

矿石及有色金属分析法

冶金工业部北京矿冶研究院编

科学出版社

内 容 简 介

本书较详细地介绍了矿石及有色金属实用的化学分析方法。全书共分五章：第一、第二、第三和第四章介绍了矿石及有色金属精矿中常见元素、稀有稀散元素及贵金属元素分析方法；第五章介绍了有色金属产品的分析方法。本书附录载有分析中常用数据及有色金属精矿等级和有色金属品号，供读者参考。

本书可供冶金厂矿、地质部门和有关科研单位从事分析工作的工人、技术人员以及大专院校有关专业师生参考。

矿石及有色金属分析法

冶金工业部北京矿冶研究院编

*

科学出版社出版

北京朝阳门内大街 137 号

中国科学院印刷厂印刷

新华书店北京发行所发行 各地新华书店经售

*

1973 年 6 月第 一 版 开本：850×1168 1/32

1973 年 6 月第一次印刷 印张：22 插页：3

印数：0001—13,600 字数：575,000

统一书号：15031·50

本社书号：144·15—2

定价：2.30 元

只 限 国 内 发 行

毛主席语录

领导我们事业的核心力量是中国共产党。

指导我们思想的理论基础是马克思列宁主义。

在生产斗争和科学实验范围内，人类总是不断发展的，自然界也总是不断发展的，永远不会停止在一个水平上。因此，人类总得不断地总结经验，有所发现，有所发明，有所创造，有所前进。

中国人民有志气，有能力，一定要在不远的将来，赶上和超过世界先进水平。

一个正确的认识，往往需要经过由物质到精神，由精神到物质，即由实践到认识，由认识到实践这样多次的反复，才能够完成。这就是马克思主义的认识论，就是辩证唯物论的认识论。

56.05
29.1
3

矿石及有色金属分析法

冶金工业部北京矿冶研究院編

科学出版社

1973

前 言

遵照伟大领袖毛主席关于“**要认真总结经验**”的教导，我们总结了几年来配合选矿、冶金研究中实用的分析方法；吸取了兄弟单位的一些宝贵经验；收集了部分精矿及有色金属的现行标准分析方法，汇编成《矿石及有色金属分析法》曾于1971年作为内部资料交流。受到了冶金、地质战线上广大从事分析工作的同志及一些大专院校有关专业师生的关心和支持。

在毛主席无产阶级革命路线指引下，在毛主席的“**开发矿业**”伟大号召的鼓舞下，当前我国地质、冶金战线欣欣向荣、蒸蒸日上，大打矿山之仗、增加产量、提高质量、大搞综合利用的群众运动正在深入开展。这一蓬勃发展的形势，对分析工作提出了相应的要求。因此我们将《矿石及有色金属分析法》一书修订出版，希望能对广大冶金、地质分析人员起到一些参考作用。

在修订该书过程中，对某些测定方法的技术条件进行了一些补充实验和验证并增补了一些分析方法，同时向有关单位征询了意见，得到了热情认真的帮助，收到了不少有益的意见和建议，有些单位还主动推荐了工作中较好的分析方法，这些我们在修订中予以考虑和采纳，在此表示感谢。

此外，考虑到本书篇幅，已将原书中光谱分析部分删去。

由于我们水平所限，调查研究不足，实践经验尚少，本书一定还会有不少错误和缺点，诚恳欢迎读者批评指正。

冶金工业部北京矿冶研究院

一九七二年十月

• i •

30593

说 明

1. 分析试样的粒度要求,除特殊规定外,一般须通过 150 筛目。
2. 除特殊指出者外,试样在称取前须于 105~110℃ 的烘箱中烘干 2 小时并在干燥器中冷却之。

3. 分析所用试剂,除特别注明者外,均为“分析纯”。

4. 试剂配制及分析操作所用之水,除特殊指明者外,一律为一次蒸馏水。

5. 方法中所载之溶液,除指明溶剂外,均为水溶液。溶液浓度百分数之表示,系指 100 毫升溶液中溶质的克含量。“1:1”,“1:5”,“2:98”等等,系指酸或任何一种溶液的体积(前项)与水的体积(后项)之比。

