

符 斌 李华昌 主编

有色金属产品检验



化学工业出版社

有色金属产品检验

符 斌 李华昌 主编



化学工业出版社

· 北 京 ·

本书内容全面、新颖,涉及领域广,实用性强,是有色金属分析测试人员实用的工具书。书中详细介绍了现代国内外使用的有色金属分析方法,包括国家和行业的标准分析方法,以及经过筛选的、经实践证明可靠的非标准分析方法(作为推荐方法)。

本书可供与有色金属有关的企业、科研、管理部门以及商品检验部门分析检验人员参考和使用,也可供高等学校、中等专业学校的有关专业师生参考。

图书在版编目(CIP)数据

有色金属产品检验/符斌,李华昌主编. —北京:化学工业出版社,2008.2
ISBN 978-7-122-01965-3

I. 有… II. ①符…②李… III. 有色金属-工业产品-质量检验 IV. TG146

中国版本图书馆CIP数据核字(2008)第010079号

责任编辑:成荣霞 梁虹
责任校对:陈静

文字编辑:余纪军
装帧设计:韩飞

出版发行:化学工业出版社(北京市东城区青年湖南街13号 邮政编码100011)

印刷:北京云浩印刷有限责任公司

装订:三河市万龙印装有限公司

787mm×1092mm 1/16 印张23 $\frac{3}{4}$ 字数627千字 2008年3月北京第1版第1次印刷

购书咨询:010-64518888(传真:010-64519686) 售后服务:010-64518899

网址:<http://www.cip.com.cn>

凡购买本书,如有缺损质量问题,本社销售中心负责调换。

定 价:58.00元

版权所有 违者必究

《有色金属产品检验》编写人员

主 编 符 斌 李华昌

编写人员 (按姓氏汉语拼音排序)

陈潮炎 符 斌 冯先进 高颖剑 姜求韬

李华昌 李 培 王皓莹 王红霞 刘 春

刘春峰 刘文华 裘立奋 阮桂色 汤淑芳

唐燕祥 于 力 张 静 章连香

核 校 唐燕祥

告 白

2003年10月

前 言

我国是世界上有色金属生产和消费大国,进入 21 世纪,我国的有色金属工业取得了突飞猛进的发展,自 2002 年起,我国的有色金属产量一直保持世界第一的地位。有色金属是国民经济生产使用的基础原料,广泛用于钢铁、机械、电子、航空航天、军事、交通、化工等领域,具有十分重要的作用,其质量的好坏直接影响到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生产过程,乃至消费过程,起到了不可或缺的重要作用。

现代科学技术的进步,国民经济的飞跃发展,有色金属产业的急剧增长,各方面都对有色金属的产品检验提出了更高的要求。为了适应这一要求,我们编写了《有色金属产品检验》一书。

全书以实用性与先进性相结合为编写的指导思想,以有色金属行业通用的、目前普遍采用的、技术成熟的分析方法,即国家标准分析方法与行业标准分析方法为主,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。我们希望该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。

本书涉及的内容丰富,包括重金属、轻金属、贵金属、难熔金属、稀土金属及其氧化物等主要有色金属的分析。书中首先对试样的制备、分解方法等共性问题作了详细的归纳和总结,接着精选了各类有色金属当今最实用的分析手段及其方法加以介绍,并附有相关注意事项及实践经验。

本书内容全面、新颖,涉及领域广,实用性强,是有色金属分析测试人员实用的工具书,可供与有色金属有关的企业、科研、管理部门以及商品检验部门分析检验人员参考和使用,也可供高等学校、中等专业学校的有关专业师生参考。

在本书的编写过程中,得到了北京市科委、北京材料分析测试服务联盟、株洲硬质合金集团公司、北京有色金属研究总院、中实国金国际实验室能力验证研究中心、北京矿冶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。

