

岩石矿物分析

湖南省矿产测试利用研究所



岩石矿物分析

湖南省矿产测试利用研究所

一九八八年四月

前　　言

近几年来，分析测试技术得以迅猛发展。本书是在总结我所近15年来岩石、矿物分析的新方法、新技术及其应用实践的基础上，对1972年我所编写的《矿物岩石化学分析法》一书进行了全面的补充和修改。新编写的《岩石矿物分析》主要包括：黑色、非金属岩矿分析；有色、稀有、稀散和稀土元素分析；贵金属，单矿物，物相分析；煤、水和土壤分析；化探分析；发射光谱分析和X萤光光谱分析等内容。为便于读者查阅，在本书之末尾附有分析测试中常用的各种数据及有关资料。

编写本书之主要目的是指导分析人员掌握岩矿分析的基本方法和在分析实践中应掌握的操作关键。因此，本书致力于分析方法的可行性，叙述的完整性与编排的系统性。本书可供地质、冶金、建材、煤炭和化工等部门从事分析测试的工程技术人员参考使用。

本书编委由葛维宝、黄添平、冯家积、林建甫、周太光组成。

全书编写分工：第1—4、6、17—20章由周太光编写，第5、7章由杨田知编写，第8—10章由张爱民编写，第11—12章由陈思英编写，第13—15章由王朝楷编写，第16章由黄添平编写，水质分析由罗卫国编写，煤分析由赵华德、熊晓甦编写，有色金属元素分析由杨银川、彭涛编写，稀有、稀散和稀土元素分析由叶华利编写，贵金属元素分析由李幼民编写，物相分析由沈曾明编写，化探分析由林建甫编写，土壤分析由冯家积编写，单矿物分析由向可荣、陈儒庆编写，发射光谱分析由葛维宝编写，X萤光光谱分析由张博仪编写。

本书在湖南省地质矿产局科技处蔡翠青同志主持下，由蔡翠青、秦玉、韩公亮、罗方雄、宗其勤，包贤明、周全文、唐有英、欧阳铭、沈树凡、曹介中、李永华、周太光、杨银川、葛维宝等同志进行了审定。在审稿的基础上，第1—20章和煤、水分析部份由周太光同志清稿定稿，贵金属部份由李幼民同志清稿定稿，发射光谱和X萤光光谱分析部份由葛维宝同志清稿定稿，其余部份由杨银川同志清稿定稿，全书由葛维宝、周太光、杨银川统稿，本书插图由吴珑同志描绘。

本书编写前后经历了约一年的时间。在编写过程中，得到了湖南省地质矿产局的领导、科技处、计财处、实管处的关怀和支持，得到了省局系统各野外队和本所化学分析技术人员的关心和支持，谨此向编写人员和以上所有同志表示衷心的感谢。

由于编者水平有限，调研工作做得不多，书中缺点、错误之处，恳请读者批评指正。

湖南省矿产测试利用研究所
一九八八年四月

说 明

为减少本书编写的重复和繁琐，提出以下几点说明：

1. 分析试样的粒度要求，除特殊规定外，一般须通过150—160目筛。
2. 对常量分析或易吸水的样品，除特殊指出者外，在称样前须于105—110℃烘干2—3小时，并在无干燥剂的干燥器中冷却之。
3. 分析所用的水，均指一次蒸馏水或去离子水。“用水定容”一词是指在容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。
4. 分析所用试剂，除特殊注明规格者外，均为分析纯。分析方法中的试剂配制，未包括该方法所需用的全部试剂，即省略了不经配制的液体试剂和单一的固体试剂，以及配制简单的试剂，如1:1盐酸，5%碳酸钠溶液。
5. 方法中所载的溶液，除指明溶剂外，均为水溶液。溶液的百分浓度，如溶质为固体，系指100毫升溶液中所含溶质的克数，如果是液体系指100毫升溶液中所含液体试剂的毫升数。以比例表示浓度者，如“1:1”、“1:4”……等，系指任一液体试剂的体积（前项）与水的体积（后项）之比。
6. 方法中未注明浓度的试剂，如盐酸、硫酸、硝酸、过氧化氢、氨水等，系指浓盐酸（比重1.19）、浓硫酸（比重1.84）、浓硝酸（比重1.40）、浓过氧化氢（含量30%）、浓氨水（比重0.90）。
7. 方法中“空白试验”一语，系指与试样分析同时进行的试验，且与试样分析所采用的方法、操作步骤及试剂用量完全一致。
8. 重量法中的“恒重”一语，系指前后两次烘干或灼烧后称重之差正负不超过0.3—0.4毫克。
9. 比色法、火焰光度法、原子吸收分光光度法在测量过程中，除注明以水作参比外，一般是指用空白溶液作参比。
10. 计算公式除本书注明外，一般按下列公式计算：