6. 方法中未注明浓度的试剂,如盐酸,硫酸,硝酸等等,系指浓盐酸(比重 1.19),浓硫酸(比重 1.84),浓硝酸(比重 1.40)。

7. 重量法中“称至恒重”一语,系指先后两次烘干或灼烧后称量之差正负不超过 0.3 毫克。

8. 极谱法中各种金属离子的半波电位,除特殊指明外均系对饱和甘汞电极而言。

9. 极谱法中如指出“按比较法计算分析结果”时,系指将标准与试样所得波高进行直接比较而求出未知试样中待测元素的百分含量,计算公式如下:

$$\text{试样中待测元素 \%} = \frac{h_x}{h} \times \frac{S_2}{S_1} \times \frac{W}{G} \times 100$$

式中 h, h_x ——分别为标准及试样的波高(毫米);

S_1, S_2 ——分别为标准及试样测量波高时的灵敏度;

W ——为标准中待测元素含量(克);

G ——称取试样重量(克)。

10. 方法中“空白试验”一语,系指与试样分析同时进行的试验,且与试样分析中所采用的方法及试剂用量完全一致。

目 录

第一章 矿石中常见元素分析	1
第一节 铜的测定	1
一、硫代硫酸钠容量法	1
二、氟化氢铵快速容量法	4
三、铜试剂比色法	6
四、双环己酮乙二酰二胺比色法	8
五、氨性底液极谱法	10
六、原子吸收分光光度法	11
第二节 铅的测定	13
一、EDTA 容量法	13
二、盐酸底液极谱法	18
三、醋酸钠底液极谱法(铅、锌连续测定)	19
四、示波极谱法	21
第三节 锌的测定	22
一、EDTA 容量法	22
二、氨性底液极谱法	25
三、萃取分离-示波极谱法	28
四、示波极谱法	30
五、原子吸收分光光度法	31
第四节 镍的测定	32
一、丁二酮肟重量法	32
二、EDTA 容量法	34
三、丁二酮肟比色法	36
四、吡啶-氯化吡啶底液极谱法	39
第五节 钴的测定	42
一、电位滴定法	42
二、碘量法	45

三、亚硝基-R 盐比色法	47
四、1-亚硝基-2-萘酚比色法	53
五、原子吸收分光光度法	55
第六节 钨的测定	57
一、8-羟基喹啉重量法	57
二、钨酸铵灼烧重量法	60
三、硫氰酸盐示差比色法	62
四、硫氰酸盐比色法	63
第七节 锡的测定	65
一、铝片还原碘量法	65
二、卑磷酸盐还原碘量法	70
三、苯芴酮比色法	71
四、硫酸-氯化钠底液极谱法	73
第八节 钼的测定	74
一、钼酸铅重量法	74
二、重铬酸钾容量法	76
三、EDTA 容量法	79
四、硫氰酸盐比色法	81
五、钼催化波极谱法	87
第九节 铈的测定	89
一、溴酸钾容量法	89
二、硫酸铈容量法	90
三、孔雀绿比色法	92
四、盐酸-硫酸底液极谱法	94
第十节 铋的测定	95
一、EDTA 容量法	95
二、硫脲比色法	98
三、醋酸-醋酸铵底液极谱法	99
第十一节 镉的测定	101
氨性底液极谱法	101
第十二节 汞的测定	102
一、硫氰酸盐容量法	102
二、双硫脲比色法	105

第十三节 铁的测定	107
一、重铬酸钾容量法	107
二、铈量法	111
三、磺基水杨酸比色法	113
四、EDTA- H_2O_2 比色法	114
第十四节 亚铁的测定	116
一、重铬酸钾容量法	116
二、五氧化二钒-硫酸亚铁铵容量法	118
三、黄铁矿中铁(II)、铁(III)及硫化亚铁的连续测定	119
第十五节 金属铁的测定	123
重铬酸钾容量法	123
第十六节 锰的测定	124
一、硫酸亚铁铵容量法(过硫酸铵作氧化剂)	124
二、硫酸亚铁铵容量法(高氯酸作氧化剂)	125
三、亚砷酸钠-亚硝酸钠容量法	126
四、高锰酸盐比色法	128
第十七节 铬的测定	131
一、硫酸亚铁铵容量法	131
二、二苯氨基脲比色法	133
三、氢氧化钠底液极谱法	135
第十八节 钒的测定	136
一、硫酸亚铁铵容量法	136
二、磷钨钒酸比色法	138
三、苯甲酰基苯肼比色法	140
第十九节 钛的测定	142
一、硫酸高铁铵容量法	142
二、过氧化氢比色法	145
三、二安替比林甲烷比色法	147
第二十节 磷的测定	149
一、酸碱容量法	149
二、磷钼钒酸比色法	152
三、磷钼蓝比色法	154
第二十一节 砷的测定	157

