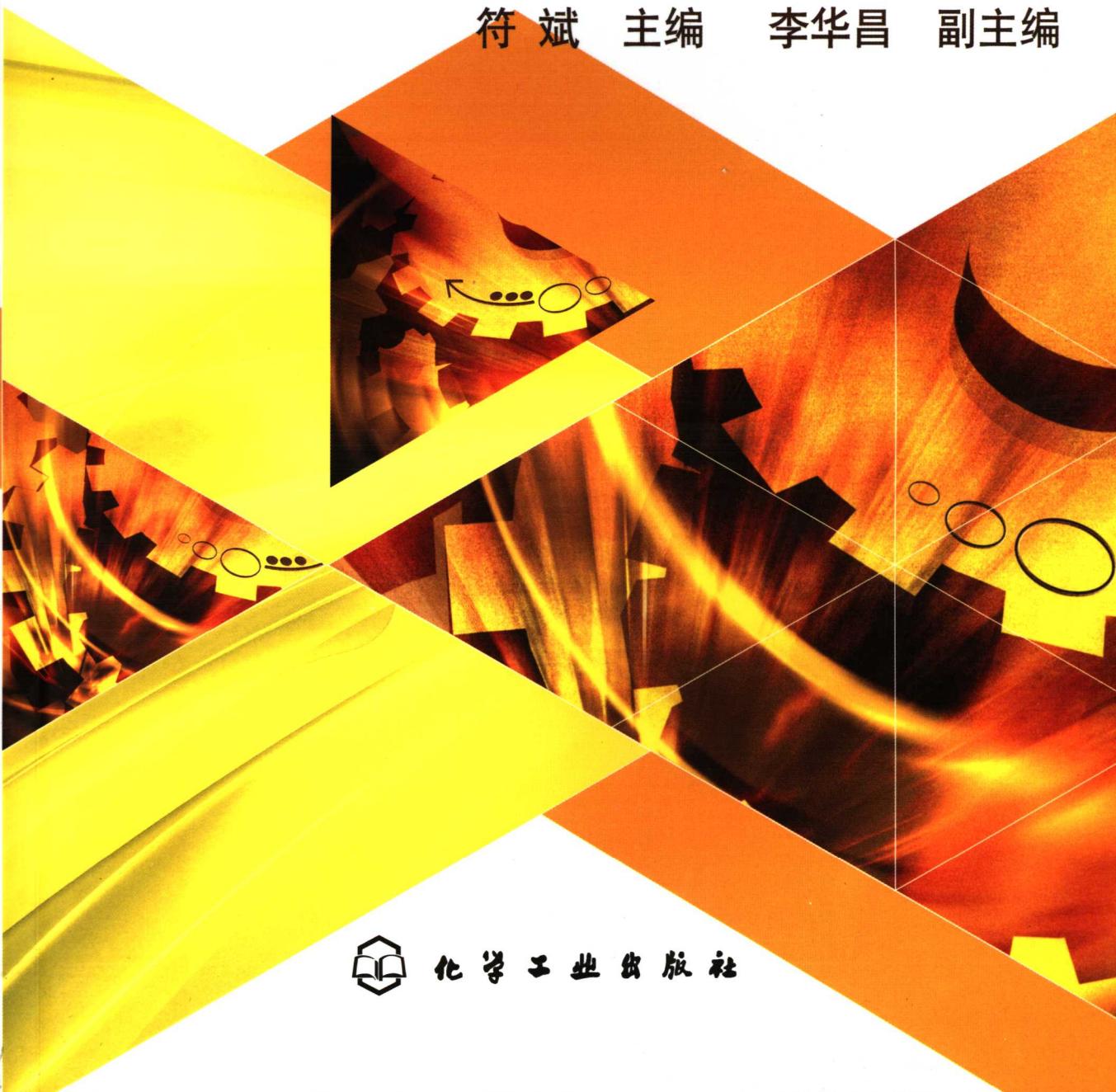


现代有色金属分析丛书



现代重金属冶金分析

符斌 主编 李华昌 副主编



化学工业出版社

现代有色金属分析丛书

现代重金属冶金分析

符斌 主编 李华昌 副主编



化学工业出版社

·北京·

本书系《现代有色金属分析丛书》之一，全面、系统地介绍了现代重金属冶金分析的有关知识和实用方法，简要叙述了铜、铅、锌、镍、钴、锡、铋、镉、锑和汞的分离、富集及测定方法，较详细地介绍了重金属冶炼过程中的原料、中间物料、金属、合金以及其他冶炼产品的现代实用分析方法，同时对重金属冶金环境监测、重金属选矿药剂分析进行了全面简要的介绍。

本书内容全面、新颖，涉及领域广，实用性强，是分析测试人员实用的工具书，可供冶金、机械、地质、环保部门的厂矿和科研单位的分析测试工作者使用，也可供相关院校师生参考。

图书在版编目 (CIP) 数据

现代重金属冶金分析/符斌主编。—北京：化学工业

出版社，2006.10

(现代有色金属分析丛书)

ISBN 978-7-5025-9564-7

I. 现… II. 符… III. 重有色金属-有色金属治
金-工业分析 IV. TF810.1

中国版本图书馆 CIP 数据核字 (2006) 第 127366 号

现代有色金属分析丛书

现代重金属冶金分析

符斌 主编

李华昌 副主编

责任编辑：窦臻

文字编辑：颜克俭

责任校对：洪雅姝

封面设计：潘峰

*

化学工业出版社出版发行

(北京市东城区青年湖南街 13 号 邮政编码 100011)

购书咨询：(010)64518888

购书传真：(010)64519686

售后服务：(010)64518899

<http://www.cip.com.cn>

*

新华书店北京发行所经销

大厂聚鑫印刷有限责任公司印刷

三河市延风装订厂装订

开本 787mm×1092mm 1/16 印张 26 1/4 字数 721 千字

2007 年 1 月第 1 版 2007 年 1 月北京第 1 次印刷

ISBN 978-7-5025-9564-7

定 价：59.00 元

版权所有 违者必究

该书如有缺页、倒页、脱页者，本社发行部负责退换

《现代有色金属分析丛书》编委会

主任 符斌

委员 (以姓氏笔画为序)

刘文华 李华昌 张树朝 董守安 裴立奋

《现代重金属冶金分析》编写人员

主编 符斌

副主编 李华昌

编写人员 (以姓氏笔画为序)

