

# 有色金属与稀有金属 冶金分析

冶金部有色金属研究院分析室 编著

(内部发行)

冶金工业出版社

有色金屬与稀有金屬  
冶金分析  
(合訂本)

冶金部有色金屬研究院分析室 編  
(內部發行)

冶金工业出版社

**有色金属与稀有金属分析**  
**冶金工业部有色金属研究院分析室**

— \* —  
冶金工业出版社出版 (北京市灯市口甲45号)  
北京市音像出版管理处监制 093 藏  
冶金工业出版社印刷厂印 内部发行

— \* —  
1959年10月北京第二版  
1959年10月北京第二次印刷  
印数 2,020册 (累计 15,020 册)  
开本 850×1168 · 1/32,416,000 · 字数 16- $\frac{26}{32}$  ·

统一书号 15062 · 1812 定价1.90元

## 內容提要

“有色金屬与稀有金屬冶金分析”即原“有色金屬与稀有金屬技术分析”（四）至（十一）冊之合訂本。本書主要內容是叙述有色金屬与稀有金屬矿石和金屬之各种分析方法（其中包括有色金屬，及鋰、鉻、鎳、鈦、鋯、鉭與稀散金屬的分析）。

本書可供厂矿实验室和有关科学研究部門使用，同时还可供高等和中等工业学校教学时参考。

本書系內部資料，版权所有，不准翻印。

## 前　　言

在全党全民大办冶金工业的高潮中，大中小型冶金企业已在  
全国遍地开花，并以飞快的速度向前发展。

矿石分析和冶金分析工作是冶金生产过程中不可缺少的重要的一环。几年来我国冶金工业各方面都积累了許多丰富的經驗，各单位在冶金分析方面也同样积累了一些經驗。这些許多宝贵的經驗有待交流，相互学习共同提高，以促进冶金工业的大发展。

本書就是根据几年来我院分析室所采用的分析方法，加以选择汇編而成。

本書除叙述了分析手續之外，还对分析方法的要点、試剂的配制作了說明。

本書的特点是叙述簡單扼要。在方法要点里講到了方法的基本原理和干扰元素的分离。在分析手續中关键的地方我們都加了注解，补充說明了应注意的事項。

本書內容包括有色金屬矿石分析、稀有金屬及其中間产品的分析等。“有色金屬与稀有金屬技术分析”原分十一冊出版。前三冊由新华書店公开发行，从第四冊开始改由内部发行（凭单位介紹信即可购买）。

现将（一）至（三）冊合訂为一本，定名为“有色金屬矿石分析”。（四）至（十一）冊合訂为一本，定名为“有色金屬与稀有金屬冶金分析”。

本書可供厂矿实验室和有关科学的研究部門使用，同时还可供高等和中等工业学校教学时参考。

由于編者水平所限，錯誤和不妥之处在所难免，希广大讀者指正。

冶金部有色金屬研究院分析室

一九五九年六月

## 目 录

I. 錦矿石分析方法 .....	1
§ 1. 錦的測定 .....	1
(1) 重量法 .....	1
(2) 火焰光度法 .....	2
§ 2. 鈉的火焰光度法測定 .....	4
§ 3. 鈾的火焰光度法測定 .....	5
§ 4. 鈮和鈔的火焰光度法測定 .....	7
§ 5. 硅的重量法測定 .....	9
§ 6. 鐵的測定 .....	10
(1) 重鉻酸鉀容量法 .....	10
(2) 磺基水楊酸比色法 .....	11
§ 7. 鋁的磷酸盐重量法測定 .....	13
§ 8. 鈣的高錳酸鉀容量法測定 .....	14
§ 9. 鎂的达且黃比色法測定 .....	15
§ 10. 錳的过碘酸盐比色法測定 .....	16
§ 11. 氟的硝酸釷容量法測定 .....	18
I. 錦矿石及其冶炼中間产品中錦的火焰光度法測定 .....	20
§ 1. 錦矿石中錦的火焰光度法測定 .....	20
§ 2. 浸出液中錦的火焰光度法測定 .....	24
§ 3. 焙烧矿及浸出渣中錦的火焰光度法測定 .....	25
III. 金屬錦的分析方法 .....	27
§ 1. 錦的容量法測定 .....	27
§ 2. 鈉和鋁的火焰光度法測定 .....	28
§ 3. 鐵的硫氯化銨比色法測定 .....	30
§ 4. 鈣的紫脲酸銨比色法測定 .....	31
§ 5. 鎂的达且黃比色法測定 .....	33
IV. 氢氧化錦及碳酸錦的分析 .....	35
氢氧化錦分析方法 .....	35
§ 1. 氢氧化錦和二二氧化碳的測定 .....	35

