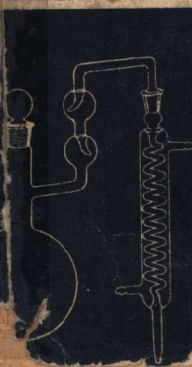
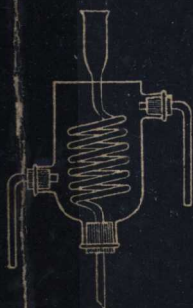


矿石定量分析讲义

冶金工业部地质研究所 編

冶金工业出版社



矿石定量分析讲义

冶金部地质研究所编 地质出版社

地质出版社

矿石定量分析讲义

冶金工业部地质研究所 編

冶金工业出版社

矿石定量分析讲义
冶金工业部地质研究所 編

1961年1月第一版 1961年1月北京第一次印刷 11,050 册

开本850×1168•1/32•字数120,000•印张4 $\frac{26}{32}$ •定价0.63元

统一书号15062•2297 冶金工业出版社印刷厂印
新华书店科技发行所发行 各地新华书店經售

冶金工业出版社出版（地址：北京市灯市口甲45号）

北京市书刊出版业营业許可証出字第093号

內容提要

本書共分八章，包括一般定量分析的基本理論和必要的實驗。並編入了近年來廣泛應用的絡合劑滴定法和實驗中經常應用到的圖表及數據。

書中所列實例，除常用者外，也列入了作者在工作中的一些體會。理論部份用兩種字體排印，大字体部份寫得力求通俗易懂，小字体部份可供進一步參考。

本書可作化驗訓練班的講義，同時亦可供非化驗專業學校畢業的化驗人員自修用。

前 言

在党的领导及社会主义建设总路线的光辉照耀下，我国地质勘探工作有了很大发展，特别是在一九五八年大跃进以来，一个声势浩大的几千万人上山找矿的群众运动已经形成，并且正在继续发展。与此相适应作为地质尖兵的矿石化验工作网也已在我国各地星罗棋布的建立起来了。现在面临着进一步提高，由土到洋由小到大的发展阶段，为了使具有初中文化水平已从事化验工作的人员能结合生产实际进一步提高技术水平和理论水平，并对日益广泛应用的有机溶剂萃取、络合剂滴定等新方法有所了解，因而我们编写了这本书。

由于我们经验不多，水平有限，在编写和内容方面难免有不当和错误之处，希望读者提出意见，以便进一步修订。

冶金工业部地质研究所

1960. 2.

目 录

第一章	緒論	7
§ 1	定量分析的方法	7
§ 2	定量分析的准确度	8
§ 3	分析天平	9
§ 4	器皿	16
§ 5	分析試样的准备	21
§ 6	試样的分解	24
§ 7	干扰元素的分离 (或消除其影响) 方法	27
第二章	重量分析	36
§ 1	重量分析概要	36
§ 2	沉淀和沉淀剂的选择及用量	36
§ 3	沉淀条件	38
§ 4	沉淀中杂质的除去	39
§ 5	沉淀的过滤、洗涤、烘干、灰化和灼烧	40
§ 6	重量分析结果的計算	42
§ 7	重量分析实例	43
第三章	容量分析	49
§ 1	容量分析概要	49
§ 2	标准溶液的浓度与容量分析结果的計算	50
§ 3	标准溶液的配制与标定	59
第四章	中和法	64
§ 1	中和法概要	64
§ 2	中和法的指示剂	65
§ 3	指示剂变色范围与解离常数之間的关系	69
§ 4	指示剂的选择	71
§ 5	中和法实例	82
第五章	氧化还原法	87
§ 1	氧化还原法概要	87

§ 2	氧化剂与还原剂的克当量	87
§ 3	氧化还原反应的速度	88
§ 4	氧化还原反应的可能性	91
§ 5	氧化还原滴定曲线	92
§ 6	高锰酸钾法	94
§ 7	重铬酸钾法	100
§ 8	碘量法	102
§ 9	其他氧化还原法	109
第六章	容量沉淀法	110
§ 1	容量沉淀法概要	110
§ 2	容量沉淀法实例	111
第七章	络合剂滴定法	114
§ 1	络合剂滴定法概要	114
§ 2	指示剂及其性质	115
§ 3	络合滴定法的种类	117
§ 4	络合滴定法实例	121
第八章	比色分析	124
§ 1	比色分析法的简单原理	125
§ 2	目视比色法	127
§ 3	光电比色法及光电比色计	132
§ 4	比色分析的误差	137
§ 5	比色法实例	139
§ 6	微迹物质比色方法与颜色反应的灵敏度	146
附录:		
一、	国际原子量表	149
二、	常用化合物的分子量表	151
三、	酸和氨的比重及浓度	153