由于水平所限,书中难免有疏漏之处,恳请读者批评指正。

编 者

2007 年 10 月

编写说明

1. 分析所用试剂，除特别注明者外，均为“分析纯”。
2. 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。
3. 方法中所称之溶液，除指明溶剂外，均为水溶液。
4. 溶液组成的表示法
 - a. 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”。
 - b. 物质的质量浓度 (ρ_B) 其单位为 g/L ， mg/L ， g/mL ， mg/mL ， $\mu\text{g/mL}$ 。
 - c. 质量分数 (w) 通常元素的分析结果以此形式表示 (%)。
 - d. 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。
 - e. (1+1)、(1+3) 等是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。
5. 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 (参见下表常用酸、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 ($w_B\approx 30\%$)。

常用酸、氨水的密度和浓度

名 称	化学式	相对分子质量	密度(ρ)/(g/cm^3)	含量(w_B)/%	近似浓度(c_B)/(mol/L)
盐酸	HCl	36.46	1.18~1.19	36~38	12
硝酸	HNO_3	63.02	1.40~1.42	67~72	15~16
硫酸	H_2SO_4	98.08	1.83~1.84	95~98	18
磷酸	H_3PO_4	98.00	1.69	不小于 85	15
高氯酸	HClO_4	100.47	1.68	70~72	12
冰乙酸	CH_3COOH	60.05	1.05	不小于 99	17
甲酸	HCOOH	46.03	1.22	不小于 88	23
氢氟酸	HF	20.01	1.15	不小于 40	23
氢溴酸	HBr	80.91	1.38	不小于 40	6.8
氨水	$\text{NH}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$	35.05	0.90	25~28(NH_3)	14

6. 滴定法中的标准溶液的标定，除特别说明者外，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。
7. 在滴定法中的“ $\times\times\times\times$ 标准滴定溶液对 Y 的滴定系数， mg/mL ”系指“与 1.00mL $\times\times\times\times$ 标准滴定溶液相当的 Y 的质量， mg/mL ”。
8. 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 。
9. 极谱法中各种金属离子的半波电位或峰电位，除特殊指明者外，均系对饱和甘汞电极而言。

$$\text{试样中待测元素的质量分数} = \frac{h_x}{h} \times \frac{s_2}{s_1} \times \frac{m}{m_0} \times 100\%$$

s_1 、 s_2 ——分别为标准及试样测量波高时仪器的灵敏度;

m_0 ——称取试样质量, g。

12. 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。

14. 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。

16. 文中未标出的各元素标准贮存溶液的配制见附录 II。

目 录

1 绪论	1
1.1 有色金属的分类	1
1.2 有色金属化学成分仲裁试样的抽取和制备	1
1.2.1 阴极铜	1
1.2.2 铅锭	2
1.2.3 锌锭	2
1.2.4 电解镍	3
1.2.5 钴	3
1.2.6 锡锭	3
1.2.7 锑锭	3
1.2.8 铋锭	4
1.2.9 镉锭	4
1.2.10 重熔用铝锭	5
1.2.11 原生镁锭	5
1.3 有色金属试样分解方法	5
1.4 有色金属分析的特点	6
参考文献	8
2 重金属分析	9
2.1 铜及铜合金	9
2.1.1 铜的测定——电解法	9
2.1.2 硒、碲的测定——催化示波极谱法	10
2.1.3 铋的测定	11
2.1.4 锑的测定	13
2.1.5 砷的测定	15
2.1.6 铁的测定	18
2.1.7 锡的测定	20
2.1.8 锌的测定	22
2.1.9 砷、锑、铋的测定——氢化物发生-无色散原子荧光光谱法	24
2.1.10 磷的测定	25
2.1.11 铁、钴、铅、镍、锡、铬、镉、锰的测定——塞曼效应电热原子吸收法	27
2.1.12 银的测定	28
2.1.13 铅的测定——火焰原子吸收光谱法	29
2.1.14 镍的测定	29
2.1.15 镁的测定——火焰原子吸收光谱法	33
2.1.16 硅的测定	33
2.1.17 硫的测定——燃烧-碘酸钾滴定法	37
2.1.18 碳和硫的测定——高频感应炉燃烧红外吸收法	38
2.1.19 铝的测定	38

