

有色冶金分析

(操作规程)

重庆冶炼厂技术检验科

毛主席语录

6721/104

领导我们事业的核心力量是中国共产党。

指导我们思想的理论基础是马克思列宁主义。

在生产斗争和科学实验范围内，人类总是不断发展的，自然界也总是不断发展的，永远不会停止在一个水平上。因此，人类总得不断地总结经验，有所发现，有所发明，有所创造，有所前进。

中国人民有志气，有能力，一定要在不远的将来，赶上和超过世界先进水平。

TG1153-65

Z 71

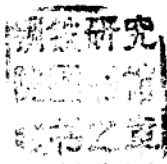
前 言

在毛主席无产阶级革命路线指引下，我国有色冶金工业正在蓬勃的发展，为了适应有色冶金工业大好形势发展的需要，遵照毛主席“要认真总结经验”的教导，我们在“鞍钢宪法”的指引下，坚持政治挂帅，发动全科职工，实行工人、干部、技术人员三结合，对我厂生产上实际应用的主要化验分析方法，进行了初步的整理，供今后工作参考。

由于我们学习马列主义、毛泽东思想不够，技术水平不高，本规程一定还会有不少错误和缺点，这需要我们在今后的实践、认识，再实践、再认识的过程中，不断的总结提高，并诚恳欢迎同志们批评指正。

重庆冶炼厂检验科

1975.9.22



203631

说 明

1. 所用试剂纯度，除特别注明者外，均为“分析纯”。
2. 试剂配制及分析操作所用之水，除特别注明者外，均为蒸馏水。

3. 方法中所载之溶液，除指明溶剂外，均为水溶液。溶液浓度百分数之表示，系指100毫升溶液中溶质的克数。溶液的浓度比例，例如“1:2”，“1:5”溶液，系指酸或任何一种溶液的体积（前者）与水的体积（后者）之比。

4. 方法中未注明浓度的试剂，如盐酸、硝酸、硫酸等，系指浓盐酸（比重1.19），浓硝酸（比重1.40），浓硫酸（比重1.84）。

5. 方法中“空白试验”一语，系指与分析试样同时进行的试验。所采用的方法及试剂用量完全与试样分析一致。

6. 重量法中“称至恒重”一语，系指先后两次烘干或灼烧后称量之差正负不超过0.3毫克。

7. 配制标准溶液或用来标定的各种纯金属，其纯度一般不得低于99.9%（个别纯度达不到者除外）。

8. 方法中所载各种标准溶液的标定，系指同时取3—5份进行滴定，结果不超过允许误差取其算术平均值。

目 录

前言

说明

第一章 铜冶金分析.....	(1)
第一节 铜原料分析.....	(1)
一 铜的测定 碘氟法.....	(1)
二 铁的测定 重铬酸钾容量法.....	(5)
三 锌的测定 EDTA 容量法.....	(8)
四 锡的测定	
次磷酸还原—碘酸钾容量法.....	(10)
五 金的测定 乙基紫比色法.....	(13)
六 银的测定	
沉淀分离—喹哪啶红比色法.....	(13)
第二节 铜冶炼炉前分析.....	(13)
一 铜的测定 碘氟法.....	(13)
二 锌的测定 EDTA 容量法.....	(14)
三 铜、锌连续测定 碘量法.....	(14)
四 锑的测定 碘化钾比色法.....	(16)
第三节 铜炉渣分析.....	(18)
一 铜的测定 碘氟法.....	(18)
二 铜、锌连续测定 碘量法.....	(18)
三 二氧化硅的测定 氟硅酸钾容量法.....	(19)