§ 2. 鉀和鈉火焰光度法測定	37
§ 3. 鈣的高錳酸鉀容量法測定	38
§ 4. 硫酸根的重量法測定	40
§ 5. 氯的比浊法測定 ( $AgCl$ 比浊法)	40
§ 6. 重金屬的測定 (按鉛計)	42
§ 7. 硅的鉬黃比色法測定	43
§ 8. 鐵的硫氰化銨比色法測定	44
§ 9. 鋁的8-羥基喹啉比色法測定	46
§ 10. 鎂的達旦黃比色法測定	47
V. 碳酸鹽的分析方法	49
§ 1. 鋰的容量法測定	49
§ 2. 其他杂质的測定	52
§ 1. 銻榴石的分析	53
§ 2. 浸渣的分析	66
§ 3. 浸液的分析	66
§ 4. 沉淀的分析	70
§ 5. 沉液的分析	75
§ 6. 水渣的分析	78
§ 7. 水液的分析	78
§ 8. 去鐵鎳液的分析	81
§ 9. 鐵渣的分析	81
§ 10. 鎳渣的分析	81
§ 11. 銨銨的分析	81
§ 12. 去銨銨的分析	84
§ 13. 精銨的分析	88
I. 緑柱石全分析	89
§ 1. 水份的測定	89
§ 2. 焼減量的測定	90
§ 3. 硅的測定	90
§ 4. 鍍的測定	92

(A) EDTA 法 .....	92
(B) 磷酸盐法 (仲裁法) .....	94
(C) 硫酸盐快速法定鋁 .....	96
§ 5. 鋁的測定 .....	98
§ 6. 鐵的測定 .....	100
§ 7. 鈣的測定 .....	101
§ 8. 鎂的測定 .....	104
§ 9. 銅的測定 .....	105
§ 10. 錳的測定 .....	107
§ 11. 鉻的測定 .....	108
§ 12. 碰金屬 ( $K_2O$ , $Na_2O$ , $Li_2O$ , $Cs_2O$ , $Rb_2O$ ) 的測定 .....	110
I. 氟化法制取氢氧化鋁及氧化鋁中間产品的分析 .....	113
氟鋁化銨溶液及晶体的分析 .....	113
§ 1. 硅的測定 .....	113
§ 2. 氮的測定 .....	114
§ 3. 氟的測定 (氟氯化鉛容量法) .....	115
§ 4. 硫酸根的測定 .....	118
§ 5. 鉛的測定 .....	118
还原渣的分析 .....	120
§ 1. 水溶性鋁的測定 .....	120
§ 2. 全鋁的測定 .....	120
氟化鋁的分析 .....	121
§ 1. 硅的测定 .....	121
§ 2. 鋁的測定 .....	122
§ 3. 氟的測定 .....	122
II. 硫酸法制取氢氧化鋁及氧化鋁中間产品的分析 .....	123
浸出渣的分析 .....	123
§ 1. 硅的測定 .....	123
§ 2. 鋁的測定 (对位硝基苯偶氮甲苯二酚比色法) .....	124
鋁銨矾的分析 .....	126