第一章 緒論

§ 1 定量分析的方法

定量分析是分析化学的一部分，它的任务就是測定試样中各种元素的含量或这些元素的某种化合物的含量。定量分析的结果通常用百分率(%)表示。

定量分析的方法一般可以分为下列几种：

1. **重量分析法** 这种方法是根据被測定組分和加入的試剂作用后定量地生成定組成的不溶化合物(即沉淀)的重量的測量。測量是使用分析天平来称重。由称得的沉淀重量便可求得欲測組分的含量。

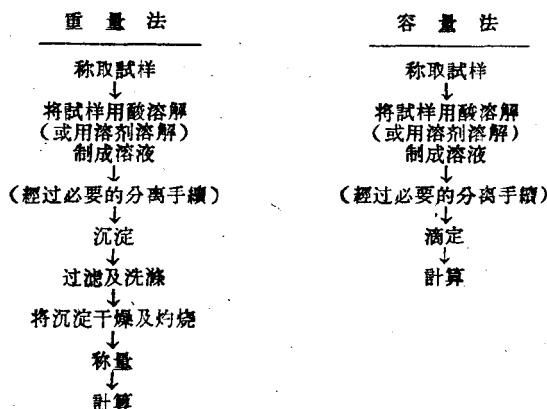
2. **容量分析法** 这种方法是根据与欲測物质溶液起完全反应所需的已知試剂溶液(即标准溶液)的容积的測量。由所用去的标准溶液容积及其浓度就可换算出被測組分的含量。

3. **比色分析法** 許多元素的离子本身是有顏色的，或者在加入某种試剂以后生成有顏色的化合物，当含有这种有色化合物的溶液浓度改变时，溶液顏色的深浅也就随着改变，溶液愈浓，顏色愈深，因此可以利用比較两种含有相同有色物质的溶液的顏色深浅，来决定溶液中有色化合物的浓度，如果其中一个是已知浓度的标准溶液，則另一个未知溶液的浓度就可以被測定。

以上三种定量分析方法是基本最常用的也就是本書中所要介紹的。除此之外，还有一些应用專門的仪器来进行分析的光譜分析、极譜分析等方法，本書不予討論。

进行定量分析的程序，因所采用的方法不同而異，一般來說，系先将具有代表性的大塊試样經過破碎、磨細至粉末状，于 $100\sim 105^{\circ}\text{C}$ 干燥，以去除所包含之湿气，制成供分析用的試样，

然后根据不同的方法按照下列步骤进行操作。例如：



§ 2 定量分析的准确度

准确度是分析结果与真实含量的符合程度，它是以误差大小来衡量的。误差愈大，准确度也就愈小。分析结果与真实含量的差数称为绝对误差。例如测定某一试样中的二氧化硅含量，分析结果为2.4%，而其真实含量为2.5%。则其

$$\text{绝对误差} = 2.4\% - 2.5\% = -0.1\%$$

只用绝对误差来判断准确度还不够。同样大小的绝对误差，在含量较高的试样中，其准确度可能并不算低，而在含量较低的试样中，其准确度就显然降低。因此衡量准确度的大小，应以相对误差作标准。相对误差是以绝对误差与真实含量的比值的百分数来表示。在上例中二氧化硅分析结果的相对误差为：

$$\text{相对误差} = \frac{0.1}{2.5} \times 100 = 4.0\%$$

在实际工作中，试样中欲测组分的真实含量并不知道，因此误差大小也就无法求得，所以某种测定是否准确，只能根据数次分析结果的精密度来判断。精密度是指在相同的条件下进行多次测

定所得結果的符合程度，用偏差表示。偏差即个别測定結果与所有的測定結果平均值的差数。相对偏差是以个别測定的偏差与所有測定結果平均值的比值百分数来表示。一般說來，分析进行得愈精密，則分析結果接近于真实含量的可能性愈大。但在有些情況下，分析結果的精密程度很高，却未必很准确，因为在同一条件下所測得的几次結果，可能都有同样大小的系統誤差存在。

系統誤差往往是由于測定方法以及在測定过程中某些必然的原因所引起的。例如：某一測定方法本身还存在某些缺陷，如干扰元素的分离或消除其影响还不够完全，沉淀的吸附作用，吸湿性，溶解度等；所用的仪器（天平、砝碼、量具等）上的誤差；所用的試剂中可能含有一些杂质；以及在仪器的讀数对溶液顏色的观察上的一些主观誤差。这些誤差会重复地出現在每次測定中，但是可以設法（例如借校正、做空白試驗或对照試驗等方法）避免其一部或全部。