四	铁的测定	EDTA 容量法	(21)
五	铝的测定	EDTA 容量法	(24)
六	钙、镁的测定	EDTA 容量法	(25)
第四节	铜电解液分析		(28)
一	硫酸和铜的连续测定		(28)
二	铈的测定	碘化钾比色法	(30)
三	砷的测定	砷钼蓝比色法	(30)
四	铁的测定	硫氰酸钾比色法	(31)
✓ 五	镍的测定	丁二肟比色法	(32)
六	氯离子的测定	氯化银比浊法	(33)
第五节	铜阳极泥分析		(34)
一	铜的测定	碘氟法	(34)
二	铈、砷连续测定	铈盐、溴酸盐容量法	(35)
三	铅的测定	EDTA 容量法	(37)
四	金的测定	碲蓝沉淀分离—乙基紫比色法	(37)
五	银的测定	硫氰酸钾容量法	(37)
六	硒的测定	萃取分离—碘量法	(38)
七	铂、钯的测定	DDO 比色法	(38)
第六节	硫酸镍溶液分析		(38)
一	镍的测定	EDTA 容量法	(38)
二	硫酸的测定	中和法	(38)
三	铜的测定	铜试剂铅盐比色法	(38)
四	铅的测定	双硫脲比色法	(38)
五	铁的测定	硫氰酸钾比色法	(38)
六	锌的测定	双硫脲比色法	(38)

第七节 电铜分析	(38)
一 铜的测定 电解重量法	(38)
二 硫的测定 燃烧品红比色法	(42)
三 磷的测定 磷钼蓝比色法	(46)
四 锌铋锡铅锑砷镍铁的光谱测定	(47)
第二章 镍冶金分析	(50)
第一节 镍原料分析	(50)
一 镍的测定	(50)
(一) 丁二肟重量法	(50)
(二) 丁二肟沉淀分离—EDTA 容量法	(51)
二 钴的测定 二安替比林甲烷—硫氰酸铵比色法	(54)
三 铜的测定	(55)
(一) 碘氟法	(55)
(二) 新亚铜灵比色法	(55)
四 铁的测定	(56)
(一) 重铬酸钾容量法	(56)
(二) 萃取分离—硫氰酸钾比色法	(56)
五 锌的测定 双硫脲比色法	(56)
六 铅的测定 双硫脲比色法	(56)
七 硫的测定	(57)
(一) 硫酸钡重量法	(57)
(二) 燃烧—碘量法	(59)
第二节 镍炉渣分析	(62)
一 镍的测定	(62)
(一) EDTA 容量法	(62)

(二) 丁二肟直接比色法.....	(63)
二 铜、铁连续测定 碘量法.....	(65)
三 硅的测定 氟硅酸钾容量法.....	(66)
四 铁的测定 EDTA 容量法.....	(66)
五 铝的测定 EDTA 容量法.....	(66)
六 钙、镁的测定 EDTA 容量法.....	(66)
七 钴的测定 亚硝基R盐比色法.....	(67)
第三节 镍阳极板分析.....	(67)
一 镍的测定 EDTA 容量法.....	(67)
二 铜的测定.....	(67)
(一) 碘氟法.....	(67)
(二) 新亚铜灵比色法.....	(67)
三 铁的测定.....	(67)
(一) 重铬酸钾容量法.....	(67)
(二) 萃取分离—硫氰酸钾比色法.....	(67)
四 钴的测定 二安替比林甲烷—硫氰酸铵比 色法.....	(67)
五 锌的测定 双硫脲比色法.....	(67)
六 铅的测定 双硫脲比色法.....	(67)
七 硫的测定 燃烧—碘量法.....	(68)
八 碳的测定 燃烧—非水滴定法.....	(68)
✓ 第四节 镍电解液分析.....	(70)
一 酸的测定 中和法.....	(70)
二 镍的测定 EDTA 容量法.....	(72)
三 钴的测定 二安替比林甲烷—硫氰酸铵比 色法.....	(74)