2.1.20	锰的测定	42
2.1.21	钴的测定——火焰原子吸收光谱法	43
2.1.22	铬的测定——火焰原子吸收光谱法	44
2.1.23	铍的测定——重量法	44
2.1.24	锆的测定	45
2.1.25	钛的测定——过氧化氢吸光光度法	46
2.1.26	镉的测定——火焰原子吸收光谱法	46
2.1.27	硼的测定——姜黄素直接光度法	47
2.1.28	氧的测定——脉冲加热-电量法	47
2.1.29	硅、锰、镍等 9 种元素的测定——ICP-AES 法	48
2.1.30	磷、银、铋等 24 种元素的测定——ICP-AES 法	49
2.1.31	砷、锑、铋等 18 种元素的测定——火花源-原子发射光谱法	52
2.1.32	铜、镍、锌等 14 种元素的测定——X 射线荧光光谱法	53
2.2	铅及铅合金	55
2.2.1	锡的测定	55
2.2.2	锑的测定	57
2.2.3	铜的测定	59
2.2.4	铁的测定——邻菲罗啉吸光光度法	60
2.2.5	铋的测定——碘化钾吸光光度法	61
2.2.6	砷的测定	62
2.2.7	碲的测定——氢化物-原子荧光光谱法	63
2.2.8	硒和碲的测定——示波极谱法	64
2.2.9	钙的测定——原子吸收光谱法	65
2.2.10	银的测定	65
2.2.11	锌的测定——原子吸收光谱法	67
2.2.12	铊的测定——结晶紫吸光光度法	67
2.2.13	铝的测定——铬天青 S 吸光光度法	68
2.2.14	银、锌、镁和钠的测定——原子吸收光谱法	68
2.2.15	砷、锑、铋的测定——氢化物发生-无色散原子荧光光谱法	69
2.2.16	砷、银、锡、锑、铋的测定——ICP-MS 法	70
2.2.17	锑、砷、锡等 7 种元素的测定——原子发射光谱法	70
2.3	锌及锌合金	71
2.3.1	铝的测定	71
2.3.2	铜的测定	74
2.3.3	铁的测定	76
2.3.4	砷的测定	77
2.3.5	锡的测定	79
2.3.6	硅的测定——硅钼蓝吸光光度法	80
2.3.7	镁的测定——火焰原子吸收光谱法	81
2.3.8	锑的测定	82
2.3.9	铅的测定	83
2.3.10	镉的测定——火焰原子吸收光谱法	83
2.3.11	铅、镉的测定——示波极谱法	84

2.3.12	镧、铈含量的测定——三溴偶氮胂吸光光度法	85
2.3.13	铅、镉、铁等 11 种元素的测定——ICP-AES 法	85
2.4	镍	86
2.4.1	钴、铜、锰、镉、锌和铅的测定——火焰原子吸收光谱法	87
2.4.2	镁的测定——原子吸收光谱法	88
2.4.3	砷、锑、铋、锡和铅的测定——电热原子吸收光谱法	88
2.4.4	铁的测定——磺基水杨酸吸光光度法	89
2.4.5	铝的测定	90
2.4.6	磷的测定——磷钼蓝吸光光度法	92
2.4.7	硅的测定——硅钼蓝吸光光度法	92
2.4.8	碳和硫的测定——高频感应炉燃烧红外吸收法	93
2.4.9	砷、锑、铋、硒和碲的测定——氢化物发生-原子荧光光谱法	94
2.4.10	镁、铝、硅等 10 种元素的测定——ICP-AES 法	95
2.4.11	锌、镉、铋等 14 种元素的测定——直流电弧-原子发射光谱法	96
2.5	钴	98
2.5.1	铁的测定——磺基水杨酸吸光光度法	98
2.5.2	铝的测定——铬天青 S-OP-TPB 吸光光度法	98
2.5.3	硅的测定——硅钼蓝吸光光度法	98
2.5.4	砷的测定——砷钼蓝吸光光度法	98
2.5.5	磷的测定——磷钼蓝吸光光度法	99
2.5.6	镁的测定——火焰原子吸收光谱法	99
2.5.7	锌、镉、铅、铜和锰的测定——火焰原子吸收光谱法	99
2.5.8	镍的测定——火焰原子吸收光谱法	100
2.5.9	砷、锑、铋、锡、铅的测定——电热原子吸收光谱法	100
2.5.10	碳、硫的测定——高频感应炉燃烧红外吸收法	101
2.5.11	砷、铜、锌等 13 种元素的测定——直流电弧-原子发射光谱法	101
2.5.12	铜、铁、锰等 8 种元素的测定——ICP-AES 法	102
2.6	锡和锡合金	103
2.6.1	锡的测定——碘酸钾滴定法	103
2.6.2	铜的测定	105
2.6.3	铁的测定	106
2.6.4	铋的测定	108
2.6.5	铅的测定	110
2.6.6	锑的测定	112
2.6.7	砷的测定	113
2.6.8	铝的测定——铬天青 S-OP 吸光光度法	115
2.6.9	镉的测定	117
2.6.10	硫的测定——蒸馏-示波极谱法	118
2.6.11	银的测定——火焰原子吸收光谱法	119
2.6.12	镍的测定——示波极谱法	120
2.6.13	铅、铜、铁、铋、锌、镉的测定——火焰原子吸收光谱法	120
2.6.14	铜、铁、锑等 9 种元素的测定——ICP-AES 法	122
2.6.15	砷、锑、铁等 6 种元素的测定——原子发射光谱法	123

