

USE YEJIN ZHONG YUANSU DE FENLI YU CEDING

有色冶金中 元素的分离与测定

冶金工业出版社

75.25
466
C.3

有色冶金中 元素的分离与测定

株洲冶炼厂等 编

冶金工业出版社

有色冶金中元素的分离与测定

株洲冶炼厂等 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 19 3/8 字数 497 千字

1979年2月第一版 1979年2月第一次印刷

印数00,001~17,200册

统一书号: 15062·3387 定价(科三) 1.85 元

2k429 / 101
前

言

在英明领袖华主席为首的党中央提出的抓纲治国战略决策指引下，我国广大科技人员精神振奋，意气风发，坚决贯彻执行党的十一大路线，沿着毛主席指引的又红又专的道路刻苦学习，努力掌握现代科学技术，为建设四个现代化的社会主义强国作出贡献。为适应冶金工业迅速发展的需要，在有关领导的支持和同志们的帮助下，我们遵循伟大领袖毛主席关于“要认真总结经验”、“洋为中用”的教导，参考近几年来国内外文献中有关有色冶金生产过程中常见的三十五个元素的主要化学分离和测定方法方面的资料，编写了本书。

本书由株洲冶炼厂、中南矿冶学院、北京矿冶研究院、沈阳冶炼厂等单位的许多同志参加编写，在编写过程中得到天津电解铜厂等许多兄弟单位的大力支持，中国科学院长春应用化学研究所曾对本书初稿提出了许多宝贵意见，在此一并致谢。参加全书最后定稿工作的有苏德、张之锁、范健、李贤伟等同志。由于时间比较仓促，水平有限，因此本书存在的缺点和错误一定不少，诚恳地希望读者批评指正。

编 者

1977年7月

34033

说 明

1. 本书元素符号上标明的正负价数，系指元素在化合物中的价数，不等于该元素在溶液中的存在形式。例如 W^{6+} ：“6+”表示钨在化合物中是正六价，而钨在溶液中则可能以 WO_4^{2-} 形式存在。

2. 在分离和测定方法中，没有变价的元素一般不写价态（如 Al 、 Cd 等不写成 Al^{3+} 、 Cd^{2+} ）；而没有标明价态的变价元素，如 Fe 则表示 Fe^{2+} 、 Fe^{3+} ，在反应过程中具有相同的行为。

3. 本书中“ M ”代表克分子浓度，“ mM ”代表毫克分子浓度，“ μM ”代表微克分子浓度，“ N ”代表当量浓度。

4. 本书所引用的文献，系指公开发表的国内外文献，内部文献没有列入。文献作者只写出第一个编著者。

5. 由于原子吸收光度法在有色冶金分析中正逐渐推广，因此本书在“应用”一章中也编入有关元素的原子吸收光度法测定条件。

6. “光度法”一节中所用的显色试剂，大多数在开始叙述前标出了其结构式。为了避免重复，已出现过的结构式以后就不再标出。

目 录

第一章 铜

第一节 分离方法	1
一、沉淀法	1
(一) 硫化物 (二) 1,10-菲罗啉	
二、萃取法	2
(一) 双硫脲 (二) N-乙酰基新菸碱-硫氰酸盐 (三) 碘化物 (四) 二丁基二硫代磷酸 (五) 二安替比林甲烷 (六) 2-硫茂 甲酰基三氟丙酮 (七) N-十二烯(三烷基甲基)胺 (八) 苯乙酸	
三、电解法	3
第二节 测定方法	4
一、容量法	4
(一) 碘量法 (二) EDTA法	
二、电解重量法	6
三、光度法	7
(一) 2,9-二甲基-1,10-菲罗啉 (二) 二乙基二硫代氨基甲酸钠 (三) 双环己酮草酰二脲 (四) 二苄基二硫代甲酸铈 (五) 2,4-二 硝基苯酚-(6-偶氮-2)-1-苯酚-3,8-二磺酸 (六) 二硫代 8,8'-二 喹啉 (七) 二硫代乙二酰胺 (八) 2,2'-联辛可宁酸 (九) 1,2- 环己烷二胺四乙酸 (十) 1-(2-喹啉基偶氮)-2-菲酚	
四、极谱法	14
第三节 应用	15
一、矿石及冶金过程半产品中铜的测定(碘量法)	15
二、纯铜中铜的测定(电重量法)	15
三、纯铅、镉、镍、钴、碲、锌、铋中铜的测定(新亚铜灵法)	16
四、矿石及冶炼半产品中铜的测定(原子吸收光度法)	17
参考文献	17