一、卑磷酸盐容量法	157
二、卑磷酸盐比浊法	159
三、砷钼蓝比色法	162
四、砷试剂比色法	165
五、极谱法	167
第二十二节 二氧化硅的测定	168
一、动物胶凝聚重量法	168
二、酸溶脱水重量法	172
三、氟硅酸钾容量法	173
四、硅钼蓝比色法	176
第二十三节 三氧化二铝的测定	178
一、EDTA 容量法	178
二、氟铝酸钾容量法	183
第二十四节 氧化钙及氧化镁的测定	185
EDTA 容量法	185
第二十五节 钡的测定	191
一、硫酸钡重量法	191
二、EDTA 容量法	194
第二十六节 钾和钠的测定	197
火焰光度法	197
第二十七节 硫的测定	199
一、硫酸钡重量法	199
二、燃烧-中和法	201
三、燃烧-碘量法	205
第二十八节 总碳量的测定	207
气体容量法	207
第二十九节 氟的测定	212
一、硝酸钍容量法	212
二、偶氮胂 III 间接比色法	214
三、茜素锆间接比色法	216
四、高温热解-二甲酚橙比色法	217
第三十节 氟化钙的测定	220
一、高锰酸钾容量法	220

二、EDTA 容量法	222
第三十一节 水分的测定——吸湿水和化合水的连续测定	224
第三十二节 烧失量的测定	226
第二章 矿石中稀有、稀散元素分析	229
第一节 锂的测定	229
一、火焰光度法	229
二、火焰光度增量法	230
第二节 铷、铯的测定	232
火焰分光光度法	232
第三节 铍的测定	236
一、磷酸盐重量法	236
二、硫代硫酸钠容量法	238
三、铍试剂 II 比色法	240
四、铍试剂 III 比色法	243
第四节 锆(钪)的测定	245
一、苦杏仁酸重量法	245
二、EDTA 容量法	247
三、茜素磺酸钠比色法	249
四、二甲酚橙比色法	252
五、苦胺酸-R 比色法	256
第五节 铀的测定	259
一、钒酸铵容量法	259
二、二苯酰甲烷比色法	262
三、萃取分离-偶氮胂 III 比色法	264
四、离子交换分离-偶氮胂 III 比色法	267
五、醋酸-醋酸钠底液极谱法	269
六、示波极谱法	270
第六节 钍的测定	272
一、苯甲酸钍重量法	272
二、EDTA 容量法	274
三、钍试剂比色法	276
四、偶氮胂 III 比色法	279

第七节 铈、钽的测定	282
一、纸色层分离焦性没食子酸比色法	282
二、硅胶富集 PAR 丁基罗丹明 B 比色法	285
三、动物胶丹宁分离硫氰酸钾甲基紫比色法	288
四、纸色层分离硫氰酸钾甲基紫比色法	291
五、氯代磺酚 S 比色法测定铈	293
第八节 稀土总量的测定	295
一、草酸盐重量法(稀土、钍总量)	295
二、硫酸亚铁铵容量法	297
三、EDTA 容量法	301
四、偶氮胂 III 比色法	305
五、PMBP-苯萃取分离偶氮胂 III 比色法	307
第九节 镓的测定	309
罗丹明 B 比色法	309
第十节 锗的测定	314
一、苯芴酮比色法	314
二、氨性底液极谱法	318
第十一节 铟的测定	319
一、结晶紫比色法	319
二、罗丹明-3B 比色法	321
三、盐酸羟胺底液示波极谱法	323
第十二节 铊的测定	324
一、结晶紫比色法	324
二、亚硫酸钠-碳酸钾底液极谱法	327
第十三节 硒的测定	328
一、3, 3'-二氨基联苯胺比色法	328
二、亚硫酸钠-碳酸钾底液示波极谱法	331
三、亚硫酸钠-氨性底液示波极谱法	333
第十四节 碲的测定	335
一、二安替比林丙基甲烷比色法	335
二、溴碲络合物比色法	338
三、硫酸-氯化钠底液极谱法	340
四、亚硫酸钠-碳酸钾底液示波极谱法	341