§ 1. 鉍的測定 .....	126
§ 2. 鋁的測定 .....	127
中和渣的分析 .....	128
§ 1. 硅的測定 .....	128
§ 2. 鐵的測定 .....	129
§ 3. 鉍的測定 .....	130
§ 4. 鋁的測定 .....	131
IV. 氢氧化鉬及氧化鉬全分析 .....	132
§ 1. 水份的測定 .....	132
§ 2. 焦減量的測定 .....	132
§ 3. 硅的測定 .....	133
重量法（适用于 $\text{SiO}_2$ 含量大于 0.4%）.....	133
§ 4. 鉍的測定 .....	136
§ 5. 鐵的測定 .....	137
§ 6. 鈣的測定 .....	138
§ 7. 鎂的測定 .....	140
§ 8. 銅的測定 .....	141
§ 9. 鐵的測定 .....	142
§ 10. 鋁的測定 .....	142
V. 金屬鉬杂质全分析 .....	143
§ 1. 鐵的測定 .....	143
§ 2. 鎂的測定 .....	145
(A) 重量法（适用于鎂含量高于 0.4%）.....	145
(B) 比色法（达且黃比色法，适用于含鎂量小于 0.4%）.....	146
§ 3. 銅的測定 [二乙基（代）氨基甲硫羧酸鈉比色法，适用于含銅量小于 0.1%] .....	148
§ 4. 鐵的測定（高錳酸盐比色法适用于錳含量小于 0.05%） .....	149
§ 5. 鋁的測定 .....	150

§ 6. 鉻的測定 .....	152
§ 7. 鉛的測定 .....	153
<b>V. 高鉱渣的分析方法.....</b>	<b>155</b>
§ 1. 鉻的測定 .....	155
§ 2. 鐵的測定 .....	158
§ 3. 鈣的測定 .....	159
§ 4. 鎂的測定 .....	161
§ 5. 鋁的測定 .....	163
§ 6. 硅的測定 .....	165
§ 7. 鈉的測定 .....	166
§ 8. 三價鉻的測定 .....	168
<b>VI. 二氧化鉻的分析方法.....</b>	<b>170</b>
§ 1. 鉻的測定 .....	170
§ 2. 鐵的測定 .....	171
§ 3. 磷的測定 .....	172
§ 4. 硅的測定 .....	175
§ 5. 砷的測定 .....	177
§ 6. 銦的測定 .....	179
§ 7. 鈰的測定 .....	182
§ 8. 鉛的測定 .....	184
<b>VII. 金屬鉻的分析方法.....</b>	<b>189</b>
§ 1. 鉻的測定 .....	189
§ 2. 氯的測定 .....	190
§ 3. 鐵的測定 .....	192
§ 4. 鈦的測定 .....	193
§ 5. 銅的比色測定 .....	194
§ 6. 鎂的比色測定 .....	195
<b>VIII. 四氯化鉻的分析方法.....</b>	<b>197</b>
§ 1. 鉻的測定 .....	197
§ 2. 鐵的測定 .....	198

§ 3. 硅的測定 .....	199
§ 4. 锰的測定 .....	200
§ 5. 铬的測定 .....	201
X. 钨英石中钨及稀土总量的測定 .....	203
§ 1. 钨的容量法測定 .....	203
§ 2. 钨的焦磷酸盐重量法測定 .....	207
§ 3. 钨的磷苯二酚紫比色法測定 .....	208
§ 4. 钨的茜素碳酸钠比色法測定 .....	210
§ 5. 钷及稀土元素总量的測定 .....	212
XI. 氧化钨、偏钨酸钾中钨及杂质的測定 .....	214
§ 1. 钨的容量法測定 .....	214
§ 2. 硅的钼蓝比色法測定 .....	217
§ 3. 钼的过氧化氢比色法測定 .....	218
§ 4. 铁的碘基水杨酸比色法測定 .....	219
§ 5. 钨的8-羟基喹啉比色法測定 .....	221
§ 6. 锰的过碘酸盐比色法測定 .....	222
§ 7. 磷的磷钒钼酸比色法測定 .....	223
§ 8. 氧化钨中铅的极谱測定 .....	224
§ 9. 氧化钨中铜、镍、锌的极谱測定 .....	225
XII. 冶金中间产品中钨及杂质的測定 .....	227
§ 1. 钨的容量法測定 .....	227
§ 2. 碳化钨纯度的測定 .....	230
§ 3. 硅的重量法測定 .....	232
§ 4. 硅的钼蓝比色法測定 .....	234
§ 5. 钼的过氧化氢比色法測定 .....	235
§ 6. 铁的碘基水杨酸比色法測定 .....	236
XIII. 钨粉中钨及杂质的測定 .....	238
§ 1. 总钨量、活性钨的测定 .....	238
§ 2. 铁的碘基水杨酸比色法測定 .....	238
§ 3. 钼的过氧化氢比色法測定 .....	240