第二章 铅

第一节 分离方法	18
----------------	----

一、沉淀分离法	18
(一) 硫酸盐 (二) 氢氧化物共沉淀 (三) 乙烯双水杨酸	
二、萃取法	19
(一) 二乙基二硫代甲酸二乙基铵 (二) 碘化物 (三) 磷酸三丁酯 (四) 高分子胺	
第二节 测定方法	20
一、EDTA 容量法	20
二、光度法	21
(一) 双硫脲 (二) 4-(2-吡啶偶氮) 间苯二酚 (三) 硫代 噻 吩 甲酰三氟丙酮 (四) 二乙基二硫代氨基甲酸钠	
三、极谱法	24
(一) 盐酸底液 (二) α -巯基丙酸底液 (三) 甘露醇-乙二胺底液 (四) 盐酸-乙醇底液	
第三节 应用	26
一、矿石及冶金过程半产品中铅的测定 (EDTA法)	26
二、铜精矿中铅(锌)的测定(盐酸-乙酸钠底液极谱法)	26
三、纯铜、金、银、镍、钴、硒中铅的测定(双硫脲光度法)	27
四、钴(镍)中微量铅的测定(碘化物萃取-双硫脲比色法)	28
五、钴(镍)中微量铅的测定(原子吸收光度法)	29
参考文献	30

第三章 锌

第一节 分离方法	31
一、沉淀法	31
(一) 硫化物 (二) 8-羟基喹啉 (三) 2-(邻-羟苯基)-苯并噻唑	
二、萃取法	32
(一) 硫氰酸盐 (二) 二-2-乙基己基磷酸 (三) 高分子胺 (四) 二安替比林甲烷 (五) 二乙基二硫代氨基甲酸二乙基铵 (六) 三辛基膦化氧 (七) 7-[α -(邻-甲氧苯胺基) 苄基]-8-羟基喹啉 (八) 固-液萃取	
三、离子交换法	34
第二节 测定方法	34
一、EDTA法	34

二、光度法	35
(一) 双硫脲 (二) 硫氰酸盐-碱性染料 (三) 6-甲氧基-3-甲基 苯并氮(杂)茂-偶氮-4N-甲基联苯胺 (四) 1,10-菲罗啉-溴甲酚 绿 (五) 1,10-菲罗啉-四溴(碘)荧光素(酸性曙红) (六) 吡啶偶 氮化合物 (七) 二甲酚橙 (八) N, N-双-邻羟基亚甲基-2,3-二 氨基苯并咪唑 (九) 2-(水杨叉替氨基) 硫代苯酚 (十) 1-(2-噻 唑偶氮)-2-萘酚	
三、极谱法	43
第三节 应用	45
一、锌精矿中锌的测定(EDTA法)	45
二、锌生产物料中锌的测定(EDTA法)	46
三、锌的测定(极谱法)	46
四、金属镉中锌的测定	47
五、原子吸收光度法	47
参考文献	48

第四章 镉

第一节 分离方法	49
一、沉淀法	49
(一) 金属铝置换 (二) β -萘啉 (三) 1,10-菲罗啉-碘化钾 (四) N-苯甲酰-苯胺	
二、萃取法	50
(一) 碘化物 (二) 高分子胺 (三) 二安替比林甲烷 (四) 二 乙基二硫代氨基甲酸钠 (五) 二乙基二硫代磷酸钠	
三、离子交换	51
第二节 测定方法	51
一、容量法	51
(一) EDTA法(二) EGTA法	
二、光度法	53
(一) 双硫脲 (二) 亚铁-联吡啶 (三) 1,10-菲罗啉-碘化钾 (四) 1,10-菲罗啉-溴邻苯三酚红 (五) 吡啶偶氮 (六) 溴苯噻 唑偶氮 (七) 2,2'-双苯噻唑啉 (八) 1,4-二甲基-1,2,4-三噻 唑-(3-偶氮-4)-N, N-二甲基苯胺	
三、极谱法	59