于乾勇 王纪华 史光源 刘天平 刘振东 刘海东

汤淑芳 孙红英 李华昌 杨志华 肖沃辉 吴义千

张永进 张红玲 胡军凯 姜求韬 姚文 栾和林

高颖剑 符斌 章连香 喻生洁 谭勇

审校 唐燕祥

《现代有色金属分析丛书》前言

我国是有色金属大国，进入 21 世纪，我国的有色金属工业取得了突飞猛进的发展，2002 年，我国的有色金属产量跃居世界第一位，此后一直保持不变。现代科学技术的进步，国民经济的增长，有色金属产业的发展，各方面对有色金属分析都提出了更高的要求。为了适应这一要求以及广大从业人员的需要，我们受化学工业出版社委托编写了这套《现代有色金属分析丛书》。本丛书的编写以先进性与实用性相结合为指导思想，力求反映我国有色金属领域分析测试技术的特色与技术水平，以及这方面的重大变革。本丛书按分析对象设定为 5 个分册：

- 1 《现代重金属冶金分析》
- 2 《现代轻金属冶金分析》
- 3 《现代贵金属分析》
- 4 《现代难熔金属和稀散金属分析》
- 5 《现代稀土金属工业分析》

丛书中每个分册都各具特色，内容丰富，既有简明的理论阐述，又有实用方法介绍；既有现代仪器分析方法，又有经典化学分析方法。各分册内容以有色金属行业通用的、目前在工业过程中普遍采用的、技术成熟的分析方法为主，同时注意体现新颖性，对于国内外具有推广价值和发展前景的先进技术力求给予充分反映。所介绍的技术、方法不仅结合国家、行业的有关最新标准、规范，而且突出新技术、新方法、新仪器。我们希望，该套丛书的出版能对我国有色金属分析事业的进步与发展有所贡献。

这套丛书内容全面、新颖、实用性强，是分析测试人员实用的技术用书，可供冶金、地质、环保部门和有关科研单位的分析测试工作者使用，也可供有关院校师生参考。

本丛书在编写过程中，得到了北京矿冶研究总院、郑州轻金属研究院、昆明贵金属研究所、株洲硬质合金集团公司、北京有色金属研究总院等单位的领导和分析工作者的积极支持，在此谨致谢忱！

《现代有色金属分析丛书》编委会
2006 年 8 月

前　　言

重金属包括铜、铅、锌、镍、钴、锡、铋、镉、锑和汞。重金属是有色金属的主力军，其产量占有色金属产量的大部分。重金属与其他有色金属都是国民经济的基础原料，广泛用于钢铁、机械、电子、航空航天、军事、交通、化工等领域，在国民经济中具有十分重要的作用，其质量的好坏直接影响到国民经济中的许多重要产业部门的生产和产品质量。

有色金属的品种质量已成为企业生存、经济增长的关键。分析检测在有色金属的开采、冶炼、加工等生产过程，乃至消费过程中，起到了不可缺少的重要作用。

本书作为《现代有色金属分析丛书》之一，介绍了重金属冶金的现代分析方法，按领域分为13章，分别为重金属及其矿物，铜、铅、锌、镍、钴、锡、铋、镉、锑、汞的冶金分析，重金属冶金环境监测，重金属选矿药剂分析。

本书涉及的内容丰富，领域广，但由于篇幅有限，只能筛选了一些当今最实用的分析方法，对于不少极具参考价值的方法不得不忍痛割爱。另外，在编写上也采取了删繁就简的办法，省略了一些试剂和标准溶液的配制、计算公式等。

本书的内容如书名所称，立足于重金属冶金的现代分析，即选编的方法都是当今时代采用的先进分析方法，不仅包含现代的化学分析方法，而且包含现代的仪器分析方法。选取的分析方法具有先进性、实用性、可靠性。我们希望本书的出版能对我国有色金属事业的进步与发展有所贡献。

本书的编写得到了大冶有色金属公司、金川有色金属公司、株洲冶炼厂、云南锡业公司、葫芦岛锌厂、广东有色金属研究院、北京矿冶研究总院等单位的大力支持，在此一并表示感谢。

编　者
2006年11月

说 明

1. 分析试样的粒度要求，除特殊规定外，一般应小于 0.100mm。
2. 除特别指出者外，试样在称取前需于 105~110℃ 烘干 2h，并在干燥器中冷却至室温。
3. 分析所用试剂，除特别注明者外，均为“分析纯”。
4. 试剂配制、分析操作用水，除特殊指明者外，均为一次蒸馏水或离子交换水，符合国家标准“分析实验室用水规格及试验方法”中所规定的三级水。
5. 方法中所称之溶液，除指明溶剂外，均为水溶液。
6. 溶液组成的表示法：
 - (1) 物质的量浓度 (c)，简称为浓度。如 $c(\text{NaOH}) = 0.1\text{mol/L}$ ，但在行文中为了简明写作“0.1mol/L NaOH 溶液”，此时的“NaOH”表示物质的量浓度的“基本单元”。
 - (2) 物质的质量浓度 (ρ_B)。其单位为 g/L, mg/L, g/mL, mg/mL, $\mu\text{g}/\text{mL}$ 。
 - (3) 质量分数 (w)。通常元素的分析结果以此形式表示 (%)。
 - (4) 体积分数 (φ)。一般溶质为液体且其含量较小时以此形式表示。
 - (5) (1+1)、(1+3) 等系指任何一种液体溶质的体积(前项)与水的体积(后项)相加，或表示两种溶剂以此体积比例相混合而成混合溶剂。
7. 方法中未注明含量的酸或氨水，系指市售分析纯浓酸或浓氨水(参见 11.2.1 常用酸、氨水的密度和浓度)。如“盐酸”，系指市售的分析纯浓盐酸 ($\rho = 1.19\text{g/mL}$)。未注明含量的三氯化钛溶液为市售三氯化钛溶液 ($w_B \approx 15\% \sim 20\%$)；过氧化氢为市售过氧化氢 ($w_B \approx 30\%$)。
8. 滴定法中的标准溶液的标定，除特别说明外，一般需符合下列要求：平行进行三份标定，取三次标定结果的平均值。若极差值超过 0.10mL 时，应重新标定。
9. 在滴定法中的“XXXX 标准滴定溶液对 Y 的滴定系数，mg/mL”系指“与 1.00mL XXXX 标准滴定溶液相当的 Y 的质量，mg/mL”。
10. 重量法中“称至恒量”一语，系指先后两次烘干或灼烧后称量之差正负不超过 0.3mg。
11. 极谱法中各种金属离子的半波电位或峰电位，除特殊指明外均系对饱和甘汞电极而言。
12. 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质量百分数，计算公式如下：
$$\text{试样中待测元素} (\%) = \frac{h_x}{h} \times \frac{s_2}{s_1} \times \frac{m}{m_0} \times 100$$
式中 h, h_x ——分别为标准及试样的波高，mm；
 s_1, s_2 ——分别为标准及试样测量波高时仪器的灵敏度；
 m ——标准中待测元素的质量，g；
 m_0 ——称取试样质量，g。
13. 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。分析步骤中未注明进行“空白试验”时并不表明不需要进行空白试验。
14. 流水冷却系指用流动的自来水对器皿外壁进行冷却的操作。
15. 方法中的“过滤”，除特别说明外，系指用中速定性滤纸进行过滤。
16. 干过滤系指将含有沉淀等物质的溶液用干滤纸进行的过滤操作。
17. “以 $\times \times$ 定容”系指以 $\times \times$ 稀释至容量瓶的刻度，混匀。

