

TANKUANG XUANKUANG ZHONG GEYUANSU
FENXI CEDING

探矿选矿中各元素 分析测定

龙学祥 著



冶金工业出版社
Metallurgical Industry Press

探矿选矿中各元素分析测定

龙学祥 著

内 容 简 介

本书介绍了在探矿和选矿过程中, 矿石及选矿产品中常见元素的分析测试方法, 包括野外快速测定和试验室常规测定, 书中所介绍的方法大多来自于作者多年工作实践的总结, 简单易行, 书后附录中收集了化验室常用指示剂及常用溶液的配制等实用内容。

本书可作为地质、选矿、冶金、环保部门和有关科研单位的分析测试工作者使用, 也可供高等院校、高职高专相关专业师生参考。

图书在版编目(CIP)数据

探矿选矿中各元素分析测定/龙学祥著. —北京:
冶金工业出版社, 2011. 7

ISBN 978-7-5024-5611-5

I. ①探… II. ①龙… III. ①探矿工程—元素分析
②选矿—元素分析 IV. ①P62 ②TD91

中国版本图书馆 CIP 数据核字(2011)第 115854 号

出 版 人 曹胜利

地 址 北京北河沿大街嵩祝院北巷 39 号, 邮编 100009

电 话 (010)64027926 电子信箱 yjcs@cnmip.com.cn

责任编辑 李 雪 美术编辑 彭子赫 版式设计 孙跃红

责任校对 石 静 责任印制 张祺鑫

ISBN 978-7-5024-5611-5

北京百善印刷厂印刷; 冶金工业出版社发行; 各地新华书店经销

2011 年 7 月第 1 版, 2011 年 7 月第 1 次印刷

850mm×1168mm 1/32; 8.75 印张; 234 千字; 266 页

28.00 元

冶金工业出版社发行部 电话:(010)64044283 传真:(010)64027893

冶金书店 地址:北京东四西大街46号(100010) 电话:(010)65289081(兼传真)

(本书如有印装质量问题, 本社发行部负责退换)

前 言

矿产作为国民经济发展的基础物质及其非可再生的特殊属性，使得当今世界各国争夺资源的无声战役悄然打响。近年各国跨国经营矿山、买卖矿石及矿产品公司日渐增多，快速精准地对原矿及精矿等矿产品进行分析测定至关重要。

本人从事有色金属矿石及其选冶产品分析三十余年，近几年一直在东南亚一些国家从事化验室的筹建和矿石分析工作，并且对化验室所在国员工进行快速培训，提高其分析化学技能。针对国内外现状，对化学元素的测定积累了丰富的实践经验，本书就是本人多年工作的总结，希望书中的一些方法能给广大同仁提供一些参考。

本书的特点是实用性强、操作简单，针对一些测试试剂难以购买的实验方法进行了改进和创新，针对在野外没有大型仪器的条件，提供了简单快速测定样品中元素含量的方法，并且经过多年实践的检验，这类测试方法的测定结果都在允许误差范围以内，效果良好。

书中深入浅出地阐明了探矿选矿化验室的筹建注意事项及各元素化学分析测定的基本原理、操作方法、注意事项。具体内容包括化验室的选址与筹建、化验室常用设备及药品、野外各元素快速定性分析、选矿过程中数据的测定及精矿产品分析、原子吸收分光光度法测定金属元素、分光光度法测定矿石中的微量元素、选矿辅助物料的测定、废旧金银原料回收、安全生产与安全救护，书后附录中收录了常用指示剂、

II 前 言

缓冲溶液的配制、有毒物质名录、玻璃器皿清洗剂的配制等实用内容。

本书在编写过程中得到了检测中心施小林主任的帮助，在此表示感谢。

由于水平所限，书中不妥之处，恳请同行和读者批评指正。

编 者

2011 年 3 月

目 录

1 化验室的选址及筹建	1
1.1 选址	1
1.2 筹建	1
1.2.1 墙体结构	1
1.2.2 分析间的分配原则	2
1.2.3 分析间的污水排放	2
1.2.4 设备供电和照明要求	2
1.2.5 水气的安装	3
1.3 化验室	3
1.3.1 化验室的任务	3
1.3.2 化验工作中常用的分析方法	4
1.3.3 化验室的主要仪器与设备	4
1.3.4 化验室装备	4
1.3.5 化验室的规模	4
1.3.6 化验室的组成与配置	5
1.3.7 取样检查	5
2 化验室常用设备及药品	7
2.1 化验室常用设备及器皿	7
2.2 化验室常用化学药品	11
2.3 玻璃容器的校准	16
2.3.1 玻璃容器的误差	16
2.3.2 容量仪器的校准	17
2.4 溶液体积校准	21