第三节 应用	61
一、海绵镉中镉的测定(EDTA法)	61
二、铜渣中镉的测定(极谱法)	62
三、锌矿中铅、镉同时测定(极谱法)	62
四、金属锌中镉的测定(示波极谱法)	62
五、金属锌中镉的测定(双硫脲法)	63
六、金属镍、钴中镉的测定	63
七、原子吸收光度法	64
参考文献	65

第五章 铋

第一节 分离方法	66
一、沉淀法	66
(一) 硫化物 (二) 二氧化锰共沉淀 (三) 水解法 (四) 氢氧化物 (五) N-苯甲酰-苯胺 (六) 电解法	
二、离子浮选法	68
三、汞齐法	68
四、挥发法	68
五、萃取法	69
(一) 铜铁试剂 (二) 二乙基二硫代氨基甲酸钠 (三) 双硫脲 (四) 烷基磷酸 (五) 二烷基二硫代磷酸(盐) (六) 卤化物 (七) 高分子胺 (八) N-苯甲酰-苯胺 (九) 固-液萃取	
第二节 测定方法	73
一、EDTA容量法	73
二、光度法	73
(一) 硫脲 (二) 碘化物-二甲马钱子碱 (三) 二甲酚橙 (四) 二硫代吡啶甲烷 (五) 甲基绿 (六) 溴络合物-三辛胺 (七) 偶氮胂Ⅲ (八) 1-(2-吡啶偶氮)-2-萘酚	
三、极谱法	79
第三节 应用	80
一、金属铋、合金及铋矿石中铋的测定(EDTA法)	80
二、金属铅中微量铋的测定(碘化物-二甲马钱子碱法)	80
三、矿石中铋的测定(硫脲法)	81

四、矿石中微量铋的测定(溴邻苯三酚红-十六烷基溴化吡啶).....	81
五、原子吸收光度法	82
参考文献	83

第六章 铝

第一节 分离方法	84
一、沉淀法	84
(一) 氢氧化物 (二) 苯甲酸盐 (三) 邻苯氨基苯甲酸 (四) 汞 阴极电解	
二、萃取法	86
(一) 铜铁试剂 (二) N-苯甲酰-苯胺 (三) 苯甲酸盐 (四) 乙酰丙酮 (五) 8-羟基喹啉 (六) 其它方法	
第二节 测定方法	88
一、容量法	88
(一) EDTA法 (二) 电位滴定(氟离子选择电极法) (三) 氟 铝酸钾法	
二、光度法	91
(一) 铬天菁S (二) 铬天菁S-十六烷基三甲铵等 (三) 铬菁 R (四) 二甲酚橙 (五) 铝试剂 (六) 8-羟基喹啉	
第三节 应用	97
一、金属铝及铝盐中铝的测定(EDTA法)	97
二、含铝矿石、冶金材料及中间产品中铝的测定(EDTA法)	98
三、合金中铝的测定(铜试剂沉淀-EDTA法)	98
四、金属钴中微量铝的测定(铬天菁S法)	99
五、锌合金中铝的测定(铝试剂法)	100
参考文献	101

第七章 钴

第一节 分离方法	102
一、沉淀法	102
(一) 亚硝酸钴钾 (二) α -亚硝基- β -萘酚 (三) 胍基苯并季酮 酸 (四) 硫代二苯酰甲烷 (五) 苯基硫脲基乙酸 (六) 氧化锌 (七) 氟化物	

二、萃取法	104
(一) β -亚硝基- α -萘酚 (二) 二乙基二硫代氨基甲酸钠 (三) 硫氰酸盐 (四) 8-羟基喹啉 (五) 二安替比林甲烷	
三、离子交换法	106
第二节 测定方法	107
一、容量法	107
(一) 电位滴定 (二) EDTA法 (三) 碘量法	
二、光度法	108
(一) 亚硝基-R盐 (二) 亚硝基-R盐-氯化三辛甲基铵 (三) N-甲基新茛菪碱- α -偶氮二氨基吡啶 (四) 4-(2-吡啶偶氮)-间苯二 酚 (五) 4-[(5-氯-2-吡啶)偶氮]-1,3-二氨基苯 (六) 2,6-二氨 基-3,2-偶氮吡啶 (七) 2-亚硝基-5-二甲基氨基苯酚 (八) 苯偶酰 单-2-吡啶脒 (九) 1-(2-吡啶偶氮)-2-萘酚(PAN) 和表面活性剂 (十) 硫代苯酰丙酮	
三、极谱法	115
第三节 应用	116
一、钴电解液、粗钴、钴渣中钴的测定(电位滴定法)	116
二、金属镍中钴的测定(硫氰酸盐萃取法)	117
三、有色矿中钴的测定(5-氯-PADAB光度法)	117
四、原子吸收光度法	118
参考文献	119

