9	常用干燥剂	275
附录10	主要物质分子量及当量表	275
附录11	单位换算表	279
附录12	常用电工技术符号及单位	280
附录13	筛号-孔直径对照表	281
附录14	试剂配制调整表	281
附录15	元素的原子量表	286

第一章 概 述

第一节 氧化铝生产控制分析的重要性及其特点

控制分析是氧化铝生产中一个不可缺少的组成部分。从原料到成品的质量都要经过分析鉴定。不知道矿石的品位，配料就有很大的盲目性；没有合乎要求的矿浆或熟料，就不能最有效地提高氧化铝的溶出率。总之，从配料、溶出、分解到成品等各个工序，都规定有一定的技术指标，以确保生产持续的稳产、高产，保证产品的高质量和低消耗。而所有这些指标都要求分析工人准确地及时地把各种物料成分反映给各车间、各工序以及生产指挥系统。为指挥生产提供必要的数 据。人没有眼睛行动就十分困难，控制分析好比生产上的眼睛和战斗中的侦察兵。

氧化铝生产过程的需要，决定了控制分析有如下特点：

1. 为了正确地反映生产各工序的情况，分析方法必须达到一定的准确度和较好的重现性。

2. 氧化铝生产过程是连续的，物料在各工序只能有短暂的停留。这就需要有简便迅速的分析方法。

3. 生产过程中，原料量大，品种多，而且各品种是不均匀的。这就要求采样及试料处理必须具有代表性。

总之，要求控制分析工人做到：严、细、准、快地提出分析结果。

分析工作的任务是光荣而艰巨的。要求从事这项工作的工人、干部和技术人员必须具有高度的革命责任感，不断地提高分析速度和质量，努力做好这项工作。

第二节 分析结果的表示方法与 分析方法的准确度和重现性

一、分析结果的表示方法

在氧化铝生产中某些分析结果的表示方法是根据生产管理的方便而选定的。如生产过程中浆液成分的结果是采用“克/升”表示。水的碱度、硬度采用“毫克当量/升”表示。固体物料的分析结果则是采用百分比表示。如果需要选用其他单位表示时，必须根据国家规定的公制单位进行换算。

二、有效数字

处理分析结果时，必须注意诸数据中的有效数字。

有效数字是指表示测量结果的一类数字中，其末一位是估计的，具有一定误差。这类数字只保留一位不准确数字，称此类数字为有效数字。即有实际意义的数值。有效数字的表达方法及运算规则可归纳如下几点：

1. 含有效数字的个数，只有最后一位数字是可疑的。有效数字的位数必须根据分析过程的实际情况而定。例如，容量分析中，滴定管上的读数可读到20.24毫升，最后一位“4”是可疑的（估计的）。又如在感量为万分之一的天平上称量时，读数为0.2502克，则最后一位“2”是可疑的，

2. 当有效数字确定后，其余数字一律弃去。弃去的原则：凡末位有效数字后第一位数大于5时，前一位加1，小于5时弃去不计。等于5时，前一位是奇数时去5前一位加1，为偶数时弃去5。例如：某测定数为17.835要求准确到三位有效数字时应写为17.8，若要求四位时应写为17.84。

3. 几个数相加或相减时，它们的和或差的数值应该与各数中小数点后有效位数最少者相同。例如有效数与可疑数相加应得可疑数。如有三数——17.285，10.15，4.7081——相加时，根据上述原则应写为：

$$17.28 + 10.15 + 4.71 = 32.14$$

另外将上述小数点后面的位数均计入，未知空位代入 x，当相加后获得的结果也应为32.14。

$$\begin{array}{r} 17.285\ x \\ 10.15\ x\ x \\ +\ 4.7081 \\ \hline 32.14\ x\ x \end{array}$$

4. 几个数相乘或相除时，在其积或商中所保留的有效数字的位数，应与各有效数字中位数最少的为准，就是所得积或商的百分比准确度不能高于所有数据中准确度最差者。

例如：

$$\frac{0.0181 \times \frac{137.34}{233.40}}{0.0496} \times 100\% = \frac{0.0181 \times \frac{137}{233}}{0.0496} \times 100\% \\ = 21.5\%$$

三、分析结果的准确度与重现性

1. 误差：在分析过程中，无论怎样小心细致，分析结果总是不可避免的会有一些误差。因此测得的数值只是真实结果的近似数值。

误差的计算有两种方法。即绝对误差与相对误差。测得值和真实值之间的差数称为绝对误差。其差数同真实值的百分比称为相对误差。

$$\text{绝对误差} = \text{测得结果} - \text{真实数值}$$

$$\text{相对误差} = \frac{\text{绝对误差}}{\text{真实数值}} \times 100\%$$

例如，一矿物中二氧化硅含量为10.00%，由于种种原因，使测得结果为9.90%。此分析方法的绝对误差为-0.10%，相对误差为-1.00%。

但是在一般情况下，被测物质的真实值是不易求得的。因此采用不同的分析方法，以多次测定结果的平均值来表示真实值的近似值。

误差以性质来分，可分为系统误差和偶然误差两种。系统误差大致是由于测量仪器不准（如刻度不准；砝码未校正等）、试剂中的杂质、化学反应不能定量进行以及各个人的操作偏向（如读数偏高、偏低）等原因造成的。由这些原因造成的误差经常是同一方向的，不是正就是负。偶然误差往往是由于分析工作中不可避免的偶然原因引起的。这种误差大小不一，有正有负，可以通过数理统计方法进行计算。