§ 4. 硅的鉬藍比色法測定	241
<b>IV. 矿石中鉬銨分析方法</b>	<b>243</b>
§ 1. 鉬銨氧化物含量的測定	243
§ 2. 鉬及銨焦沒食子酸比色法測定	245
§ 3. 鉬的环己酮提取比色法測定	248
§ 4. 銨的測定	250
(1) 硫氰化鉀比色法	250
(2) 邻基喹啉重量法測定	253
(3) 极譜法測定	254
<b>V. 含鉬銨矿石中某些元素分析方法</b>	<b>257</b>
§ 1. 鈾的測定	257
(1) 乙酸乙脂提取比色法	257
(2) 紙纖維色层分离硫氰化銨比色法	259
(3) 极譜法	261
§ 2. 稀土氧化物总量的重量法測定	262
§ 3. 鈮的容量法	264
§ 4. 鈦的測定	265
(1) 重量法	265
(2) 比色法測定	266
§ 5. 鋨的容量法測定	269
§ 6. 鈸的过氧化氢比色法	271
§ 7. 鎇的硫氰化鉀—二氯化錫比色法測定	273
§ 8. 錫的容量法測定	274
<b>XVI. 鉬銨冶金产品的分析方法</b>	<b>276</b>
§ 1. 混合氧化物中鉬銨含量的重量法測定	276
§ 2. 氟鉬酸鉀中鉬銨的分別測定	277
§ 3. 氟氧銨酸鉀中鉬銨的分別測定	280
§ 4. 氢氟酸溶液中鉬銨的分別測定	282
§ 5. 錳的过碘酸盐比色法測定	283
§ 6. 鐵的硫氰化銨比色法測定	285

§ 7. 硅的鉬藍比色法測定 .....	287
§ 8. 鈦的過氧化氫比色法測定 .....	288
§ 9. 氟鉬酸鉀及氟氯鉻酸鉀中氟的極譜法測定 .....	289
§ 10. 鉀鈉的火焰光度法測定 .....	291
§ 11. 鋅矿及鋅氧化物中銨的測定 .....	293
§ 12. 鈷的結晶紫比色法測定 .....	296
§ 13. 銅、鉛鋅矿中硒碲的測定 .....	299
(1) 硒及碲的比色法測定 .....	299
(2) 硒的3,3'-二氨基聯苯胺比色法測定 .....	303
(3) 硒的硫代硫酸鈉容量法測定 .....	305
(4) 碲的碘量法測定 .....	307
§ 14. 金屬硒中鉛的比色測定 .....	308
§ 15. 金屬硒中汞的比色測定 .....	311
§ 16. 金屬碲中銀的比色測定 .....	312
§ 17. 矿石及冶金产品中鎵的測定 .....	315
(1) 樟腦酸重量法 .....	315
(2) 羅丹明 B 比色法 .....	318
§ 18. 金屬鎵中鐵的比色測定 .....	321
§ 19. 金屬鎵中鋅的比色測定 .....	323
§ 20. 鎵的氯化四苯胂比色測定 .....	325
§ 21. 金屬鎳中錳的比色測定 .....	326
§ 22. 矿石中鎵的苯肟酮比色法測定 .....	327
§ 23. 烟塵中鎵的苯肟酮比色法測定 .....	329
§ 24. 氨水中鎵的測定 .....	331
(1) 蒸餾分離GeCl <sub>4</sub> 后苯肟酮比色法測定 .....	331
(2) 不蒸餾分離的苯肟酮比色法測定 .....	332
§ 25. 煤中鎵的苯肟酮比色法測定 .....	333
§ 26. 焦油中鎵的測定 .....	334
(1) 蒸餾分離后苯肟酮比色法 .....	334
(2) 有機抽提分離后苯肟酮比色法 .....	335