四	铜的测定	(76)
	(一) 铜试剂铅盐比色法	(76)
	(二) 新亚铜灵比色法	(78)
五	铁的测定 硫氰酸钾比色法	(79)
六	铅的测定 双硫脲比色法	(81)
七	锌的测定 硫氰酸盐萃取分离—双硫脲比色法	(83)
八	氯离子的测定 容量法	(86)
九	钠离子的测定	(88)
	(一) 离子交换—中和法	(88)
	(二) 火焰光度法	(90)
十	硼酸的测定 中和法	(92)
十一	还原物的测定 容量法	(94)
第五节	净化渣分析	(97)
一	镍的测定 丁二肟沉淀分离—EDTA 容量法	(97)
二	钴的测定 电位滴定法	(97)
三	铜的测定 碘氟法	(97)
第六节	镍阳极泥分析	(97)
一	镍的测定 EDTA 容量法	(97)
二	铜的测定 碘氟法	(97)
三	铁的测定 重铬酸钾容量法	(97)
四	钴的测定 二安替比林甲烷—硫氰酸铵比色法	(98)
五	硫的测定 硫酸钡重量法	(98)
六	金铂钯的测定	(98)

第七节 电镍分析	(98)
一 硅的测定 硅钼蓝比色法	(98)
二 磷砷的测定 磷(砷)钼蓝比色法	(100)
三 硫的测定 蒸馏—比色法	(102)
四 碳的测定	(106)
(一) 燃烧—电导法	(106)
(二) 燃烧—氢氧化钡容量法	(109)
五 钴铜铁铅锌镉铝镁锰铈锡硅砷光谱测定	(113)
第三章 钴冶金分析	(116)
第一节 钴原料分析	(116)
一 钴的测定	(116)
(一) 电位滴定法	(116)
(二) 碘量法	(118)
二 镍的测定 丁二肟沉淀分离—EDTA 容量法	(121)
三 铜的测定 新亚铜灵比色法	(121)
四 铁的测定 重铬酸钾容量法	(121)
第二节 钴炉渣分析	(121)
一 钴的测定 亚硝基R 盐比色法	(121)
二 镍的测定 三氯甲烷萃取分离—丁二肟比色法	(123)
三 硅的测定 氟硅酸钾容量法	(123)
四 铁的测定 EDTA 容量法	(123)
五 铝的测定 EDTA 容量法	(123)
六 钙镁的测定 EDTA 容量法	(123)

第三节 钴阳极板分析	(124)
一 钴的测定 电位滴定法	(124)
二 镍的测定 三氯甲烷萃取分离—丁二肟比色法	(124)
三 铜的测定 新亚铜灵比色法	(126)
四 铁的测定 萃取分离—硫氰酸钾比色法	(126)
五 锌的测定 双硫脲比色法	(126)
六 碳的测定 燃烧—非水滴定法	(126)
七 硫的测定 燃烧—碘量法	(126)
第四节 钴电解液分析	(127)
一 钴的测定 EDTA 容量法	(127)
二 镍的测定 三氯甲烷萃取分离—丁二肟比色法	(128)
三 铁的测定 萃取分离—硫氰酸钾比色法	(131)
四 铜的测定	(132)
(一) 双硫脲比色法	(132)
(二) 新亚铜灵比色法	(133)
五 锌的测定 双硫脲比色法	(133)
六 酸的测定 中和法	(135)
七 氯离子的测定	(135)
八 钠离子的测定	(135)
(一) 离子交换—中和法	(135)
(二) 火焰光度法	(135)
九 还原物的测定	(135)
第五节 净化渣分析	(135)
一 钴的测定 亚硝基R 盐比色法	(135)