2.7	铋	123
2.7.1	铜的测定——双乙醛草酰二胺吸光光度法	124
2.7.2	铁的测定——邻菲罗啉吸光光度法	124
2.7.3	铈的测定——孔雀绿吸光光度法	125
2.7.4	银的测定——火焰原子吸收光谱法	126
2.7.5	锌的测定	126
2.7.6	铅的测定——电热原子吸收光谱法	127
2.7.7	砷的测定	128
2.7.8	碲的测定——砷共沉淀-示波极谱法	129
2.7.9	锡的测定——铍共沉淀-苯基荧光酮吸光光度法	130
2.7.10	汞的测定——冷蒸气原子吸收光谱法	131
2.7.11	镍的测定——电热原子吸收光谱法	131
2.7.12	银和镉的测定——电热原子吸收光谱法	132
2.7.13	氯的测定——蒸馏-硫氰酸汞吸光光度法	133
2.7.14	铜、银、铅等8种元素的测定——直流电弧-原子发射光谱法	134
2.7.15	铜、锌、铅、铁、银的测定——ICP-MS法	134
2.8	镉	135
2.8.1	铜的测定——二乙基二硫代氨基甲酸铅吸光光度法	135
2.8.2	铁的测定——邻菲罗啉吸光光度法	136
2.8.3	砷的测定——砷钼蓝吸光光度法	137
2.8.4	铈的测定——5-Br-PADAP吸光光度法	137
2.8.5	锡的测定——苯基荧光酮-CTMAB吸光光度法	138
2.8.6	铊的测定——结晶紫吸光光度法	139
2.8.7	镍的测定——丁二酮肟吸光光度法	140
2.8.8	铅的测定	140
2.8.9	锌的测定——火焰原子吸收光谱法	142
2.8.10	银的测定——火焰原子吸收光谱法	142
2.8.11	铜、镍、铅、锌、铁、铊的测定——火焰原子吸收光谱法	143
2.8.12	铜、锌、铅、铁的测定——ICP-AES法	143
2.8.13	铜、锌、铅、铁的测定——ICP-MS法	144
2.8.14	铅、铁、铜、锌、锡、砷的测定——直流电弧-原子发射光谱法	145
2.9	铋	145
2.9.1	砷的测定	145
2.9.2	铁的测定——邻菲罗啉吸光光度法	147
2.9.3	铜的测定——新铜试剂吸光光度法	148
2.9.4	铅、铁、铜的测定——火焰原子吸收光谱法	149
2.9.5	铅的测定	149
2.9.6	硫的测定	151
2.9.7	硒的测定——3,3'-二氨基联苯胺吸光光度法	153
2.9.8	锡的测定	154
2.9.9	铋的测定——火焰原子吸收光谱法	156
2.9.10	镉的测定——双硫脲吸光光度法	156
2.9.11	钴的测定——5-Cl-PADAB吸光光度法	157