目 录

第1章 重金属及重金属矿物	1	2.3.1 冰铜	24
1.1 重金属	1	2.3.2 粗铜、阳极铜	24
1.2 重金属矿物	2	2.3.3 铜阳极泥	28
第2章 铜冶金分析	5	2.3.4 铜电解液的分析	34
2.1 概述	5	2.3.5 电收尘烟灰的分析	36
2.1.1 铜的分离与富集	5	2.4 铜及铜合金	39
2.1.2 铜的测定方法	6	2.4.1 铜的测定——电解法	39
2.2 铜精矿	7	2.4.2 硒、碲的测定——催化示波极 谱法	40
2.2.1 铜的测定	7	2.4.3 锑的测定——碘化钾吸光光 度法	41
2.2.2 铅、锌、镉和镍的测定——原子吸 收光谱法	9	2.4.4 锡的测定	42
2.2.3 铅的测定——EDTA滴定法	9	2.4.5 砷的测定	43
2.2.4 锌的测定——EDTA滴定法	10	2.4.6 铁的测定	45
2.2.5 氧化镁的测定——火焰原子吸收光 谱法	10	2.4.7 锡的测定	47
2.2.6 金和银的测定——火试金法	11	2.4.8 锌的测定	49
2.2.7 银的测定——火焰原子吸收光 谱法	12	2.4.9 砷、锑、铋的测定——氢化物 发生-无色散原子荧光光谱法	50
2.2.8 金的测定——碲共沉淀-火焰原子吸 收光谱法	12	2.4.10 磷的测定	50
2.2.9 硫的测定	13	2.4.11 铁、钴、铅、镍、锡、铬、镉、 锰的测定——塞曼效应电热原 子吸收法	52
2.2.10 砷的测定	14	2.4.12 银的测定——火焰原子吸收光 谱法	53
2.2.11 氟的测定——氟离子选择电 极法	16	2.4.13 铅的测定——火焰原子吸收光 谱法	53
2.2.12 砷和铋的测定——氢化物发生-原 子荧光光谱法	17	2.4.14 镍的测定	54
2.2.13 锡的测定——氯化物发生-原子荧 光光谱法	17	2.4.15 镁的测定——火焰原子吸收光 谱法	57
2.2.14 汞的测定——冷原子吸收光 谱法	18	2.4.16 氧的测定——脉冲加热-电量法 ..	57
2.2.15 二氧化硅的测定	18	2.4.17 硅的测定——硅钼蓝吸光光 度法	57
2.2.16 钴的测定——火焰原子吸收光 谱法	20	2.4.18 硫的测定——燃烧-碘酸钾滴 定法	59
2.2.17 铁的测定——三氯化钛法还原-重 铬酸钾滴定法	20	2.4.19 碳和硫的测定——高频感应炉 燃烧红外吸收法	60
2.2.18 三氧化二铝的测定	20	2.4.20 硼的测定——姜黄素直接光 度法	60
2.2.19 砷、锑和铋的测定——电感偶合 等离子体发射光谱法	22	2.4.21 杂质元素的测定——电感耦合等离 子发射光谱法	61
2.2.20 锌、镉、铅、镍、镁、钙和铝的 测定——电感偶合等离子体发射 光谱法	23	2.4.22 铜及铜合金光电直读分析方法 ..	64
2.3 铜冶炼中间物料分析	23	2.4.23 X射线荧光光谱法（波长色	

散型)	65
2.4.24 阴极铜直读光谱分析方法	67
参考文献	68
第3章 铅冶金分析	69
3.1 概述	69
3.1.1 铅的分离与富集	69
3.1.2 铅的测定方法	70
3.2 铅精矿分析	71
3.2.1 铅的测定	71
3.2.2 锌的测定——EDTA滴定法	72
3.2.3 锡的测定	73
3.2.4 砷的测定——砷铋钼蓝吸光光度法	73
3.2.5 三氧化二铝的测定——铬天青S吸光光度法	74
3.2.6 锰的测定	75
3.2.7 铜的测定——原子吸收光谱法	76
3.2.8 氧化镁的测定——原子吸收光谱法	76
3.2.9 氧化钙的测定——火焰原子吸收光谱法	76
3.2.10 金、银的测定	77
3.2.11 汞的测定——冷原子吸收光谱法	79
3.2.12 硫的测定——燃烧-酸碱滴定法	79
3.2.13 锌、铁、铜、砷、锑的测定——ICP-AES法	79
3.3 混合料和烧结块分析	80
3.3.1 铅的测定——EDTA滴定法	80
3.3.2 铁和钙的测定——EDTA滴定法	80
3.3.3 砷的测定——单体分离-重铬酸钾滴定法	80
3.3.4 二氧化硅的测定——硅钼蓝吸光光度法	81
3.3.5 铜、锌的测定	81
3.3.6 氧化钙的测定——火焰原子吸收光谱法	82
3.4 炉渣分析	82
3.4.1 铝的测定——氟化物解蔽-EDTA滴定法	82
3.4.2 铜的测定——碘量法	83
3.4.3 铁、钙的测定——EDTA滴定法	83
3.4.4 铅的测定	84
3.4.5 砷的测定——单体分离-重铬酸钾滴定法	84
3.4.6 硫的测定	84
3.4.7 碳的测定——非水滴定法	84
3.4.8 二氧化硅的测定	85
3.4.9 铜、铅和锌的测定——原子吸收光谱法	85
3.4.10 碳、硫的测定——高频燃烧红外吸收光谱法	85
3.5 烟尘分析	86
3.5.1 铅的测定——EDTA滴定法	86
3.5.2 锌的测定	86
3.5.3 砷的测定——重铬酸钾滴定法	86
3.5.4 铜、镉的测定——原子吸收光谱法	86
3.5.5 铊的测定——结晶紫萃取吸光光度法	87
3.6 粗铅和阳极板分析	87
3.6.1 铅的测定——EDTA滴定法	87
3.6.2 锡的测定	88
3.6.3 砷的测定——砷铋钼蓝吸光光度法	89
3.6.4 锡的测定	89
3.6.5 锰、铅和铜的连续测定——EDTA滴定法	90
3.6.6 铜的测定	91
3.6.7 锰的测定——火焰原子吸收光谱法	92
3.6.8 银的测定——火焰原子吸收光谱法	92
3.6.9 铁的测定——火焰原子吸收光谱法	92
3.6.10 铜、铋、锑的测定——火焰原子吸收光谱法	92
3.6.11 金银的测定	93
3.7 铅电解液分析	94
3.7.1 硅氟酸的测定——酸碱滴定法	94
3.7.2 铅的测定——EDTA滴定法	94
3.7.3 锰的测定——P ₂₀₄ -正庚烷萃取吸光光度法	94
3.7.4 氨基乙酸的测定——中和滴定法	95
3.7.5 氯离子的测定——电位滴定法	95
3.7.6 铜的测定——铜试剂萃取吸光光度法	96
3.7.7 锡的测定——苯基荧光酮吸光光度法	96
3.7.8 银的测定——新铜试剂-甲基橙萃取吸光光度法	97
3.7.9 β-萘酚的测定——亚硝酸钠转化-吸光光度法	97
3.7.10 游离氯的测定	97
3.7.11 锡的测定——结晶紫吸光光度法	98