3 野外各元素快速定性分析.....	23
3.1 样品处理.....	23
3.2 药品及配制.....	23
3.3 测定方法.....	32
3.3.1 常规方法.....	32
3.3.2 手持式分析仪测定法.....	32
3.4 样品中金、银的野外快速分析.....	33
3.4.1 金的野外快速测定.....	34
3.4.2 银的野外快速测定.....	35
3.5 原生铁的快速测定方法.....	35
4 选矿过程中数据的测定及精矿产品分析.....	36
4.1 选矿过程中数据的测定.....	36
4.1.1 选矿车间 pH 值的准确快速测定.....	36
4.1.2 选矿车间磨矿细度的检验.....	36
4.1.3 取样操作.....	37
4.1.4 选矿车间成品回收率计算公式.....	37
4.2 铜精矿.....	37
4.2.1 碘量法测定铜.....	38
4.2.2 有机试剂萃取法测定砷.....	41
4.2.3 原子吸收光谱法测定铅.....	43
4.2.4 原子吸收光谱法测定锌.....	44
4.2.5 原子吸收光谱法测定氧化镁.....	45
4.2.6 原子吸收光谱法测定铋.....	47
4.3 铅精矿.....	48
4.3.1 EDTA 容量法测定铅.....	48
4.3.2 原子吸收光度法测定铜.....	50
4.3.3 EDTA 容量法测定三氧化二铝.....	52
4.4 锌精矿.....	55

4.4.1	EDTA 滴定法测定锌	55
4.4.2	氟硅酸钾容量法测定二氧化硅	57
4.4.3	硫酸铈容量法测定铁	60
4.4.4	原子吸收光谱法测定镉	61
5	原子吸收分光光度法测定金属元素	64
5.1	金的测定	64
5.1.1	酸混合剂溶样-甲基异丁基酮萃取法	64
5.1.2	王水溶解-甲基异丁基酮萃取法	65
5.1.3	醋酸丁酯萃取法	66
5.1.4	二苯硫脲-醋酸正丁酯萃取法	67
5.2	钡的测定	68
5.3	铋的测定	69
5.3.1	直接法	69
5.3.2	氢氧化铵共沉淀法	70
5.3.3	二氧化锰共沉淀法	71
5.3.4	N ₂₆₃ -甲基异丁基酮萃取法	72
5.4	钙的测定	74
5.5	镉的测定	75
5.6	钴的测定	76
5.6.1	直接法	76
5.6.2	铜试剂-甲基异丁基酮萃取法	77
5.7	铬的测定	79
5.8	铈的测定	80
5.9	铜的测定	81
5.9.1	直接法	81
5.9.2	萃取法	82
5.10	铁的测定	83
5.11	镓的测定	84
5.12	钨的测定	85

5.13	钾的测定	86
5.14	三氧化钨中钾的测定	87
5.15	锂的测定	88
5.16	镁的测定	89
5.17	镍的测定	92
5.18	锰的测定	92
5.19	钼的测定	93
5.20	钠的测定	94
5.21	铅的测定	96
5.21.1	直接法	96
5.21.2	DDTC-甲基异丁基酮萃取法	97
5.21.3	碘化钾-甲基异丁基酮萃取法	98
5.22	钡的测定	99
5.22.1	硫酸沉淀法	99
5.22.2	二正辛基硫醚 (DOS)-二甲苯萃取法	100
5.23	铂的测定	101
5.24	铷的测定	102
5.25	铯的测定	104
5.26	铈的测定	105
5.26.1	直接法	105
5.26.2	碘化钾-甲基异丁基酮萃取法	106
5.27	锡的测定	107
5.27.1	直接法	107
5.27.2	碘化物升华法	108
5.28	铟的测定	109
5.29	碲的测定	110
5.30	铊的测定	111
5.31	锌的测定	112
5.31.1	直接法	112
5.31.2	N_{235} -甲基异丁基酮萃取法	113