2.9.12	镍的测定	158
2.9.13	铅、铁、铜、砷、铋、汞、硒的测定——ICP-AES 法	159
	参考文献	160
3	轻金属分析	164
3.1	铝及铝合金	164
3.1.1	铜的测定	164
3.1.2	铁的测定	168
3.1.3	硅的测定	170
3.1.4	锰的测定	175
3.1.5	锌的测定	177
3.1.6	锡的测定	180
3.1.7	铅的测定——火焰原子吸收光谱法	183
3.1.8	钛的测定	183
3.1.9	钒的测定——苯甲酰苯胺吸光光度法	186
3.1.10	镍的测定	187
3.1.11	钴的测定——催化极谱法	189
3.1.12	镁的测定	190
3.1.13	铬的测定——火焰原子吸收光谱法	194
3.1.14	锆的测定	195
3.1.15	镓的测定	196
3.1.16	钙的测定——火焰原子吸收光谱法	198
3.1.17	锑的测定	199
3.1.18	铍的测定——依来铬氰蓝 R 吸光光度法	200
3.1.19	镉的测定——火焰原子吸收光谱法	202
3.1.20	锂的测定——火焰原子吸收光谱法	202
3.1.21	铈的测定——火焰原子吸收光谱法	203
3.1.22	硼的测定——离子选择电极法	204
3.1.23	稀土元素的测定	205
3.1.24	镁、硅、铜等 19 种元素的测定——火花源发射光谱法	207
3.1.25	镧、铈、镨、钕的测定——ICP-AES 法	208
3.1.26	铁、硅、铜、镁、锰、锌的测定——ICP-AES 法	208
3.1.27	硼、锆、铁、铍、镁、钙、铈的测定——ICP-AES 法	209
3.1.28	铁、硅、钼、锆、钛、钇的测定——ICP-AES 法	209
3.2	镁及镁合金	210
3.2.1	铝的测定	210
3.2.2	锰的测定——高碘酸盐吸光光度法	213
3.2.3	锆的测定——二甲酚橙吸光光度法	213
3.2.4	铈的测定——三溴偶氮胂吸光光度法	214
3.2.5	铁的测定——邻菲罗啉吸光光度法	214
3.2.6	硅的测定——硅钼蓝吸光光度法	215
3.2.7	铍的测定——依来铬氰蓝 R 吸光光度法	216
3.2.8	铜的测定——2,9-二甲基邻菲罗啉吸光光度法	217
3.2.9	镍的测定——丁二酮肟吸光光度法	218

3.2.10	锌的测定——火焰原子吸收光谱法	220
3.2.11	铝、锌、锰等 9 种元素的测定——ICP-AES 法	220
3.2.12	铁、硅、锰等 12 种元素的测定——火花源-原子发射光谱法	221
3.3	钛及钛合金	222
3.3.1	铜的测定——铜试剂吸光光度法	222
3.3.2	铁的测定——邻菲罗啉吸光光度法	223
3.3.3	硅的测定	224
3.3.4	锰的测定	225
3.3.5	钼的测定	226
3.3.6	硼的测定——亚甲基蓝萃取吸光光度法	227
3.3.7	钒的测定——硫酸亚铁铵滴定法	228
3.3.8	锡含量的测定	228
3.3.9	铝含量的测定	229
3.3.10	铬的测定	231
3.3.11	锆的测定——EDTA 络合滴定法	233
3.3.12	镁的测定——火焰原子吸收光谱法	233
3.3.13	铈的测定——5-Br-PADAP 吸光光度法	234
3.3.14	钡的测定——氯化亚锡-碘化钾吸光光度法	234
3.3.15	镍的测定	235
3.3.16	氯的测定——硫化银吸光光度法	236
3.3.17	氮的测定	237
3.3.18	碳的测定——库仑法	238
3.3.19	氢的测定——真空加热气相色谱法	239
3.3.20	氧的测定——惰气熔融库仑滴定法	240
3.3.21	锰、铬、镍、铝、钼、锡、钒、钇、铜、锆含量的测定——发射光谱法	242
3.3.22	铬、钼、铁、硅、铝和锆的测定——ICP-AES 法	243
3.4	铍	244
3.4.1	铝的测定——8-羟基喹啉吸光光度法	244
3.4.2	铁的测定——邻菲罗啉吸光光度法	245
3.4.3	硅的测定——硅钼蓝吸光光度法	245
3.4.4	锂的测定——火焰发射光谱法	246
3.4.5	铜的测定——双环己酮草酰二肼吸光光度法	246
3.4.6	镁的测定	247
3.4.7	银的测定——催化光度法	248
3.4.8	镁和锌的测定——火焰原子吸收光谱法	249
3.4.9	锰的测定——高碘酸钾吸光光度法	249
3.4.10	锌的测定——双硫脲吸光光度法	250
3.4.11	铅的测定——双硫脲吸光光度法	250
3.4.12	镍的测定—— α -糠偶酰二肼吸光光度法	251
3.4.13	钴的测定——5-Cl-PADAB 吸光光度法	252
3.4.14	铅和镉的测定——石墨炉原子吸收光谱法	252
3.4.15	镉的测定——双硫脲吸光光度法	254
3.4.16	铬的测定——二苯基羰酰二肼吸光光度法	254