3.8 铅阳极泥分析	98	4.1 概述	118
3.8.1 铅的测定——EDTA滴定法	99	4.1.1 锌的分离与富集	118
3.8.2 硒的测定——单体分离-重铬酸钾滴定法	99	4.1.2 锌的测定方法	119
3.8.3 铜的测定	99	4.2 锌精矿分析	119
3.8.4 锰的测定	100	4.2.1 锌的测定	120
3.8.5 锰的测定——硫酸亚铁铵滴定法	101	4.2.2 铁的测定——EDTA滴定法	121
3.8.6 铅的测定——EDTA滴定法	101	4.2.3 砷的测定	122
3.8.7 锡和砷的连续测定——硫酸铈、溴酸钾滴定法	101	4.2.4 锰的测定——硫酸亚铁铵滴定法	122
3.8.8 铂的测定——石墨炉原子吸收光谱法	101	4.2.5 银的测定——火焰原子吸收光谱法	123
3.8.9 金的测定	102	4.2.6 铅、镉的测定——火焰原子吸收光谱法	123
3.8.10 金、铂、钯的测定——D201BR树脂分离富集-火焰原子吸收光谱法	102	4.2.7 铜的测定——火焰原子吸收光谱法	123
3.8.11 银的测定——火焰原子吸收光谱法	103	4.2.8 氧化钙的测定——火焰原子吸收光谱法	123
3.8.12 金、银的测定	103	4.2.9 氧化镁的测定——火焰原子吸收光谱法	124
3.9 铅及铅合金分析	104	4.2.10 镍的测定——火焰原子吸收光谱法	124
3.9.1 锡的测定	104	4.2.11 钨的测定——火焰原子吸收光谱法	124
3.9.2 锡的测定	105	4.2.12 锡的测定	125
3.9.3 铜的测定	107	4.2.13 锡的测定	126
3.9.4 银的测定——原子吸收光谱法	108	4.2.14 钇的测定	127
3.9.5 锰的测定——碘化钾吸光光度法	108	4.2.15 钛的测定——桑色素吸光光度法	128
3.9.6 砷的测定	109	4.2.16 二氧化硅的测定	129
3.9.7 铁的测定——邻菲咯啉吸光光度法	111	4.2.17 镉的测定——罗丹明 B 吸光光度法	130
3.9.8 钇的测定——结晶紫吸光光度法	111	4.2.18 铈的测定——结晶紫吸光光度法	130
3.9.9 锌的测定——原子吸收光谱法	112	4.2.19 硫的测定——燃烧-酸碱滴定法	131
3.9.10 钙的测定——原子吸收光谱法	112	4.2.20 汞的测定	131
3.9.11 银、锌、镁和钠的测定——原子吸收光谱法	113	4.2.21 氟的测定——氟离子选择电极法	132
3.9.12 铝的测定——铬天青 S 吸光光度法	113	4.2.22 氯的测定——氯离子选择电极法	132
3.9.13 硒的测定	113	4.2.23 钴、镍、锰的测定——火焰原子吸收光谱法	132
3.9.14 硒和碲的测定——示波极谱法	114	4.2.24 铜、铅、镉的测定——极谱法	132
3.9.15 砷、锑、铋的测定——氢化物发生-无色散原子荧光光谱法	115	4.3 锌冶炼中间物料分析	133
3.9.16 碳和硫的测定——高频燃烧红外吸收光谱法	115	4.3.1 锌的测定	133
3.9.17 砷、银、锡、锑、铋的测定——ICP-MS 法	115	4.3.2 锌、铜、铅、镉、铁的测定——火焰原子吸收光谱法	135
参考文献	116	4.3.3 镉的测定——氨性底液极谱法	135
第 4 章 锌冶金分析	118		