第八章 镍

第一节 分离方法	120
一、沉淀法	120
(一) 丁二酮肟 (二) 4-甲基-1,2-环己烷二酮二肟 (三) β -间 羟苯基乙醛缩氨基硫脲 (四) 其他肟类	
二、萃取法	122
(一) 丁二酮肟 (二) 高分子胺 (三) 二安替比林甲烷 (四) 8-羟基喹啉 (五) 4-(2-吡啶偶氮)百里酚	
三、离子交换法	123
第二节 测定方法	124
一、EDTA容量法	124
(一) 直接滴定 (二) 回滴定	

二、光度法	125
(一) 丁二酮肟 (二) α -呋喃二肟 (三) 苯甲酰甲基肟 (四)	
对羟基二硫代苯甲酸 (五) 铬天菁S (六) 1-(2-吡啶偶氮)-2-	
萘酚 (七) 4-(2-吡啶偶氮)-间苯二酚 (八) 4-(2-吡啶偶氮)-间	
苯二酚和氯化十四烷基二甲基苄基铵	
三、极谱法	130
第三节 应用	131
一、氧化镍中镍的测定(丁二酮肟重量法)	131
二、镍精矿中镍的测定(EDTA容量法)	132
三、硫化镍阳极板中镍的测定(N-235萃取—EDTA法)	133
四、硫化矿中镍的测定(丁二酮肟光度法)	133
五、钴矿、锌矿中镍的测定(极谱法)	134
六、原子吸收光度法	134
参考文献	135

第九章 锡

第一节 分离方法	136
一、沉淀法	136
(一) 硫化物 (二) 铜铁试剂 (三) β -偏锡酸 (四) 共沉淀	
二、萃取法	137
(一) 碘化物 (二) 硫氰酸盐 (三) 铜铁试剂 (四) N-苯甲	
酰-苯胺 (五) 高分子胺 (六) 烷基磷酸 (七) 二-2-乙基己基	
二硫代磷酸 (八) 二安替比林甲烷	
三、挥发法	139
(一) 碘化物升华 (二) 氯、溴化物挥发	
第二节 测定方法	139
一、容量法	139
(一) 碘量法 (二) EDTA法	
二、光度法	142
(一) 苯茚酮 (二) 茜素紫 (三) 邻苯亚甲基氨基-2-硫代苯酚	
(四) 亚铁-1,10-菲罗啉 (五) 邻苯二酚紫 (六) 偶氮化合物	
三、极谱法	148
第三节 应用	150
一、锡原、精、尾矿中锡的测定(铁粉还原烧结-碘量法)	150

二、一般氧化矿、硫化矿及组成较复杂的锡精矿中锡的测定(锌粉-硼砂-硼酸分解-碘量法)	152
三、复杂锡精矿中锡的测定(氯化焙烧-碘量法)	152
四、金属铅中锡的测定(茜素紫法)	153
五、铜、锌、镉、镍、钴中锡的测定(苯芴酮-甲基异丁酮法)	154
参考文献	155