除了系統誤差以外，在定量分析中还可能有一种偶然誤差出現，这就是由于一些可变的原因所导致的。例如，測定时溫度、湿度的变化；砝碼的偶然缺陷；工作中不够細心造成偶然的颺失、丢失或沾污；以及在比色或滴定时由于分析者目力疲倦所引起的 subjective 誤差等。由于偶然誤差就会使几次重复分析的结果不相符合。为减少偶然誤差，可以重复分析数次，然后取其平均值。但是在分析中有严重而显著的錯失时，不能把它当作偶然誤差，像这样的結果必須剔去而不能把它放在一起平均。

§ 3 分析天平

分析天平是定量分析中最重要和最常用的一种精密仪器。称量的准确与否对分析結果有很大的影响。而称量所需的准确度則由分析工作中所要求的測定誤差而定，在一般的分析工作中要求能准确称量到万分之一克。

1. 分析天平的构造

分析天平的种类頗多，但其构造原理基本上是相同的。茲举能称准至万分之一克的普通摇摆式的分析天平为例，說明如下（见图 1 ~ 3）。

天平梁是分析天平的主要部分，梁上安装着三个瑪瑙制成的三稜形刀口（图 2 中 1 和 2）。中央一个三稜形刀口的稜角支在琢磨过的天平柱的平面上，它是梁的支点。两端两个三稜形刀口上各按有一个挂鈎，鈎下悬挂着天平盘。

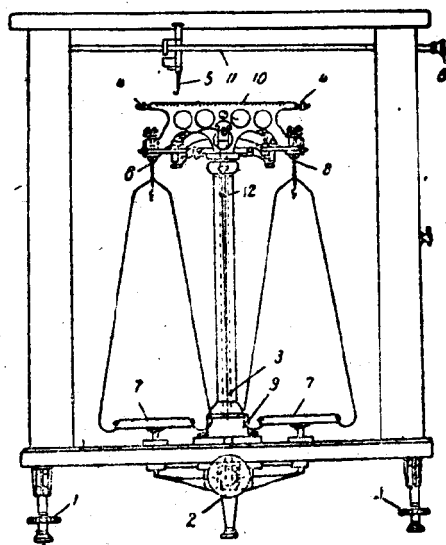


图 1 分析天平

- 1—天平足；2—升降枢轴；3—指针；
- 4—调节零点的螺絲；5—游碼鈎；6、11—移动游碼的装置；
- 7—天平盘；8—蹬；9—讀数标尺；
- 10—放游碼的刻度尺；12—调节重心的螺絲

长指针 3（图 1）固定在天平梁的中央，指针的下部尖端在 天平摆动时沿着刻度尺移动，可以从这里判断天平梁对平衡位置

的偏向。

用分析天平称量的准确度的大小，主要由天平对盘的重量
的改变反应容易程度而定，即由天平灵敏度（即感量）而定。添加
1 毫克附加重量于处于平衡状态的天平的某个盘中，根据由此所
引起的指针偏向的角的大小来判断天平的灵敏度，偏转角度愈
大，天平愈灵敏，反之，则愈不灵敏。

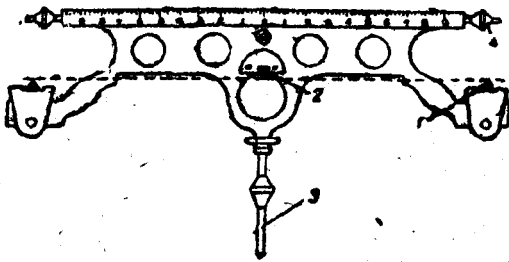


图 2 天平梁及刀口的位置

1—天平梁两端的刀口；2—中间的刀口；

3—指针；4—调节零点的螺丝

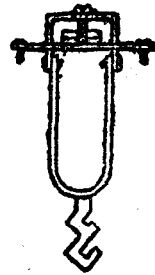


图 3 梁

天平灵敏度的大小与天平各工作部分的接触部位上的摩擦程
度有关。因此，三个三棱形刀口的稜角磨得愈尖，支持这三个三
棱形刀口的表面磨得愈光，天平便愈灵敏。在使用天平时各个工
作表面逐渐磨损，也就使摩擦增加，因此称量的准确度就会降
低。为了减少这种磨损，天平上安装有升降枢（图 1—2），升
降枢可以使天平梁升起而使三个三棱形刀口不与相应的支持面接
触，这样就可以在不使用天平时把梁升起而减少刀口与支持面的
磨损。因此，在实际操作的时候，必须先用升降枢把天平梁升起
之后再添加砝码或取放称量物品，切不可对未休止的天平作任何
接触。