5.32 钴、镍、铅、锌、铜和镉的连续测定	114
6 其他元素分析	117
6.1 砷-溴酸钾滴定法	117
6.2 硫的测定 (燃烧碘量法)	118
6.3 铅电解液中硅氟酸、铅的连续测定	120
6.4 氰化液中氰化钠的测定	122
6.4.1 硝酸银容量法	122
6.4.2 吡啶-吡唑啉酮比色法	124
6.5 金、银、铂、钯的测定	127
6.5.1 活性炭富集碘量法测高含量金	127
6.5.2 原子吸收光谱法	129
6.5.3 火法试金富集重量法测金、银	131
6.5.4 原子吸收光度法测银	133
6.5.5 光度法测定铂	138
6.5.6 钯的测定	141
6.5.7 硫代硫酸钠容量法测定低含量砷	147
6.6 锡的测定 (碱熔-碘量法)	149
6.7 铟的测定 (火焰原子吸收光谱法)	152
6.8 碲-硒的连续滴定 (重铬酸钾-硫酸亚铁容量反滴定法) ..	154
6.9 高含量钯的测定 [EDTA (全量) 反滴定法]	157
6.10 原子吸收分光光度法测定精矿中的银	158
6.11 铈的测定	160
6.11.1 铈的光度法测定	160
6.11.2 铈的导数光度法测定	162
7 分光光度法测定矿石中的微量元素	165
7.1 偶氮氯膦 I 分光光度法测定矿石中的微量铍	165
7.2 二硫代二安替比林甲烷分光光度法 测定矿石中的铋	167

7.3	偶氮胂Ⅲ分光光度法测定矿石中的铬	168
7.4	偶氮氯膦 mN 分光光度法测矿石中的稀土总量	170
7.5	罗丹明 B-苯乙醚萃取分光光度法测定煤中镓	172
7.6	乙基紫萃取分光光度法测定矿石中的微量汞	174
7.7	高碘酸钾催化分光光度法测定矿石中的微量铈	175
7.8	苯茚酮分光光度法测定矿石中的钼	177
7.9	PAN 分光光度法测定矿石中的微量镍	178
7.10	3, 5-2Br-PADAT-C ₂ H ₅ OH 分光光度法测定 矿石中的钇	180
7.11	DDO 分光光度法测定矿石中的微量铂	182
7.12	2, 3-二氨基萘分光光度法测定金属碲中的微量硒	183
7.13	分光光度法测定矿石中的微量硒	184
7.14	半二甲酚橙分光光度法测定矿石中的钍	187
7.15	分光光度法及容量法测定矿石中的铀	188
7.16	锌试剂分光光度法测定矿石中的钒	192
8	选矿辅助物料测定	195
8.1	磷酸三钠的测定	195
8.2	硫酸铜的测定	196
8.3	硫酸锌的测定	197
8.4	氢氧化钠的测定	197
8.5	工业用碳酸钠——总碱的测定	198
8.6	硫化钠的测定	199
8.7	煤和焦炭分析	201
9	废旧金银原料的回收	204
9.1	从镀金、镀银器件中回收金银	205
9.2	从镀金、镀银液中回收金银	206
9.3	从感光材料生产厂的废乳剂中回收金银	207
9.4	从镀银镜片、热水瓶胆碎片中回收金银	207