第十章 铈

第一节 分离方法	156
一、沉淀法	156
(一) 硫化物 (二) 共沉淀 (三) 1,2-二吗啡酚基乙烷	
二、萃取法	157
(一) 卤化物 (二) 高分子胺 (三) 烷基磷酸 (四) 硫代环烷酸 (五) 二安替比林甲烷 (六) 乙基黄原酸钾 (七) 二乙基二硫代氨基甲酸钠 (八) 二乙基二硫代氨基甲酸二乙铵 (九) 二乙基二硫代磷酸 (十) 铜铁试剂	
第二节 测定方法	160
一、容量法	160
(一) 溴酸钾法 (二) 硫酸铈法	
二、光度法	161
(一) 碱性染料 (二) 6-甲氧基-3-甲基苯并氮(杂)茂-偶氮-4-N-甲基联苯胺 (三) 1,4-二甲基-1,2,4-三唑啉-(3-偶氮-4)-N, N-二乙基苯胺 (四) 1-(2-吡啶偶氮)-2-萘酚 (五) 6-(2-噻唑偶氮)-3,4-二甲苯酚	
三、极谱法	168
第三节 应用	169
一、铈矿中铈的测定(硫酸铈法)	169
二、铈的测定(示波极谱法)	170
三、金属镍、钴、锌、镉中铈的测定(亮绿法)	171
四、原子吸收光度法	172
参考文献	173

第十一章 汞

第一节 分离方法	174
----------------	-----

一、沉淀法	174
(一) 氯化物 (二) 硫化物 (三) 还原为金属 (四) 共沉淀	
二、萃取法	175
(一) 碘化物 (二) 高分子胺 (三) 二乙基二硫代氨基甲酸钠	
(四) 烷基硫代磷酸 (五) 2-氨基-4-甲基噻唑 (六) 2-氨基苯	
噻唑 (七) 双硫脲	
三、挥发法	177
第二节 测定方法	177
一、容量法	177
(一) 硫氰酸盐 (二) EDTA (三) 二乙基二硫代氨基甲酸钠	
(四) 碘量法	
二、光度法	179
(一) 双硫脲 (二) N-(对-甲基苯基)对苯二胺 (变胺蓝B)	
(三) 碱性蓝B (四) 亚铁联吡啶 (五) 硫代噻吩甲酰三氟丙酮	
(六) 甲基百里酚蓝 (七) 4-(2-吡啶偶氮)-间苯二酚 (八) 中性红	
(九) 亮绿 (十) 1-(2-吡啶偶氮)-2-萘酚	
第三节 应用	186
一、汞矿中汞的测定(硫氰酸盐法)	186
二、汞矿中汞的测定(二乙基二硫代氨基甲酸钠法)	188
三、矿石中汞的测定(双硫脲法)	189
四、硒中汞的测定(双硫脲法)	190
参考文献	191

第十二章 铁

第一节 分离方法	192
一、沉淀法	192
(一) 氢氧化物 (二) 苯甲酸铵 (三) 汞阴极电解	
二、萃取法	193
(一) 卤化物/含氧萃取剂 (二) 铜铁试剂 (三) 乙酰丙酮	
(四) 噻吩甲酰三氟丙酮 (五) 高分子胺	
第二节 测定方法	195
一、容量法	195
(一) 重铬酸钾法(氯化亚锡-氯化高汞) (二) 重铬酸钾法(三	
氯化钛、亚锡-三氯化钛或铝-三氯化钛) (三) 重铬酸钾法(氯化	
亚锡-甲基橙) (四) EDTA法	

二、光度法	199
(一) 磺基水杨酸 (二) 硫氰酸盐 (三) 1,10-菲罗啉 (四)	
1,10-菲罗啉-硫氰酸盐 (五) 1,10-菲罗啉-碘化物 (六) 1,10-	
菲罗啉-溴酚蓝 (七) 4,7-二苯基-1,10-菲罗啉 (八) 乙酰丙酮	
第三节 应用	204
一、铅、锌矿石中铁的测定(EDTA-钼试剂法)	204
二、矿石中铁的测定(重铬酸钾-三氯化钛)	205
三、金属铜中微量铁的测定(1,10-菲罗啉法)	205
四、金属铅中微量铁的测定(1,10-菲罗啉法)	206
五、金属铈及铈盐中微量Fe(Cu)的测定(4,7-二苯-1,10-菲罗	
啉法)	206
六、原子吸收光度法	207
参考文献	207