二 镍的测定 丁二肟比色法.....	(136)
第六节 电钴分析.....	(136)
一 铜的测定 新亚铜灵比色法.....	(136)
二 铁的测定 萃取分离—硫氰酸钾比色法...	(138)
三 锌的测定 双硫脲比色法.....	(139)
四 硅磷砷碳硫的测定.....	(141)
五 镍铜铁铅锌镉锡铝锰铋镁锑砷硅光谱 测定.....	(141)
第四章 铅冶金分析.....	(144)
第一节 粗铅及铅阳极板分析.....	(144)
一 铅的测定 EDTA 容量法.....	(144)
二 锑的测定.....	(147)
(一) 硫酸高铈容量法.....	(147)
(二) 孔雀绿比色法.....	(149)
三 铜砷铁的测定.....	(149)
第二节 铅电解液分析.....	(149)
一 氟硅酸、铅连续测定.....	(149)
二 铜的测定 新亚铜灵比色法.....	(151)
三 锑的测定 孔雀绿比色法.....	(151)
第三节 电铅分析.....	(151)
一 铁的测定 邻—二氮杂菲比色法.....	(151)
二 锑的测定 孔雀绿比色法.....	(153)
三 铜的测定 新亚铜灵比色法.....	(154)
四 砷的测定 砷钼蓝比色法.....	(154)
五 锌的测定 双硫脲比色法.....	(156)
六 锡的测定 苯茚酮比色法.....	(156)

七	铜银铋的光谱测定	(157)
八	钙镁钠的光谱测定	(158)
第五章	硒冶金分析	(161)
第一节	冶金物料中硒的测定	(161)
一	3,3'-二氨基联苯胺比色法	(161)
二	萃取分离—碘量法	(163)
三	高锰酸钾容量法	(166)
第二节	金属硒分析	(168)
一	氯的测定 氯化银比浊法	(168)
二	汞的测定 双硫脲比色法	(169)
三	硫的测定 燃烧—品红比色法	(170)
四	碲碲铈铁镍铅锡铝铋铜银锰钙铝铬镁硼镉 锌的光谱测定	(174)
第六章	贵金属冶金分析	(177)
第一节	银冶金分析	(177)
一	冶金物料中银的测定	(177)
	(一) 铜试剂铜盐比色法	(177)
	(二) 沉淀分离—喹哪啶红比色法	(179)
	(三) 沉淀分离—硫氰酸钾容量法	(181)
	(四) 硫氰酸钾快速容量法	(183)
二	银锭分析	(184)
	(一) 银的测定 定量沉淀氯化银比浊法	(184)
	(二) 金的测定 乙基紫比色法	(187)
	(三) 铜的测定 新亚铜灵比色法	(188)
第二节	金冶金分析	(189)
一	冶金物料中金的测定	(189)

(一) 乙基紫比色法.....	(189)
(二) 碲蓝沉淀分离—乙基紫比色法.....	(191)
(三) 重量法.....	(193)
二 金铤分析.....	(194)
(一) 铁的测定 邻—二硝基菲比色法.....	(194)
(二) 铜银铅铋铁铈光谱测定.....	(196)
第三节 铂钯冶金分析.....	(197)
一 冶金物料中金铂钯的测定.....	(197)
(一) 金、铂、钯的比色测定.....	(197)
(二) 金的测定 硫酸亚铁铵容量法.....	(202)
(三) 铂的测定 EDTA 容量法.....	(204)
(四) 钯的测定 EDTA 容量法.....	(207)
二 海绵铂中铂的测定 氯化铵重量法.....	(209)
三 海绵钯中钯的测定 丁二肟重量法.....	(210)
四 金属铂中杂质的光谱测定.....	(212)
五 金属钯中杂质的光谱测定.....	(214)
第七章 金属粉末分析.....	(217)
第一节 镍粉分析.....	(217)
一 磷的测定 磷钼蓝比色法.....	(217)
二 碳的测定 燃烧—电导法.....	(217)
三 硫的测定 蒸馏—比色法.....	(217)
四 铜钴铁铅锌镉铝镁锰锡铋铈砷硅的光谱测定.....	(217)
五 颗粒度的测定 显微镜法.....	(217)
六 松装比重的测定.....	(218)
第二节 铜粉分析.....	(219)