3.4.17	氮的测定	255
3.4.18	硼的测定——蒸馏-亚甲基蓝分光光度法	256
3.4.19	铜、镁、锰等 11 种元素的测定——交流电弧-原子发射光谱法	257
	参考文献	258
4	贵金属分析	261
4.1	金	261
4.1.1	金的测定——火试金法	261
4.1.2	银的测定——火焰原子吸收光谱法	262
4.1.3	铁的测定——火焰原子吸收光谱法	263
4.1.4	铜、铅、铋、锑的测定——火焰原子吸收光谱法	263
4.1.5	锑、铁、铋、铜、银和铅的测定——双电弧-原子发射光谱法	265
4.1.6	锑、锰、锡、铁等 11 种元素的测定——粉末电弧-原子发射光谱法	265
4.1.7	铂、钯、铑等 12 种元素的测定——乙醚萃取 ICP-AES 法	266
4.1.8	银、铜、铁等 10 种元素的测定——乙酸乙酯萃取 ICP-AES 法	267
4.1.9	银、铜、铁等 8 种元素的测定——火花源-发射光谱法	268
4.1.10	银、铜、铁等 19 种元素的测定——电感耦合等离子质谱法	268
4.2	银	269
4.2.1	银的测定——氯化银沉淀-原子吸收补正法	269
4.2.2	金的测定——火试金法	271
4.2.3	金和铜的测定——火焰原子吸收光谱法	271
4.2.4	锑的测定	272
4.2.5	碳的测定——燃烧-电导法	274
4.2.6	硫的测定——燃烧-碘酸钾滴定法	275
4.2.7	铁、铅、铋的测定——火焰原子吸收光谱法	276
4.2.8	铜、铋、铁等 10 种元素的测定——ICP-AES 法	277
4.2.9	锑、金、铅等 6 种元素的测定——交流电弧-原子发射光谱法	277
4.2.10	锑、金、铅等元素的测定——直流电弧-原子发射光谱法	278
4.2.11	铜、锌、硒等 9 种元素的测定——ICP-MS 法	279
4.2.12	金、铜、铁等 11 种元素的测定——火花源-原子发射光谱法	280
4.3	铂	280
4.3.1	钯、铑、铱等 18 种元素的测定——直流电弧-原子发射光谱法	281
4.3.2	钯、铑、铱等 14 种元素的测定——ICP-AES 法	282
4.3.3	砷、金、锰等 21 种元素的测定——直流电弧-原子发射光谱法	283
4.4	钯	284
4.4.1	铂、铑、铱等 18 种元素的测定——直流电弧-原子发射光谱法	284
4.4.2	铂、铑、铱等 14 种杂质元素含量的测定——ICP-AES 法	286
	参考文献	286
5	难熔金属分析	288
5.1	钨	288
5.1.1	钠的测定——原子吸收光谱法	288
5.1.2	钾的测定——原子吸收光谱法	289
5.1.3	磷的测定	290
5.1.4	硫的测定——燃烧-电导法	292