从前述已经知道，分析结果是一近似值，必然有误差的存在。那么在控制分析中测得结果究竟近似到什么程度呢？这可由分析方法的准确度与重现性来表示。

2. 准确度与重现性：分析方法的准确度是表示测得结果与真实数值接近的程度。它主要是由系统误差决定的。分析结果的重现性（又称精密度）是在相同条件下，对同一试料重复测定时互相接近的程度。它是由偶然误差造成的，可用偏差表示。所以误差愈小，准确度愈高；偏差愈小则重现性就愈好。

3. 偏差的表示方法：偏差是指一组测量值中，测量值与平均值之差。现介绍常用的两种表示偏差的方法。

（1）算术平均偏差（ δ ）：简称平均偏差。在一组测量值中，平均偏差表示各测量值与平均值之差的绝对值的算术平均值，可以用下式表示：

$$\delta = \frac{\sum |d_i|}{n}$$

式中 n ——测量的总次数；

i ——各个测量值的序号， $i=1,2,3,\dots,n$ ；

$\sum |d_i|$ ——各测量值偏差的绝对值的总和。

例如，多次测定某矿石中氧化铝的含量时，得到如下一组结果（%）：65.38，65.75，65.60，65.46，65.51，则其平均值（ $\bar{a}$ ）为：

$$\bar{a} = \frac{65.38 + 65.75 + 65.60 + 65.46 + 65.51}{5} = 65.54$$

i	测 量 值 (%)	d_i	$ d_i $
1	65.38	-0.16	0.16
2	65.75	+0.21	0.21
3	65.60	+0.06	0.06
4	65.46	-0.08	0.08
5	65.51	-0.03	0.03

$$\delta = \frac{\sum |d_i|}{n} = \frac{0.16 + 0.21 + 0.06 + 0.08 + 0.03}{5} = 0.108$$

(2) 标准偏差 (σ)：又称均方根偏差，在有限次测量中其关系为：

$$\sigma = \sqrt{\frac{\sum d_i^2}{n-1}}$$

在上述例子中

i	1	2	3	4	5
d_i^2	0.0256	0.044	0.0036	0.0064	0.0009

$$\sigma = \sqrt{\frac{0.0256 + 0.044 + 0.0036 + 0.0064 + 0.0009}{5-1}} = 0.142$$

四、分析数据校对的方法

生产控制分析中为了提高方法的准确度和测定的可靠性，一般采用以下几种方法：

1. 适当的增加分析的次数：测定次数越多，则平均值就越接近真实数值。偶然误差可以抵消，所以结果就越可靠。

2. 空白试验：在生产控制分析中同时带有空白试验，可以抵消试剂、温度、时间等干扰因素的影响。

3. 加入标准物质回收：回收的方法可以检验其它离子的干扰，验证分析方法的准确度。

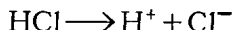
4. 用标准样品校正：校正分析方法的准确性在工厂实验室中一般都采用化学成分相同的标准样品进行校对。标准样品必须是组成均匀稳定、化学成分准确。这一方法不但可以检查分析结果是否可靠，而且可以校正仪器、制作工作曲线以及用来标定标准溶液的浓度。

第二章 分析化学的一些基础知识

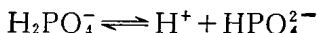
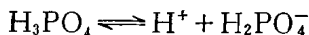
第一节 电解质溶液

分析化学反应大多数是在水溶液中进行的，参加反应的物质不外乎是酸、碱、盐。它们在溶液中水分子的作用下，部分或全部分离成离子，这个过程叫做离解作用。

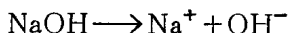
酸类在水溶液中可以离解成为带正电荷的氢离子和酸根阴离子。例如：



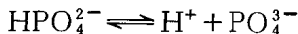
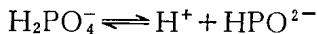
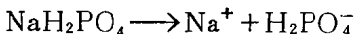
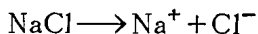
分子中含有几个氢离子的酸是逐步地离解成离子的，这种离解的过程称为分步离解。以磷酸为例：



碱类在水溶液中离解为带负电荷的氢氧根离子和金属离子。



盐类在水溶液中可以离解为金属阳离子和酸根阴离子。但是，酸式盐及碱式盐还要离解出氢离子或氢氧根离子。例如：



离解能力的大小与物质的性质有关。比如， HCl 、 HNO_3 和 HClO_4 等酸类， NaOH 、 KOH 等碱类及大多数盐类，它们溶解于水中的溶质分子均能离解生成离子。另外，如 H_2S 、 HCN 、 H_2CO_3 、 $\text{HC}_2\text{H}_3\text{O}_2$ （ HAC ）等酸类， NH_4OH 等碱类及醋酸铅、二氯化汞等盐类，它们在水溶液中只有部分溶质分子发生离解生成离子。