一	铜的测定	电解重量法	(219)
二	硫的测定	燃烧—比色法	(219)
三	铁镍铅锌铋铊锡砷的光谱测定		(219)
四	过筛分析		(219)
第三节 钴粉分析			(220)
一	硅的测定	硅钼蓝比色法	(220)
二	磷的测定	磷钼蓝比色法	(221)
三	碳的测定	燃烧—电导法	(221)
四	硫的测定	燃烧—比色法	(221)
五	镍铜铁铅锌镉砷铋铊锡硅铝镁的光谱测定		(221)
第四节 铅粉分析			(221)
一	铁的测定	邻一二氮杂菲比色法	(221)
二	铋的测定	孔雀绿比色法	(221)
三	砷的测定	砷钼蓝比色法	(221)
四	锡的测定	苯茚酮比色法	(221)
五	锌的测定	双硫脲比色法	(222)
六	铜的测定	新亚铜灵比色法	(222)
七	银的测定	双硫脲萃取滴定法	(222)
八	铋的测定	马钱子硷—碘化钾比色法	(224)
第五节 铬粉分析			(226)
一	锡的测定	苯茚酮比色法	(226)
二	硅的测定	硅钼蓝比色法	(227)
三	硫的测定	燃烧—比色法	(229)
四	铬粉中杂质的化学光谱测定		(229)
第六节 铁粉中杂质化学光谱测定			(234)

第七节	铋粉中杂质化学光谱测定	(235)
第八节	锡粉中杂质化学光谱测定	(236)
第九节	锑粉中杂质化学光谱测定	(236)
第十节	钨粉中杂质光谱测定	(237)
第十一节	银粉分析 银的测定 定量沉淀 氯化银比浊法	(239)
第十二节	高纯金粉中杂质化学光谱测定	(239)
第八章	其他产品分析	(241)
第一节	硫酸铜分析	(241)
一	硫酸铜的测定 碘氟法	(241)
二	游离硫酸的测定 中和法	(241)
三	水不溶物的测定	(242)
四	铁的测定 邻一二氮杂菲比色法	(242)
√第二节	硫酸镍分析	(244)
一	镍的测定 EDTA 容量法	(244)
二	水不溶物的测定	(245)
三	锌的测定 双硫脲比色法	(245)
四	铅的测定 双硫脲比色法	(245)
五	钴的测定 二安替比林甲烷—硫氰酸钾比 色法	(245)
六	铜的测定 新亚铜灵比色法	(245)
七	铁的测定 萃取分离—邻一二氮杂菲比 色法	(246)
第三节	氧化锌分析	(248)
一	水份的测定	(248)
二	氧化锌的测定 EDTA 容量法	(248)

第四节 巴比合金分析.....	(248)
一 锡的测定 碘酸钾容量法.....	(248)
二 铈的测定 溴酸钾容量法.....	(250)
三 铜的测定.....	(251)
第九章 锅炉用水及其它分析.....	(253)
第一节 锅炉用水分析.....	(253)
一 碱度的测定.....	(253)
二 硬度的测定.....	(257)
三 钙、镁、硫酸根连续测定.....	(261)
四 氯离子的测定.....	(263)
五 磷酸根的测定.....	(265)
六 磷酸三钠的测定.....	(266)
第二节 其他分析.....	(267)
一 镍溶液中铵离子的测定 甲醛法.....	(267)
二 镍溶液中硫酸根的测定 联苯胺容量法.....	(268)
三 银溶液中铵离子的测定 蒸馏法.....	(270)
第十章 辅助材料分析.....	(272)
第一节 煤焦分析.....	(272)
一 水份的测定.....	(272)
二 挥发份的测定.....	(272)
三 灰份的测定.....	(273)
四 硫的测定 艾司卡法.....	(273)
第二节 萤石分析.....	(275)
一 氟化钙的测定 EDTA 容量法.....	(275)
二 碳酸钙的测定 EDTA 容量法.....	(277)
三 二氧化硅的测定 氟硅酸钾容量法.....	(278)