5.1.5	氧的测定——惰气熔融库仑滴定法	294
5.1.6	氮的测定——奈氏试剂吸光光度法	296
5.1.7	碳的测定——燃烧-库仑滴定法	297
5.1.8	碳、硫的测定——高频感应加热-红外吸收法	300
5.1.9	氧、氮的测定	301
5.1.10	氯化挥发后残渣量的测定——重量法	303
5.1.11	灼烧损失量的测定——重量法	304
5.1.12	钨的发射光谱分析方法	304
5.1.13	钨产品中杂质元素的测定——石墨炉原子吸收法	307
5.1.14	高纯氧化钨中痕量金属杂质的测定——共沉淀分离富集 ICP-AES 法	308
5.1.15	高纯钨中杂质元素的测定——ICP-AES 法	308
5.2	钼	309
5.2.1	钠的测定——原子吸收光谱法	309
5.2.2	钾的测定——原子吸收光谱法	310
5.2.3	磷的测定——钼蓝吸光光度法	311
5.2.4	硫的测定——燃烧-电导法	312
5.2.5	氧的测定——惰气熔融库仑滴定法	314
5.2.6	氮的测定——奈氏试剂吸光光度法	315
5.2.7	碳的测定——燃烧-库仑滴定法	316
5.2.8	碳、硫的测定——高频感应加热-红外吸收法	318
5.2.9	氧、氮的测定	318
5.2.10	铁、钴、铬等 17 种元素的测定——直流电弧-原子发射光谱法	318
5.2.11	钼粉中铅、镉、铁、铜、镍的测定——火焰原子吸收光谱法	320
5.2.12	氧化钼中铜、铅的测定——火焰原子吸收光谱法	321
5.2.13	钼粉中硅、铝、铜的测定——ICP-AES 法	321
	参考文献	321
6	稀土金属及其氧化物分析	323
6.1	镧	323
6.1.1	铈、镨、钆等 14 种稀土杂质的测定——ICP-AES 法	323
6.1.2	铈、镨、钆等 14 种稀土杂质的测定——ICP-MS 法	324
6.2	铈	326
6.2.1	镧、镨、钆等 14 种稀土杂质的测定——ICP-AES 法	326
6.2.2	镧、镨、钆等 14 种稀土杂质的测定——ICP-MS 法	327
6.3	镨	329
6.3.1	镧、铈、钆等 14 种稀土杂质的测定——ICP-AES 法	329
6.3.2	镧、铈、钆等 14 种稀土杂质的测定——ICP-MS 法	330
6.4	钆	332
6.4.1	镧、铈、镨等 14 种稀土杂质的测定——ICP-AES 法	332
6.4.2	镧、铈、镨等 14 种稀土杂质的测定——ICP-MS 法	333
6.5	钆	335
6.5.1	镧、铈、镨等 14 种稀土杂质的测定——ICP-AES 法	335
6.5.2	镧、铈、镨等 14 种稀土杂质的测定——ICP-MS 法	336
6.6	铈	338

6.6.1	镧、铈、镨等 14 种稀土杂质的测定——ICP-AES 法	338
6.6.2	镧、铈、镨等 14 种稀土杂质的测定——ICP-MS 法	339
6.7	钇	340
6.7.1	镧、铈、镨等 14 种稀土杂质的测定——ICP-AES 法	340
6.7.2	镧、铈、镨等 14 种稀土杂质的测定——ICP-MS 法	341
6.8	铽	343
6.8.1	镧、铈、镨等 14 种稀土杂质的测定——ICP-AES 法	343
6.8.2	镧、铈、镨等 14 种稀土杂质的测定——ICP-MS 法	344
6.9	镱	346
6.9.1	镧、铈、镨等 14 种稀土杂质的测定——ICP-AES 法	346
6.9.2	镧、铈、镨等 14 种稀土杂质的测定——ICP-MS 法	347
6.10	铥	348
6.10.1	镧、铈、镨等 14 种稀土杂质的测定——ICP-AES 法	348
6.10.2	镧、铈、镨等 14 种稀土杂质的测定——ICP-MS 法	349
6.11	铒	350
6.11.1	镧、铈、镨等 14 种稀土杂质的测定——ICP-AES 法	350
6.11.2	镧、铈、镨等 14 种稀土杂质的测定——ICP-MS 法	351
6.12	钪	353
6.12.1	镧、铈、镨等 14 种稀土杂质的测定——ICP-AES 法	353
6.12.2	镧、铈、镨等 14 种稀土杂质的测定——ICP-MS 法	354
	参考文献	355
附录 I	有色金属产品牌号规定	356
表 I-1	高纯阴极铜(Cu-CATH-1)化学成分	356
表 I-2	标准阴极铜(Cu-CATH-2)化学成分	356
表 I-3	铅锭化学成分	357
表 I-4	锌锭化学成分	357
表 I-5	电解镍化学成分	357
表 I-6	钴化学成分	358
表 I-7	锡锭化学成分	358
表 I-8	铋化学成分	359
表 I-9	镉锭化学成分	359
表 I-10	铟化学成分	360
表 I-11	重熔用铝锭化学成分	360
表 I-12	重熔用镁锭化学成分	360
表 I-13	钛化学成分	361
表 I-14	金锭化学成分	361
表 I-15	银化学成分	361
表 I-16	海绵铂化学成分	362
表 I-17	海绵钯化学成分	362
附录 II	用于原子吸收光谱分析与 ICP 方法的标准溶液	363