§ 17. 金屬鍺及氧化鍺中的杂质分析	336
(1) 鐵的硫氰化銨比色法測定	336
(2) 銅的二苯硫卡貝松比色法測定	338
(3) 鋨的結晶紫比色法測定	339
<b>极譜分析</b>	<b>341</b>
§ 1. 矿石中銅、鋨、鋅的极譜分析	341
§ 2. 矿石中鉛的极譜分析	343
§ 3. 矿石中鎳的极譜分析	347
§ 4. 矿石中錫的极譜分析	350
§ 5. 精錫中銅、铋、鉛、鋨、鋅的极譜分析	352
§ 6. 电鋅中杂质的极譜分析	355
§ 7. 金屬鉛中鋨、錫、鋅的极譜分析	359
<b>光譜定量分析</b>	<b>364</b>
I. 矿石中釷、鍍、鉭、銳、錫、鍺、銻、鈮、鈦光譜定量分析方法	364
§ 1. 矿石中釷的測定	364
§ 2. 矿石中鍍的測定	366
§ 3. 矿石中鉭与銳的測定	370
§ 4. 矿石中錫的測定	374
§ 5. 矿石及选矿产品內銻、鍺、鍺及鈮的光譜測定	376
§ 6. 矿石中鈮、鈦的光譜定量分析	385
I. 矿石中半定量光譜分析	387
§ 1. 緒言	387
§ 2. 理論根据	387
§ 3. 試驗程序	388
(一) 方法叙述	388
(二) 試驗記錄	395
II. 銅的光譜定量分析	430
§ 1. 緒言	430
§ 2. 取样及分析試料的准备	431

§ 3. 光源 .....	432
§ 4. 摄谱仪器、分析线、曝光条件和工作曲线 .....	435
§ 5. 铜的光谱定量分析 .....	443
(一) 概述 .....	448
(二) 方法叙述 .....	449
(三) 所得結果的分析 .....	453
(四) 附注 .....	454
IV. 金属铅中杂质的光谱定量分析 .....	458
§ 1. 緒言 .....	458
§ 2. 工作条件 .....	458
§ 3. 結論 .....	461
§ 4. 附录 .....	461
V. 锌锭中微量元素的光谱定量分析 .....	463
§ 1. 緒言 .....	463
§ 2. 标准試样的配制 .....	463
§ 3. 分析 .....	465
(一) 選擇條件 .....	465
(二) 制定工作曲線 .....	470
§ 4. 結論 .....	479
参考文献 .....	480
VI. 金属锡杂质的光谱定量分析 .....	481
§ 1. 試样的选择与处理 .....	481
§ 2. 工作条件 .....	482
§ 3. 所用的分析线对和杂质测定的范围 .....	482
§ 4. 繪制工作曲線的数据 .....	483
(一) 铅的工作曲線数据 .....	483
(二) 锡的工作曲線数据 .....	483
(三) 钴的工作曲線数据 .....	485
(四) 铜的工作曲線数据 .....	486
(五) 砷的工作曲線数据 .....	487
(六) 鐵的工作曲線数据 .....	488
§ 5. 锡中铜的光谱定量分析 .....	489

## I. 錳礦石分析方法

[本方法適用於鋰云母、鋰輝石、鐵鋰云母等礦石的分析]