4.3.4	铅的测定	136	谱法	152	
4.3.5	铜的测定——碘量法	136	4.4.11	铅的测定——示波极谱法	152
4.3.6	铁的测定	137	4.4.12	镧、铈含量的测定——三溴偶氮 胂吸光光度法	152
4.3.7	砷的测定	137	4.4.13	铜、铅、镉、铁的测定——火焰 原子吸收光谱法	153
4.3.8	锑的测定	138	4.4.14	铟、铋、铅的测定——火焰原子 吸收光谱法	153
4.3.9	锡的测定——苯基荧光酮-CTAB 吸光光度法	138	4.4.15	稀土元素的测定——ICP-AES AES 法	153
4.3.10	钴的测定——亚硝基 R 盐吸光 光度法	139	4.4.16	镧、铈、铝、铁、铅、镉的测 定——ICP-AES 法	154
4.3.11	钴、镍的测定——催化极谱法	139	4.4.17	铅、镉、铁、铜、锡、铝、砷、 锑、镁、镧、铈的测定—— ICP-AES 法	154
4.3.12	铟的测定	139	4.5	锌粉分析	155
4.3.13	锗的测定——萃取分离苯芴酮 吸光光度法	140	4.5.1	全锌的测定——EDTA 滴定法	156
4.3.14	总硫的测定——燃烧-酸碱滴 定法	140	4.5.2	金属锌的测定——高锰酸钾间接 滴定法	156
4.3.15	水溶硫的测定——硫酸钡重 量法	140	4.5.3	氧化锌的测定——火焰原子吸收 光谱法	156
4.3.16	硫酸的测定——酸碱滴定法	140	4.5.4	铅、铁、镉的测定——火焰原子 吸收光谱法	157
4.3.17	二氧化硅的测定	140	4.5.5	钙的测定——火焰原子吸收光 谱法	157
4.3.18	锰的测定——硫酸亚铁铵滴 定法	141	4.5.6	铁的测定——磺基水杨酸吸光 光度法	157
4.3.19	铝的测定——铬天青 S 吸光 光度法	141	4.5.7	铋、锢的测定——极谱法	157
4.3.20	钙、镁的测定——EDTA 滴 定法	141	4.5.8	硫的测定——重量法	157
4.3.21	氧化钙、氧化镁的测定——火 焰原子吸收光谱法	142	4.5.9	酸不溶物的测定——重量法	158
4.3.22	镓的测定——火焰原子吸收光 谱法	143	4.6	氧化锌分析	158
4.3.23	碳的测定——非水滴定法	143	4.6.1	氧化锌的测定——EDTA 滴 定法	158
4.3.24	氟的测定——氟离子选择电 极法	143	4.6.2	金属锌的测定——碘量法	158
4.3.25	氯的测定	143	4.6.3	铅的测定——铬酸钾沉淀-碘 量法	159
4.4	锌及锌合金分析	144	4.6.4	锰的测定——高锰酸盐吸光光 度法	160
4.4.1	铝的测定	144	4.6.5	铜的测定——铜试剂吸光光 度法	160
4.4.2	铝、铜的测定——EDTA 示波滴 定法	147	4.6.6	盐酸不溶物的测定——重量法	160
4.4.3	铜的测定——二乙基二硫代氨基 甲酸铅吸光光度法	147	4.6.7	灼烧减量的测定——重量法	161
4.4.4	铁的测定	148	4.6.8	铅、铜的测定——火焰原子吸 收光谱法	161
4.4.5	砷的测定	148	4.6.9	镁、锑的测定——火焰原子吸收 光谱法	161
4.4.6	锡的测定	149	参考文献		161
4.4.7	硅的测定——钼蓝吸光光度法	151	第 5 章 镍冶金分析		162
4.4.8	镁的测定——火焰原子吸收光 谱法	151			
4.4.9	锑的测定——火焰原子吸收光 谱法	151			
4.4.10	钙的测定——火焰原子吸收光 谱法	151			

5.1 概述	162	5.5 金属镍分析	181
5.1.1 镍的分离与富集	162	5.5.1 钴、铜、锰、镉、锌和铅的测定—— 火焰原子吸收光谱法	182
5.1.2 镍的测定	163	5.5.2 镁的测定——原子吸收光谱法	182
5.2 锌矿石和锌精矿分析	163	5.5.3 砷、锑、铋、锡和铅的测定—— 电热原子吸收光谱法	183
5.2.1 锌的测定	163	5.5.4 铁的测定——磺基水杨酸吸光光 度法	184
5.2.2 铜的测定	165	5.5.5 铝的测定	184
5.2.3 钴的测定	165	5.5.6 磷的测定——磷钼蓝吸光光 度法	186
5.2.4 氧化镁的测定——EDTA 滴定法	166	5.5.7 硅的测定——硅钼蓝吸光光 度法	186
5.2.5 铁的测定	167	5.5.8 碳和硫的测定——高频感应炉 燃烧红外吸收法	187
5.2.6 硫的测定——燃烧-中和滴定法	167	5.5.9 砷、锑、铋、硒和碲的测定—— 氢化物发生-原子荧光光谱法	188
5.2.7 二氧化硅的测定	168	5.5.10 杂质元素的测定——ICP-AES 法	188
5.2.8 铅、镉的测定——火焰原子吸收 光谱法	168	5.6 工业硫酸镍分析	189
5.2.9 铬的测定——火焰原子吸收光 谱法	169	5.6.1 镍的测定——重量法	190
5.2.10 砷的测定——氢化物发生-原子 荧光光谱法	169	5.6.2 钴的测定——火焰原子吸收光 谱法	190
5.2.11 汞的测定——氢化物发生-原子 荧光光谱法	169	5.6.3 铁的测定——邻菲咯啉吸光光 度法	190
5.2.12 锌、铜、铁、钴、硅、钙、 镁和硫的测定——X 射线 荧光光谱法	170	5.6.4 铜的测定——火焰原子吸收光 谱法	191
5.3 锌冶金中间物料分析	171	5.6.5 铅的测定——火焰原子吸收光 谱法	191
5.3.1 锌的测定	171	5.6.6 锌的测定——火焰原子吸收光 谱法	191
5.3.2 铜的测定——碘量法	173	5.6.7 钙的测定——火焰原子吸收光 谱法	191
5.3.3 钴的测定	173	5.6.8 镁的测定——火焰原子吸收光 谱法	192
5.3.4 铁的测定	174	5.6.9 硝酸盐的测定——2,4-二甲苯酚 蒸馏吸光光度法	192
5.3.5 硫的测定——硫酸钡重量法	175	5.6.10 水不溶物的测定——重量法	192
5.3.6 二氧化硅的测定	175	5.6.11 铵沉淀物(以 Al 计, 不包括 Fe) 测定——重量法	192
5.3.7 锌、铜、铁、钴和硫的测定—— X 射线荧光光谱法	175	5.6.12 氨的测定——蒸馏分离-酸碱 滴定法	193
5.3.8 锌、铜、铁、钴、硅、钙、镁和 硫的测定——X 射线荧光光谱法	176	5.6.13 氯化物的测定——比浊法	193
5.4 锌电解液分析	177	5.7 氧化亚镍分析	194
5.4.1 锌的测定——EDTA 滴定法	177	5.7.1 镍的测定——丁二酮肟重量法	194
5.4.2 铜的测定	177	5.7.2 钴的测定——亚硝基红盐吸光 光度法	194
5.4.3 钴的测定——安替比林-乙酸乙酯 萃取滴定比色法	178	5.7.3 盐酸不溶物的测定——重量法	194
5.4.4 铁的测定——硫氰酸盐-异戊醇 或乙酸乙酯萃取滴定比色法	178		
5.4.5 铅的测定——极谱法	179		
5.4.6 锌的测定——纤维柱分离富集- 火焰原子吸收光谱法	180		
5.4.7 钠的测定——火焰原子吸收光 谱法	180		
5.4.8 氯离子的测定——硝酸银滴定法	180		
5.4.9 硫酸根的测定——EDTA 滴定法	181		