1 绪论

1.1 有色金属的分类^[1,2]

对于有色金属的分类,到目前为止似乎并没有统一的规定。1999 年国家有色金属工业局编写出版的《中国有色金属工业 50 年历史资料汇编》提出的有色金属分类方法应该还是比较权威的,该书提出有色金属共计 64 种,分为 5 类。

(1) 重金属 10 种:相对密度超过 4.5,它们是铜、铅、锌、镍、钴、锡、镉、铋、锑、汞。

(2) 轻金属 7 种:相对密度在 4.5 以下,它们是铝、镁、钾、钠、钙、锶、钡。

(3) 贵金属 8 种:价值较高,它们是金、银、铂、钌、钯、铑、铱、钇。

(4) 稀有与稀土金属 34 种其中稀有金属 17 种:地壳中含量稀少,提取难度较大,它们是锂、铍、钛、铷、铯、钨、钼、钒、铌、钽、锆、铪、镓、铟、铊、铕。

镧系稀土金属 17 种:它们是镧、铈、镨、钆、铽、钇、铈、钆、铈、钆、铈、钆、铈、钆、铈、钆、铈、钆。

(5) 半金属 5 种:物理化学性质介于金属非金属之间,它们是硅、硒、碲、砷、硼。

我国将产量大、应用领域广的铜、铝、铅、锌、镍、锑、汞、镁、钛称为 10 种常用有色金属,并以 10 种常用有色金属作为衡量发展水平的标准,其中铜、铝、铅、锌 4 种有色金属占生产、消费总量的 95%。

此外,根据熔点,一部分金属又可归属于难熔金属,又称高熔点稀有金属,是稀有金属的一类,通常指钨、钼、钽、铌、钒、锆,也可以包括铪、铪。

以往一些手册对有色金属的分类与上述的分类方法略有不同,例如文献 [2] 将相对密度在 5 以上的有色金属称为重金属,包括铜、镍、铅、锡、锌、钨、钼等;相对密度在 5 以下的有色金属则为轻金属,包括锂、钙、铝、镁、钛、铍等。

1.2 有色金属化学成分仲裁试样的抽取和制备

本书仅介绍部分有色金属化学成分仲裁试样的抽取和制备方法。

1.2.1 阴极铜

1.2.1.1 高纯阴极铜

每批高纯阴极铜中任取 24 块,按自然数编号。将编号的每块高纯阴极铜垂直等分成 24 个长方条,从左到右也按自然数编号,然后按每块的号数选取对应号数的长方条。即第一块切取第一个长方条,第二块切取第二个长方条,第三块切取第三个长方条,依此类推。

室温下,将采取的 24 个长方条切成适当的小块,于 10% 的盐酸溶液中浸泡 15min,然后用去离子水充分洗涤,清除全部外来污物,并干燥(避免氧化)。

从该批中取出一些高纯阴极铜置于有盖的石墨坩埚内进行熔化,再把熔体倒掉。依据石墨坩埚容量的大小,将清洗过的小块试样按下面的两种方法之一进行熔化。在熔浇过程中,应避免氧的侵入。