9.5	从电镀银废液中、或其他含银废液中回收金银	207
9.6	硫化银的还原	207
9.7	氯化银还原	208
9.8	硫氰酸盐法	209
9.9	硫代硫酸盐获金法	209
9.10	卤化物法	210
9.11	溶液氯化法浸出金	211
9.12	氯化焙烧挥发法	211
9.13	火法氯化法	212
10	安全生产与安全救护	213
10.1	化实验室安全常识	213
10.2	一般事故紧急处理	215
10.3	化验员的职责及应该注意的事项	217
	附录	219
附录 1	常用酸碱指示剂	219
附录 2	常用酸碱混合指示剂	220
附录 3	常用金属离子指示剂	220
附录 4	氧化还原指示剂	221
附录 5	沉淀及吸附指示剂	221
附录 6	常用缓冲溶液的配制	222
附录 7	常用基准物质的干燥条件和应用	223
附录 8	在各元素分析中所应用的化学试剂	224
附录 9	化实验室容量测定法中指示剂的使用对象	230
附录 10	剧毒物质名录	231
附录 11	有毒物质名录	235
附录 12	致癌性物质名录	247
附录 13	万分之一与十万分之一电子分析天平的区别	253
附录 14	常用器皿及洗涤	254

附录 15	化学试剂	256
附录 16	原子吸收光谱分析必须掌握的知识	257
附录 17	用于原子吸收分光光度计分析的标准溶液 (普遍采用)	258
附录 18	玻璃器皿洗涤剂的配制	261
附录 19	化学分析常用法定计量单位	262
附录 20	硝酸的密度、温度、浓度对应数表	263
参考文献		265



化验室的选址及筹建

1.1 选址

根据地质资料及探矿工程师确认矿藏资源较为富裕、有开采价值的矿区，可以进行下一步开发，选址筹建采矿厂、选矿厂及化验室等生产部门。

选矿厂应选择离采矿厂不超过 2h 车程的地区，要求水源充足、路基修筑容易、附近无太多居民和农田，最好在山洼或丘陵地带，稍作平整，把选厂建在半山腰上，方便选厂由上而下运转流程的操作。

选择时还应根据地形条件、风向、生产、生活设施的布置情况确定其具体位置。化验室选择离选矿厂 300 ~ 500m 处，远离矿堆灰尘，以免近距离从空气中传到化验室；同时尚须避开药剂制备、石灰乳化、精矿干燥等厂房的污染，最好选定上风向位置。还要考虑到雨季涨水，化验室地基应至少高于当地历史水位 100m 以上；化验室设于高层，以利于排气通风，防止水灾。可以选择台阶式的，上面有 100m^2 左右，下面 100m^2 左右有坡度的地基，或选择一块 $150 \sim 300\text{m}^2$ 的平地来建化验室。

选定的位置应与振源（磨矿机、破碎机等振动机械）保持一定距离，一般为 100m 左右。选定的位置应处于生活区的下风向地段，与生活区保持一定的距离。

1.2 筹建

1.2.1 墙体结构

墙体结构可以是钢材结构、铝塑墙板或砖石水泥结构、水泥

板盖顶结构；每间至少 $8 \sim 12\text{m}^2$ 。

1.2.2 分析间的分配原则

分析间一般按元素进行划分，以方便操作、减少相互干扰为原则。避免在化验工作进行中不同元素在操作上的相互干扰。硫的分析若采用空气压缩机供气，应单独设置工作间。若采用氧气瓶供气，可把燃烧炉放在电热设备间。

称量间基本配置一般包括天平和比色计。检测间的极谱室要求防潮、防尘、防曝晒、防酸，因此，应布置在阴凉干燥处。照相式极谱仪要备有暗室。原子吸收仪需配置空调。化验室中的蒸酸橱、试金分析高温炉、极谱分析间等，在生产中均产生有害气体，应采取有效的通风排气设施。一般分析室、电炉间、药品库也应装有通风散热降温设施。

工作间的布置要求药剂贮存室与仪器室要分开设置，以免腐蚀性气体损坏仪表。蒸酸室应设在化验室的一端，以利通风排气，减少对其他工作室的影响。有破碎设备的试料加工室，应远离天平室、仪器化验分析室。各工作间应保持良好的采光及照明条件、畅通的排污系统，并适当考虑新增设备的余地。

1.2.3 分析间的污水排放

分析室地面、台面应光滑防酸，并具备经常冲洗条件。污水必须净化后才准许排放，排污管道应具有防腐功能。室内管道以暗设为主，管道无法暗设必须外露时也要采取防腐措施。

1.2.4 设备供电和照明要求

电源一般为 $220 \sim 380\text{V}$ ，由电气工程师根据全室用电负荷量合理匹配、布线。为保证光谱、极谱、光电比色、原子吸收等仪器的安全使用，应采取稳压措施。室内动力及照明线路应尽量暗设，以减少酸、碱气体的腐蚀。