5.7.4	铜、铁、锌、钙、镁、钠量的测定——火焰原子吸收光谱法	195
5.7.5	硫的测定——高频感应炉燃烧红外吸收法	195
5.7.6	铝、铅、铜、锌、铁的测定——发射光谱法	196
5.7.7	硅的测定——电感耦合等离子体原子发射光谱法	196
	参考文献	196
第6章 钴冶金分析		197
6.1	概述	197
6.1.1	钴的分离与富集	197
6.1.2	钴的测定方法	197
6.2	钴冶金原料的分析	198
6.2.1	钴的测定	198
6.2.2	镍的测定——火焰原子吸收光谱法	199
6.2.3	铜的测定	199
6.2.4	铁的测定——重铬酸钾滴定法	200
6.2.5	锰的测定	200
6.2.6	锌的测定——火焰原子吸收光谱法	201
6.2.7	氧化钙的测定——火焰原子吸收光谱法	201
6.2.8	铅、镉的测定——火焰原子吸收光谱法	202
6.2.9	铬的测定——火焰原子吸收光谱法	202
6.2.10	砷的测定——氢化物发生-原子荧光谱法	202
6.2.11	汞的测定——氢化物发生-原子荧光谱法	202
6.2.12	二氧化硅的测定——氟硅酸钾滴定法	202
6.2.13	硫的测定——燃烧-中和滴定法	202
6.3	钴电解液分析	203
6.3.1	钴的测定	203
6.3.2	镍的测定——火焰原子吸收光谱法	204
6.3.3	铅的测定——极谱法	204
6.3.4	铁的测定	204
6.3.5	铜的测定——双硫腙-四氯化碳萃取滴定比色法	205
6.3.6	锌的测定——纤维柱分离富集-火焰原子吸收光谱法	205
6.4	金属钴分析	205
6.4.1	铁的测定——碘基水杨酸吸光度法	205
6.4.2	铝的测定——铬天青 S-OP-TPB 吸光光度法	206
6.4.3	硅的测定——硅钼蓝吸光光度法	206
6.4.4	砷的测定——砷钼蓝吸光光度法	206
6.4.5	磷的测定——磷钼蓝吸光光度法	207
6.4.6	镁的测定——火焰原子吸收光谱法	207
6.4.7	锌、镉、铅、铜和锰的测定——火焰原子吸收光谱法	207
6.4.8	镍的测定——火焰原子吸收光谱法	208
6.4.9	砷、锑、铋、锡、铅的测定——电热原子吸收光谱法	208
6.4.10	碳、硫的测定——高频感应炉燃烧红外吸收法	208
6.5	氧化钴分析	208
6.5.1	钴的测定	209
6.5.2	钙和镁的测定——火焰原子吸收光谱法	210
6.5.3	钠和钾的测定——火焰原子吸收光谱法	210
6.5.4	砷的测定——DDTC-Ag 吸光光度法	211
6.5.5	镉的测定——火焰原子吸收光谱法	211
6.5.6	硫的测定——燃烧-碘量法	212
6.5.7	碳和硫的测定——高频感应炉燃烧红外吸收法	212
6.5.8	锌、镍、铜、铁、铅、镁、锰、钙和硅的测定——原子发射光谱法	213
6.6	草酸钴分析	213
6.6.1	钴的测定——EDTA 滴定法	214
6.6.2	铅的测定——电热原子吸收光谱法	214
6.6.3	钙、镁、钠的测定——火焰原子吸收光谱法	214
6.6.4	镍、铁、锰、铜、硅、锌、铝的测定——原子发射光谱法	215
6.6.5	砷的测定——DDTC-Ag 吸光光度法	215
6.6.6	硫酸根的测定——目视比浊法	215
6.6.7	氯离子的测定	216
6.6.8	水分的测定——重量法	216
6.7	工业硫酸钴分析	216
6.7.1	钴的测定	217
6.7.2	镍的测定——火焰原子吸收光谱法	217
6.7.3	铁的测定——邻菲咯啉吸光光	

度法	217	7.3.6 铁的测定——硫酸铈滴定法	237
6.7.4 铜和锌的测定——火焰原子吸收光谱法	217	7.3.7 硫的测定	237
6.7.5 铅的测定——火焰原子吸收光谱法	218	7.3.8 硅的测定——硅钼蓝吸光光度法	237
6.7.6 硝酸根的测定——靛蓝二磺酸钠目视比色法	218	7.3.9 铝的测定——EDTA滴定法	237
6.7.7 氯化物的测定——比浊法	218	7.3.10 锡的测定	238
6.7.8 水不溶物的测定——重量法	218	7.3.11 铬的测定	238
参考文献	218	7.3.12 金的测定——火焰原子吸收光谱法	240
第7章 锡冶金分析	219	7.4 金属锡分析	240
7.1 概述	219	7.4.1 铜的测定——新铜试剂吸光光度法	241
7.1.1 锡的分离与富集	219	7.4.2 铁的测定	241
7.1.2 锡的测定方法	220	7.4.3 锰的测定	242
7.2 锡精矿的分析	220	7.4.4 铅的测定	243
7.2.1 锡的测定	220	7.4.5 锡的测定——孔雀绿吸光光度法	244
7.2.2 铅的测定	223	7.4.6 砷的测定——砷钼杂多酸-孔雀绿吸光光度法	244
7.2.3 铜的测定——双环己酮乙二酰二腙吸光光度法	224	7.4.7 铝的测定——铬天青 S-OP 吸光光度法	245
7.2.4 锌的测定——火焰原子吸收光谱法	225	7.4.8 铅、铜、锌的测定——火焰原子吸收光谱法	246
7.2.5 砷的测定	225	7.4.9 镉的测定——火焰原子吸收光谱法	246
7.2.6 锰的测定	226	7.4.10 硫的测定——蒸馏-示波极谱法	246
7.2.7 铬的测定——原子吸收光谱法	227	7.5 锡合金分析	247
7.2.8 铁的测定——硫酸铈滴定法	227	7.5.1 锡的测定——碘酸钾滴定法	248
7.2.9 三氧化钨的测定——硫氰酸盐吸光光度法	228	7.5.2 铜的测定	249
7.2.10 二氧化硅的测定——硅钼蓝吸光光度法	229	7.5.3 铅的测定	249
7.2.11 三氧化二铝的测定——铬天青 S 吸光光度法	229	7.5.4 铁的测定——邻菲咯啉吸光光度法	250
7.2.12 氧化镁、氧化钙的测定——火焰原子吸收光谱法	230	7.5.5 锰的测定——硫脲吸光光度法	250
7.2.13 银的测定——火焰原子吸收光谱法	230	7.5.6 锡的测定	251
7.2.14 汞的测定——冷原子吸收光谱法	231	7.5.7 砷的测定——砷锑钼蓝分光光度法	251
7.2.15 铜、铅的测定——火焰原子吸收光谱法	231	7.5.8 铝的测定——铬天青 S-OP 吸光光度法	252
7.2.16 硫的测定	232	7.5.9 镉的测定——催化示波极谱法	253
7.2.17 水分的测定——重量法	233	7.5.10 银的测定——火焰原子吸收光谱法	253
7.3 锡冶炼中间物料分析	233	7.5.11 铅、铜、铁、锰、锌、镉量的测定——火焰原子吸收光谱法	254
7.3.1 锡的测定——锌粉-氢氧化钠烧结-碘酸钾滴定法	233	7.5.12 硫的测定——蒸馏-示波极谱法	255
7.3.2 铅的测定	234	7.5.13 镍的测定——示波极谱法	255
7.3.3 铜的测定	234	参考文献	255
7.3.4 砷的测定——次磷酸钠-碘量法	235	第8章 锰冶金分析	257
7.3.5 锡的测定	236	8.1 概述	257
		8.1.1 锰矿物的分解	257