第十五节 铼的测定	342
一、硫氰酸盐比色法	342
二、丁基罗丹明 B 比色法	344
三、亚硫酸钠底液极谱法	346
第三章 矿石中贵金属分析	348
第一节 矿石中贵金属的火试金法富集	348
第二节 合粒中金、银的重量法测定	353
第三节 矿石中金的测定	355
一、活性炭富集孔雀绿比色法	355
二、原子吸收分光光度法	357
第四节 矿石中银的测定	358
一、铜试剂铜比色法	358
二、原子吸收分光光度法	360
第五节 合粒中铂、钯、金的比色测定	361
第六节 矿石中铀、钍的测定	366
第七节 矿石中钼、钨的催化比色测定	370
第四章 有色金属精矿分析	377
第一节 铜精矿	377
一、铜的测定	377
二、铅的测定	377
三、锌的测定	378
四、铁的测定	379
五、硅的测定	379
六、钙、镁的测定	379
七、硫的测定	379
八、砷的测定	380
九、金、银的测定	380
第二节 铅精矿	380
一、铅的测定	380
二、锌的测定	380
三、铜的测定	380

四、硫的测定	380
五、砷的测定	380
六、金、银的测定	381
第三节 锌精矿	381
一、锌的测定	381
二、铜的测定	381
三、铅的测定	381
四、铁的测定	381
五、硫的测定	381
六、砷的测定	381
七、镉的测定	381
第四节 镍精矿	382
一、镍的测定	382
二、氧化镁的测定	383
第五节 钨精矿	385
一、三氧化钨的测定	385
二、锡的测定	385
三、砷的测定	388
四、硫的测定	389
五、磷的测定	390
六、二氧化硅的测定	393
七、钼的测定	394
八、铜的测定	394
九、锰的测定	395
十、钙的测定	397
十一、水分的测定	399
第六节 锡精矿	399
一、锡的测定	399
二、铅的测定	401
三、铜的测定	402
四、铁的测定	402
五、钨的测定	404
六、砷的测定	404

七、铋的测定	404
八、铊的测定	404
九、水分的测定	404
第七节 钼精矿	404
一、钼的测定	404
二、二氧化硅的测定	405
三、氧化钙的测定	406
四、铅的测定	408
五、铜的测定	408
六、磷的测定	408
七、砷的测定	410
八、锡的测定	411
九、水分的测定	413
第八节 铌精矿	413
一、铌的测定	413
二、铅的测定	413
三、钨的测定	415
四、铝的测定	415
五、铁的测定	417
六、硅的测定	418
七、硫的测定	419
第五章 有色金属化学分析	421
第一节 镍	421
一、铜的测定	421
二、钴的测定	425
三、铁的测定	428
四、锌的测定	431
五、铅的测定	439
六、镉的测定	445
七、锡的测定	446
八、磷、砷、硅的测定	449
九、硅的测定	452

十、铝的测定	452
十一、镁的测定	455
十二、铈的测定	460
十三、铈的测定	462
十四、锰的测定	463
十五、碳的测定	465
十六、硫的测定	469
第二节 钴	472
一、铜的测定	472
二、铁的测定	474
三、镍的测定	474
四、锌的测定	476
五、铅的测定	479
六、镉的测定	483
七、锡的测定	485
八、磷、砷的测定	485
九、硅的测定	487
十、镁的测定	489
十一、铝的测定	491
十二、铈的测定	495
十三、铈的测定	497
十四、锰的测定	498
十五、碳的测定	503
十六、硫的测定	506
第三节 铜	511
一、铜的测定	511
二、镍的测定	515
三、铁的测定	518
四、铅的测定	521
五、锌的测定	523
六、锡的测定	525
七、铈的测定	526
八、砷的测定	528

九、磷的测定	530
十、铋的测定	531
十一、硫的测定	534
第四节 铅	534
一、铜的测定	534
二、银的测定	535
三、锌的测定	537
四、铁的测定	540
五、砷的测定	541
六、铈的测定	544
七、锡的测定	546
八、铋的测定	549
第五节 铈	551
一、铅的测定	551
二、镉的测定	553
三、铅、镉连续测定	555
四、铜的测定	557
五、铁的测定	557
六、铈的测定	559
七、砷的测定	560
八、锡的测定	561
第六节 锡	563
一、铜的测定	563
二、铁的测定	565
三、铋的测定	568
四、铅的测定	569
五、铈的测定	574
六、砷的测定	575
七、硫的测定	579
八、铝的测定	581
九、锌的测定	583
第七节 镉	585
一、铅的测定	585