在称量时根据天平指针的摆动判断平衡的到达。在天平未放
置物品时指针的偏向在刻度尺中点两侧应该相等。否则可以将天
平梁上的螺丝（图 1 中的 4）进行调节。分析天平的平衡位置（零
点）常因各种意外的原因（例如室内温度的改变）而改变，所以

在每次称量前或在連續称量时，每隔二三次称量后檢驗一次零点。在实际工作中，以观察指針向左右摆动的幅度相等时即为零点，而不采用指針向左摆动二次，向右摆动三次，分別讀数，而后取其平均值的零点測定方法。

天平放置在玻璃盒中可以使天平不受尘埃、空气流动、工作者呼吸等影响。盒支持在三个螺旋的天平足上（图 1 中的 1），利用螺旋来調节天平的水平状态（天平是否处在水平状态可从固定在天平柱后面的悬錘或水准器来观察）。

2. 分析天平的使用方法

使用分析天平时必须十分仔細，才能保持天平的准确度及灵敏度不致于降低，才能保持天平不致于受损坏。为了使称量結果准确及維護天平不致受損，使用时必須注意下列各点。

（1）称量前，应先检查天平是否处于水平状态。

（2）为了避免被称物品直接置放在天平盘上而引起金屬盘的沾污与腐蝕，最好在左右两盘上各放置一块重量相等或相近的表面玻璃。

（3）在每次称量前，或在連續称量时，每隔二、三次称量后，檢驗一次零点（零点常因溫度及其他一些原因会改变，可用天平梁上的螺絲調整之）。

（4）将被称物品放在左盘上，于右盘上依次以砝碼平衡之。当加10毫克以下时，应用架在天平梁上的游碼。万分之一克的这种天平可以称准至克以下小数点后的第四位，例如 1.2345 克。在小数第三位以前的讀数可由砝碼及游碼直接讀出，小数第四位的讀数（即 $\frac{1}{10}$ 毫克）可以从架在天平梁上的游碼位置估計而得（天平梁上刻有格度）。

（5）無論把称量物品或砝碼放到盘上或取下来时，一定要先用升降枢把天平梁托起，否則，在放上或取下物体时所发生的振动，容易使天平的刀口损坏。在放下或升起升降枢时，应緩慢

而小心。

(6) 不可称量热的或过冷的物品，被称物品的温度应接近天平周围环境的温度。因为称量热的物品时，天平盘附近空气受热膨胀上升，上升的气流将使称量结果不准确，并且热的物体使天平梁的一臂受热，改变了它的长度，引起误差。遇过冷的物品，又会在表面上凝结水滴，也会造成称量误差。

(7) 如果称量吸湿性的或能放出腐蚀性气体的物品，必须把物品放在密闭的容器内进行。

(8) 决不可使天平的载重超过限度（一般为 100 克），否则要损坏天平，因此当被称物品重量较大，可能超过载重限度时，应先在粗天平（即称量一般物品的药用天平或工业天平）上称取其重，然后决定是否可以进行称量。

(9) 被称重的物品及较大的砝码应尽可能地放在天平盘的中央，否则，在放下升降枢时，天平盘动荡较剧，将使称量结果不易准确，而且天平刀口容易损坏。

(10) 应在天平门关上之后，再来判断指针摆动的平衡位置，读取重量读数。因为天平门开着时，工作者的呼吸以及任何一举一动，都会引起空气的流动，使称量结果不准。

(11) 砝码应用镊子钳取，不能用手直接拿取，因手上常有潮气、油腻等污物会引起砝码重量的改变。

(12) 在称恒重时，必须在同一台天平上用同一付砝码进行称量，以减少误差。

(13) 天平盒内应置放硅胶等干燥剂，以保持盒内空气的干燥。

(14) 称量完毕后，应检查天平梁是否已托住，游码是否已挂起，砝码是否已取出。最后用黑布套子罩上，以防尘埃及日光照射。

(15) 分析天平应放在固定的台上，避免受震动。

(16) 砝码在长久使用以后，或在做很精密的分析时，须进

行校准，校准的方法可参考其他定量分析书籍。

3. 分析天平的种类

除了上面介绍的摇摆式分析天平之外，在实际工作中还经常遇到阻尼式分析天平（图4），阻尼式天平是用空气或磁力来阻止天平的摆动。图4是空气阻尼式天平之一种，这种天平的梁臂