8.1.2 锰的分离与富集	257	8.5.8 硒的测定——砷共沉淀-示波极谱法	274
8.1.3 锰的测定方法	258	8.5.9 锡的测定——铍共沉淀-苯基荧光酮吸光光度法	275
8.2 锰精矿	259	8.5.10 汞的测定——冷蒸气原子吸收光谱法	275
8.2.1 锰的测定——EDTA滴定法	259	8.5.11 镍的测定——电热原子吸收光谱法	276
8.2.2 三氧化钨的测定——硫氰酸盐吸光光度法	260	8.5.12 银和镉的测定——电热原子吸收光谱法	276
8.2.3 砷的测定——碘量法	261	8.5.13 氯的测定——蒸馏-硫氰酸汞吸光光度法	277
8.2.4 二氧化硅的测定——硅钼蓝吸光光度法	261	8.5.14 杂质元素的测定——原子发射光谱法	277
8.2.5 硫的测定——硫酸钡重量法	262	参考文献	278
8.2.6 铁的测定——EDTA滴定法	262	第9章 镉冶金分析	279
8.2.7 铅的测定——EDTA滴定法	263	9.1 概述	279
8.2.8 银的测定——原子吸收光谱法	264	9.1.1 镉的分离与富集	279
8.2.9 三氧化二铝的测定——铬天青S吸光光度法	264	9.1.2 镉的测定方法	280
8.2.10 铜的测定——碘量法	265	9.2 冶炼原料分析	280
8.2.11 钼的测定——硫氰酸盐吸光光度法	265	9.2.1 镉的测定	281
8.2.12 铅和铜的测定——原子吸收光谱法	266	9.2.2 锌的测定	281
8.3 粗铋分析	266	9.2.3 铅和铜的测定——火焰原子吸收光谱法	282
8.3.1 锰的测定——EDTA滴定法	266	9.3 镉冶炼中间物料分析	282
8.3.2 银的测定——硫氰酸钾滴定法	266	9.3.1 镉的测定	282
8.3.3 硒的测定——单体碲比浊法	266	9.3.2 锌的测定	283
8.4 锰冰铜、锰炉渣分析	267	9.3.3 铅的测定	284
8.4.1 锰的测定	267	9.3.4 铜的测定	285
8.4.2 银的测定——硫氰酸钾滴定法	267	9.3.5 铁的测定	285
8.4.3 铜的测定——碘量法	267	9.3.6 砷的测定	286
8.4.4 硒的测定——重铬酸钾滴定法	268	9.3.7 锡的测定——孔雀绿吸光光度法	286
8.4.5 锰的测定——硫酸铈滴定法	268	9.3.8 钴的测定——亚硝基R盐吸光光度法	286
8.4.6 铅的测定——EDTA滴定法	268	9.3.9 锰的测定——硫酸亚铁铵滴定法	286
8.4.7 二氧化硅的测定——重量法	268	9.3.10 氟的测定——离子选择电极法	286
8.4.8 钠的测定——火焰原子吸收光谱法	269	9.3.11 氯的测定	286
8.5 金属铋分析	269	9.3.12 钇的测定——结晶紫吸光光度法	287
8.5.1 铜的测定——双乙酰草酰二腙吸光光度法	269	9.3.13 硫酸的测定——酸碱滴定法	287
8.5.2 铁的测定——邻菲咯啉吸光光度法	270	9.3.14 镍的测定——火焰原子吸收光谱法	287
8.5.3 锡的测定——孔雀绿吸光光度法	271	9.3.15 银的测定——火焰原子吸收光谱法	287
8.5.4 银的测定——火焰原子吸收光谱法	271	9.4 金属镉分析	288
8.5.5 锌的测定	272	9.4.1 铜的测定——二乙基二硫代氨基	
8.5.6 铅的测定——电热原子吸收光谱法	273		
8.5.7 砷的测定——离子交换分离-氢化物发生-火焰原子吸收光谱法	273		