### § 1. 錳的測定

#### (1) 重 量 法

##### 方法要點：

試料用硫酸及氫氟酸分解後，為了除去硫酸根和鎂用氫氧化鋇溶液中和到  $\text{pH} \approx 12$ 。因為鋰的硫酸鹽不溶於乙醇—乙醚混合劑中，故必須除去硫酸根。由於鎂和鋰的氯化物有着類似的性質，都能溶於乙醇—乙醚混合劑中，所以當用此有機溶劑抽取前，須將鎂除去，然後加入碳酸銨以除去鈣及過量鋇，最後將溶液蒸乾並除去銨鹽，以乙醇—乙醚混合溶劑抽取，使鋰與其他碱金屬元素分離。此時鋰溶解於乙醇—乙醚混合液中，除去有機溶劑後將殘留的氯化鋰轉變成硫酸鋰，秤重。

##### 需用試劑：

硫酸（比重 1.84）。

氫氟酸。

氫氧化鋇，飽和溶液。

碳酸銨；10% 溶液：10克分析純碳酸銨溶解於 100 毫升蒸餾水中，此試劑使用時現配製。

無水乙醇。

無水乙醚。

##### 分析手續：

稱取試料 0.5 克置於鉑坩堝中，以2—3滴水濕潤，加入5—6滴濃硫酸及10—15毫升氫氟酸，放在墊有小塊石棉板的電爐上，緩緩加熱蒸發至有大量硫酸煙逸出。冷卻後用蒸餾水溶解，然後

移入 250 毫升的燒杯中，調整溶液的體積約為 100 毫升。

將溶液煮沸片刻，待殘渣溶解後滴加飽和氯氧化鉀溶液至 pH≈12。熱置半小時後用快速濾紙過濾。沉澱用熱水洗滌數次後棄去。濾液以甲基橙為指示劑，用鹽酸中和至酸性。將溶液加熱煮沸，用氨水中和至微鹼性，加入 10 毫升 10% 碳酸銨溶液，攪拌並煮沸 5 分鐘，然後用緻密濾紙過濾。將濾液收集在 250 毫升燒杯中。

將濾液蒸發至乾，並除去銨鹽。冷卻後滴入盡可能少量的幾滴水，使殘渣溶解，加入 1—2 滴濃鹽酸，加入 20 毫升無水乙醇，攪拌，此時溶液呈混濁狀態，再加入 60 毫升無水乙醚，攪拌，放置數分鐘，此時鉀鈉等氯化物呈羽片狀由溶液中析出，然後用快速濾紙過濾，濾液收集在 250 毫升三角瓶中，並以 1:5 乙醇—乙醚混合液洗滌數次，（沉澱留作鉀鈉等的測定）。將濾液小心蒸乾<sup>①</sup>，冷卻，將三角瓶中的殘渣用蒸餾水洗入秤至恒量的鉑坩堝中，小心蒸乾，冷卻後滴入 2—3 滴濃硫酸，在電爐上加熱驅除過量硫酸後，放入馬弗爐中在 800°C 下灼燒 20 分鐘稱至恒量，即為 Li<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 重<sup>②</sup>。樣品中 Li<sub>2</sub>O 的百分含量按下式計算：

$$\text{Li}_2\text{O}\% = \frac{W \times 0.27178}{G} \times 100$$

式中 W——秤得 Li<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 的克數；

G——稱取樣品克數；

0.27178——Li<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 換算成 Li<sub>2</sub>O 的換算係數。

#### 註 解

① 抽取用的有機溶劑可用蒸餾法回收，要注意使用有機溶劑的操作，要在沒有火的地方進行，以免燃着發生危險。

② 灼燒後的 Li<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 中可能尚有少量鎂，必要時可用比色法測定鎂，以修正分析結果。

## (2) 火焰光度法

### 方法要點：

用硫酸及氰氟酸分解試料時，試料的主要成分二氧化矽被驅