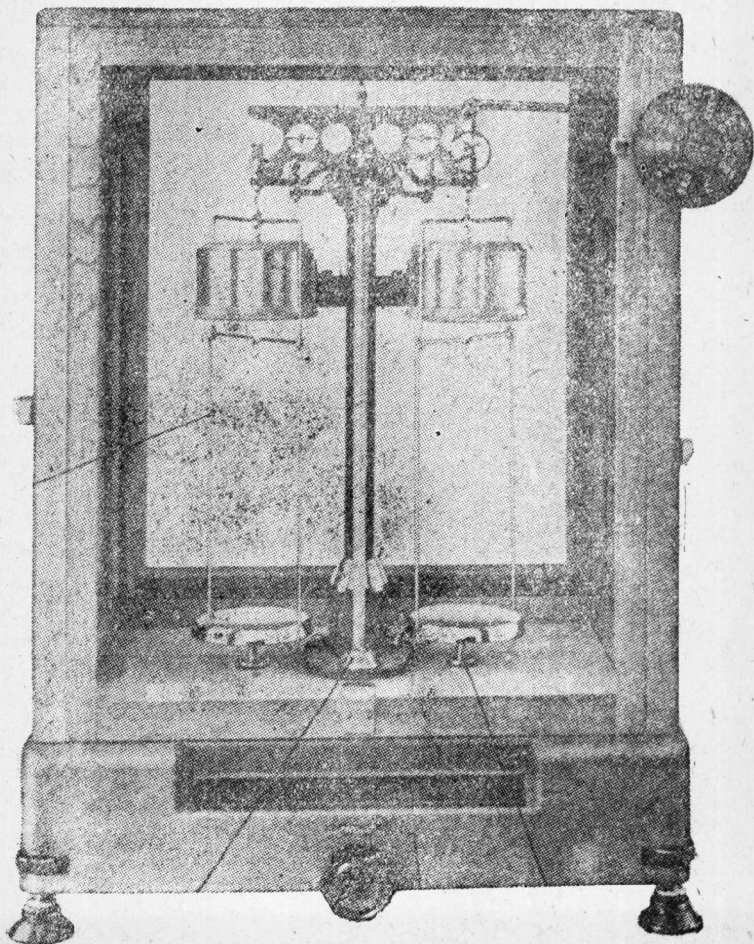


图4 空气阻尼式天平

下装有阻尼器, 阻尼器是一个铝制圆筒, 它悬于另一个直径稍大一些的筒内, 而能自由地上下移动, 由于筒内空气阻力的关系使天平很快地停止摆动, 倘天平的一盘比另一盘的载重较大一些, 则指针在短時間內偏向一面, 并且在此位置上停止不动, 天平指针的偏轉度就可很快地由标尺上讀出。

图 4 的这种天平亦称电光阻尼式天平, 因在它的前面安装有一个标尺字幕, 标尺上的讀数是通过电光照射并反射放大以后映現在这个字幕上, 这样就更便于讀数代替了添加游碼的手續。而且字幕本身还可以向左或右作微微移动, 以供調整零点。并且在右上角有个刻度盘, 可借旋动此盘来添加 1 克以下的各种砝碼而不必再用镊子从外界加入。

还有一种单盘天平 (如图 5), 其具体結構形式在这里就不

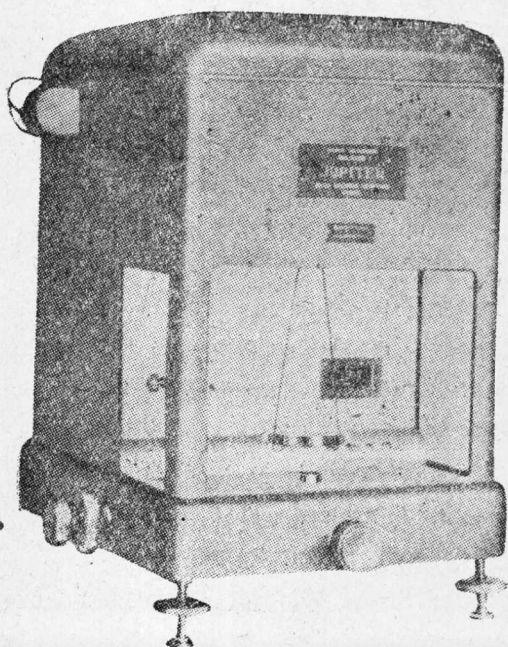


图 5 单盘天平