第十三章 锰

第一节 分离方法	208
一、沉淀法	208
(一) 二氧化锰及氢氧化物 (二) 氢氧化钼共沉淀-浮选法	
二、萃取法	209
(一) 二乙基二硫代氨基甲酸钠 (二) 噻吩甲酰三氟丙酮 (三)	
硫氰酸盐-三辛基甲基铵 (四) 黄原酸盐 (五) 烷基磷酸 (六)	
硫氰酸盐	
第二节 测定方法	211
一、容量法	211
(一) 硫酸亚铁铵法(过硫酸铵氧化) (二) 硫酸亚铁铵法(高氯	
酸氧化) (三) EDTA法	
二、光度法	212
(一) 高锰酸盐 (二) 甲醛肟 (三) 乙醛肟 (四) 无色孔雀绿	
及其它三苯基甲烷系染料 (五) 双硫脲-吡啶 (六) 1-(2-吡啶偶	
氮)-2-萘酚 (七) 4-(2-吡啶偶氮)-间苯二酚	
第三节 应用	219
一、锰矿及其它矿石中锰的测定(硫酸亚铁铵容量法)	219
二、大量铜、钴、镍存在下锰的测定(过碘酸钾光度法)	220
三、金属钴中微量锰的测定(甲醛肟法)	220

四、原子吸收光度法	221
参考文献	222

第十四章 钙

第一节 分离方法	223
一、沉淀法	223
(一) 草酸盐 (二) 氟化物 (三) 硫酸盐 (四) 其他方法	
二、萃取法	224
(一) 偶氮-氧化偶氮 BN (二) 硫氰酸盐 (三) N-苯基硫代乙 酰氧肟酸-三正辛基膦化氧	
三、离子交换法	226
第二节 测定方法	227
一、容量法	227
(一) EDTA (二) EGTA (三) 草酸盐-高锰酸钾	
二、光度法	228
(一) 乙二醛双-(2-羟基苯胺) (二) 偶氮氯膦Ⅲ (三) 偶氮胂Ⅲ (四) 偶氮安替比林Ⅲ (五) 8-羟基喹啉-正丁胺 (六) 紫脲酸铵	
第三节 应用	235
一、石灰石中钙的测定(EDTA法)	235
二、炉渣中Ca的测定	235
三、金属铈中Ca的测定	236
四、原子吸收光度法	236
参考文献	237

第十五章 镁

第一节 分离方法	239
一、沉淀法	239
(一) 氢氧化物 (二) 磷酸铵镁 (三) N-苯甲酰-苯胺 (四) 8-羟基喹啉 (五) 其他方法	
二、萃取法	241
(一) 7-[α -(邻甲酯苯胺基)-苄基]-8-羟基喹啉 (二) 噻酚甲酰 三氟丙酮 (三) 硫氰酸盐	
第二节 测定方法	241
一、EDTA法	241

二、光度法	242
(一) 埃铬黑T (二) 达旦黄 (三) 二甲苯胺蓝II (四) 铬变素2R (五) 8-羟基喹啉-正丁胺 (六) 甲基百里酚蓝	
第三节 应用	249
一、炉渣中镁的测定(EDTA法)	249
二、金属镍中镁的测定(二甲苯胺蓝II法)	250
三、原子吸收光度法	251
参考文献	252

第十六章 硒

第一节 分离方法	253
一、沉淀法	253
(一) 还原为单体 (二) 硒化物 (三) 硫酸铅共沉淀 (四) 氢氧化物共沉淀 (五) 碱熔分离	
二、挥发蒸馏法	255
三、萃取法	256
(一) 卤化物 (二) 乙基黄原酸钾 (三) 苯并噻吩酸 (四) 单体硒浮选	
四、离子交换法	258
第二节 测定方法	258
一、单体硒重量法	258
二、容量法	259
(一) 高锰酸钾法 (二) 碘量法 (三) 硒碲连续测定	
三、光度法	260
(一) 3,3'-二氨基联苯胺 (二) 2,3-二氨基萘 (三) 邻苯二胺及其衍生物 (四) 双硫脲	
四、极谱法	263
(一) 氨性底液 (二) 亚硫酸钠-氢氧化铵底液 (三) 亚硫酸钠-碳酸钾底液 (四) 邻苯二胺络合催化极谱法	
第三节 应用	264
一、粗硒、二氧化硒中硒的测定(高锰酸钾法)	264
二、硒的测定(碘量法)	265
三、铜阳极泥中硒的测定(溴化物萃取-碘量法)	266
四、微量硒的测定(3,3'-二氨基联苯胺法)	267