1.2.5 水气的安装

水、气的走向布置，在环境保护一章详细叙述。除仓库外，间间建水池。仪器间与办公室要装修吊顶、安装空调。

探矿、采矿、选矿的化验室平面图可按图 1-1 布置。

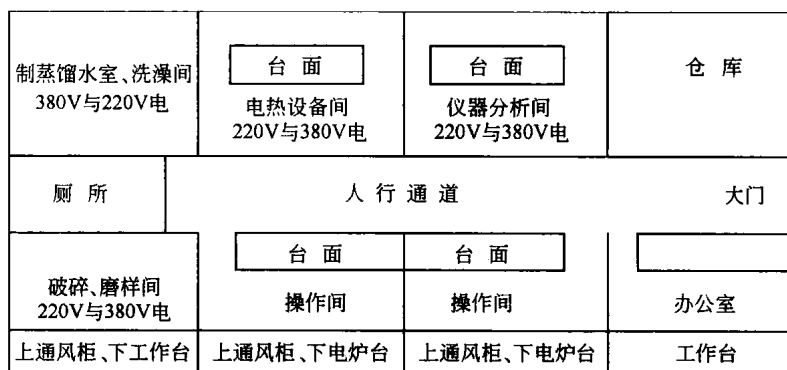


图 1-1 探矿、采矿、选矿的化验室平面图

1.3 化验室

1.3.1 化验室的任务

化验室的主要任务是承担采矿、地质及选矿的生产、流程考查、环境保护等方面有用金属元素及杂质含量的分析工作。由于选矿方面样品较多，地质与采矿部门常与选矿部门共用一个化验室，化验室通常建在距选矿厂较近的地方。只有当采场距离较远、样品又较多的情况下，才考虑于采场附近单独设置化验室。

化验室的基本任务是结合生产过程中矿石性质的变化，或某一段时间矿石的不同特点，提出当前或某一时期的合理的操作条件；结合生产中出现的问题，探讨新流程、新药剂，为提高选矿指标、降低成本开展专题研究。选矿厂设计中常把技术检查站也包含在化验室内，所以化验室也分担部分技术管理任务。



1.3.2 化验工作中常用的分析方法

常用的方法有重量分析法、容量分析法、光分析法（包括光度与光谱）、电化学分析法的极谱分析法等。对综合回收金银的矿山，还有试金分析（包括火法和湿法）。各种方法的选用与元素种类及含量有关，同一元素，在含量不同时，选用方法不尽相同。化验室设计中应因地制宜，结合用户的要求选定。

1.3.3 化验室的主要仪器与设备

根据化验室具体任务及样品数量或按化验室的规模选定所需要的仪器及设备。常用的分析仪器有光电比色计、原子吸收分光光度计、极谱仪、光谱仪、天平等。常用的辅助设备有高温电炉、低温电炉（电热板、电砂浴、电炉、水浴）、管式燃烧炉（分析硫、磷、碳等易燃元素）、烘箱、蒸馏水制取器及一些非标准的台架（化验工作台、极谱台、天平台、蒸酸橱等）。

1.3.4 化验室装备

选矿化验室的装备水平必须与选矿化验室的具体任务相适应。小型化验室一般应配备矿样破碎、筛分设备；单独作业的磨矿、选别设备；过滤、脱水及烘干设备；筛分与称量、缩分工具等。大、中型化验室应配备小型试验所必需的设备和工具；全套小型连选设备。对用药物浮选而言，连选设备包括磨矿、分级、搅拌、浮选、浓缩和过滤等设备。重选连选设备包括棒磨、球磨、筛子、水力分级机、跳汰机、摇床、浓缩斗等。磁选连选设备应包括磁力脱水槽、磁选管及磁选机，其他设备与浮选化验室相同。

1.3.5 化验室的规模

化验室的规模通常随选矿厂规模、选矿方法、矿石类型的不同而改变。对于矿石性质简单易选的单金属选矿厂，不论选矿厂