甲酸铅吸光光度法	288	10.3.1 硫化钠的测定——银盐电位滴定法	305
9.4.2 铁的测定——邻菲咯啉吸光光度法	289	10.3.2 氢氧化钠的测定——酸碱滴定法	306
9.4.3 砷的测定——砷钼蓝吸光光度法	289	10.3.3 硫代硫酸钠、亚硫酸钠和多硫化钠的测定——碘量法	306
9.4.4 锡的测定——5-Br-PADAP 吸光光度法	290	10.3.4 硫酸钠的测定——硫酸钡重量法	306
9.4.5 锡的测定——苯基荧光酮-CTMAB 吸光光度法	290	10.3.5 锡的测定——硫酸铈滴定法	307
9.4.6 钇的测定——结晶紫吸光光度法	291	10.3.6 砷的测定——溴酸钾滴定法	307
9.4.7 镍的测定——丁二酮肟吸光光度法	291	10.3.7 锡的测定——碘酸钾滴定法	307
9.4.8 铅的测定	292	10.3.8 总钠的测定——硫酸钠重量法	307
9.4.9 锌的测定——火焰原子吸收光谱法	293	10.3.9 总硫的测定——硫酸钡重量法	307
9.4.10 银的测定——火焰原子吸收光谱法	294	10.3.10 碳酸钠的测定——气量法	308
9.4.11 铜、镍、铅、锌、铁、铊的测定——火焰原子吸收光谱法	294	10.4 金属锑分析	308
9.4.12 铜、铅、锌、铁的测定——ICP-AES 法	294	10.4.1 砷的测定	309
9.4.13 铜、锌、铅、铁的测定——ICP-MS 法	294	10.4.2 铁的测定——邻菲咯啉吸光光度法	310
参考文献	295	10.4.3 铜的测定——新铜试剂吸光光度法	311
第 10 章 锑冶金分析	296	10.4.4 铅、铁、铜的测定——原子吸收光谱法	311
10.1 概述	296	10.4.5 硫的测定	312
10.1.1 锑的分离与富集	296	10.4.6 硒的测定——3,3'-二氨基联苯胺吸光光度法	313
10.1.2 锑的测定方法	297	10.4.7 锡的测定	314
10.2 锑精矿	297	10.4.8 锗的测定——火焰原子吸收光谱法	315
10.2.1 锑的测定	298	10.4.9 镉的测定——双硫腙吸光光度法	315
10.2.2 砷的测定——溴酸钾滴定法	299	10.4.10 钴的测定——5-Cl-PADAB 吸光光度法	316
10.2.3 铅的测定——火焰原子吸收光谱法	300	10.4.11 锌的测定——丁二酮肟吸光光度法	317
10.2.4 锌的测定——火焰原子吸收光谱法	300	10.4.12 铅、铁、铜、砷、铋、汞、硒的测定——ICP-AES 法	318
10.2.5 硒的测定	301	10.5 三氧化二锑分析	319
10.2.6 汞的测定——冷原子吸收光谱法	302	10.5.1 三氧化二锑的测定——碘量法	319
10.2.7 硫的测定——燃烧-酸碱滴定法	302	10.5.2 酒石酸不溶物的测定——重量法	319
10.2.8 金的测定	303	10.5.3 铅的测定——火焰原子吸收光谱法	320
10.2.9 银的测定——火焰原子吸收光谱法	304	10.5.4 铁的测定——邻菲咯啉光度法	320
10.2.10 锡的测定——水杨基荧光酮光度法	304	10.5.5 铜的测定——双乙酰草酰二腙光度法	321
10.2.11 湿存水的测定——重量法	305	10.5.6 硒的测定——硒试剂光度法	321
10.3 锑电解液	305	10.5.7 砷的测定——砷钼蓝吸光光度法	322

10.5.8 氯的测定——比浊法	322	11.3.1 汞炱及烟尘中汞的测定	336
10.5.9 砷、铁、铜、铅和硒的测定——ICP-AES 法	323	11.3.2 炉渣中汞的测定	337
10.5.10 杂质元素的测定——原子发射光谱法	323	11.4 湿法炼汞流程分析	337
10.6 三硫化二锑	324	11.4.1 硫化钠、氢氧化钠和硫氢化钠的测定——酸碱滴定法连续测定	337
10.6.1 锡的测定——溴酸钾滴定法	324	11.4.2 硫化钠的测定——碘量法	338
10.6.2 游离硫的测定——四氯化碳溶出-燃烧碘量法	325	11.4.3 氢氧化钠的测定——酸碱滴定法	338
10.6.3 化合硫的测定——硫酸钡重量法	326	11.4.4 硫代硫酸钠的测定——碘量法	338
10.6.4 王水不溶物的测定——重量法	326	11.4.5 多硫化钠的测定——碘量法	339
10.6.5 盐酸不溶物的测定——重量法	326	11.4.6 亚硫酸钠的测定——碘量法	339
10.6.6 三硫化二砷的测定——砷钼蓝吸光光度法	327	11.4.7 硫酸钠的测定——重量法	339
10.7 锌酸钠	327	11.4.8 氯化钠的测定——硝酸汞滴定法	339
10.7.1 总锑的测定——硫酸铈滴定法或高锰酸钾滴定法	327	11.4.9 碳酸钠的测定	340
10.7.2 三价锑的测定——碘量滴定法	327	11.5 汞精矿悬浮电解制取汞盐过程分析	341
10.7.3 五价锑的测定——减量法	327	11.5.1 电解液分析	341
10.7.4 氧化钾、氧化钠的测定——原子吸收光谱法	328	11.5.2 电解渣分析	344
10.7.5 钠的测定——重量法	328	11.6 汞产品分析	345
10.7.6 铁的测定——邻菲咯啉吸光光度法	328	11.6.1 朱砂分析	345
10.7.7 铅的测定——火焰原子吸收光谱法	328	11.6.2 金属汞分析	346
10.7.8 砷的测定——钼蓝吸光光度法	328	11.6.3 氧化汞分析	349
10.7.9 铜的测定——新铜试剂吸光光度法	328	11.6.4 氯化汞分析	349
10.7.10 铬的测定——二苯卡巴肼分光光度法	328	11.7 汞合金分析	350
10.7.11 钒的测定——PAR 吸光光度法	329	11.7.1 钛汞合金分析	350
10.7.12 吸附水的测定——重量法	329	11.7.2 锌汞合金分析	351
10.7.13 烧失量的测定——重量法	330	11.7.3 钠汞合金分析	352
参考文献	330	参考文献	352
第 11 章 汞冶金分析	331	第 12 章 重金属冶金环境监测	354
11.1 概述	331	12.1 概述	354
11.1.1 汞的分离与富集	331	12.2 排放废水的检测	354
11.1.2 汞的测定方法	331	12.2.1 废水样的采集	354
11.2 汞矿石和汞精矿中汞的测定	332	12.2.2 pH 值的测定——玻璃电极法	355
11.2.1 硫氰酸盐滴定法	332	12.2.3 不可滤残渣（悬浮物）的测定	356
11.2.2 铜试剂滴定法	333	12.2.4 硫化物的测定	357
11.2.3 双硫腙吸光光度法	334	12.2.5 氟化物的测定	360
11.2.4 双硫腙混色吸光光度法	335	12.2.6 化学需氧量的测定——重铬酸钾法	364
11.2.5 冷原子吸收光谱法	335	12.2.7 生化需氧量的测定	366
11.2.6 原子荧光光谱法	336	12.2.8 砷的测定——二乙氨基二硫代甲酸银光度法	370
11.3 火法炼汞流程分析	336	12.2.9 镉、铜、铅和锌的测定——直接吸入火焰原子吸收光谱法	371
		12.2.10 铜的测定——火焰原子吸收光谱法	372
		12.2.11 汞的测定——冷原子吸收光谱法	373
		12.2.12 镍的测定——火焰原子吸收	