$$(1) \text{ 重量法: } Me \% = \frac{G_2 - G_1}{G} \times 100$$

$$(2) \text{ 容量法: } Me \% = \frac{N \times V \times K}{G} \times 100$$

$$= \frac{T \times V}{G} \times 100$$

$$(3) \text{ 比色法: } Me \% = \frac{\mu g}{G} \times \frac{A}{B} \times 10^{-4}$$

(4) 原子吸收分光光度法、火焰光度法、极谱法可参照比色法计算公式，注意单位换算。

(5) 水样分析中容量法:

$$M_e \text{ 毫克/公升} = \frac{N \times V \times K}{V_1}$$

$$= \frac{N \times T}{V_1}$$

水样分析中比色法、极谱法、原子吸收分光光度法:

$$M_e \text{ 毫克/公升} = \frac{\mu g}{V_1}$$

式中: $M_e \%$ —— 被测物质的百分含量; G_2 —— 沉淀加坩埚重 (克); G_1 —— 空坩埚重 (克); G —— 称样重量 (克); T —— 标准溶液对被测物质的滴定度 (克/毫升); V —— 滴定时消耗标准溶液的毫升数; N —— 滴定用标准溶液的当量浓度; K —— 被测物质的克当量数; μg —— 由标准曲线查得或目视比色测得被测物质的量 (微克); A —— 试样溶液的总体积 (毫升); B —— 分取试液的体积 (毫升); V_1 —— 测定所取水样的毫升数。

$$M_e \text{ 毫克/公升} = \frac{C \times V}{C_0 \times 100} \times 100 \quad (1)$$

$$M_e \text{ 毫克/公升} = \frac{N \times A \times B}{C_0 \times 100} \times 100 \quad (2)$$

$$M_e \text{ 毫克/公升} = \frac{0.01 \times V \times T}{C_0} \quad (3)$$

$$M_e \text{ 毫克/公升} = \frac{A}{C} \times \frac{B}{10^{-3}} \times 10^3 \quad (4)$$

立单管主。友公襄长去曾由照零回断断续，去向来微火，去到承承食效要干重 (4)

征订《岩矿分析》一书启事

我研究中心在总结近十五年来有关岩石、矿物测试经验的基础上，对1972年版《岩石、矿物分析》一书进行了全面的补充和修改。新编的“岩矿分析”一书约一百万字，主要内容包括：黑色、非金属分析，有色金属分析，稀有、稀土及稀散元素分析，贵金属分析，单矿物分析，物相分析，煤质分析，水质分析，土壤分析，化探分析，发射光谱和X萤光光谱分析等内容，还附有岩矿分析之质量管理制度和各种精矿的含量要求、等级及有害成份的最高允许量等参考数据表。编写本书主要出发点在于实用，特别对分析实践中应注意的关键技巧，均进行了详细说明。本书适用于科研和生产单位从事实际分析测试工作的工程技术人员参考使用。目前已完成了全部编写和审定工作，估计于1988年一季度末将铅印完毕，每册工本费15元。需要者可向我研究中心图书资料室聂克文同志联系。

我中心银行帐号：长沙市建行三支行 帐号：215378009

我中心通讯地址：长沙市南大路84号

致
礼！

湖南省地质实验研究中心

一九八七年十一月 日

目 录

第一章 硅酸盐岩石分析	1—53
第一节 二氧化硅的测定	2
(一) 动物胶凝聚重量法	2
(二) 聚氧化乙稀凝聚重量法	3
(三) 氟硅酸钾容量法	4
(四) 分离硅后, 溶液中二氧化硅的比色校正	7
(五) 氢氟酸差减重量法	7
第二节 氧化铝的测定	8
(一) 酸碱滴定容量法	8
(二) 氟化钾-EDTA容量法	11
(三) 铁铝连测EDTA容量法	13
(四) 比色法	14
(五) 单独取样测定铝	14
第三节 三氧化二铁的测定	14
(一) 磺基水杨酸比色法	14
(二) EDTA容量法	15
(三) 重铬酸钾容量法	16
(四) 原子吸收分光光度法	17
第四节 二氧化钛的测定	18
(一) 过氧化氢比色法	18
(二) 二安替比林甲烷比色法	20
(三) 变色酸比色法	20
(四) 单独取样测定钛	21
第五节 氧化钙、氧化镁的测定	21
(一) EGTA-DCYTA容量法	22
(二) EDTA容量法	24
(三) 分离二三氧化物后钙镁的测定	26
(四) 单取样分析溶液的制备	27
(五) 原子吸收分光光度法	28
(六) 交流示波极谱滴定法	29
第六节 氧化锰的测定	31
(一) 过碘酸钾比色法	31
(二) 亚砷酸盐容量法	32
(三) 原子吸收分光光度法	33

第七节 磷的测定	34
(一) 磷钼黄比色法	34
(二) 锡盐钼兰比色法	36
(三) 过程中测定	38
第八节 硫的测定	38
(一) 燃烧法	38
(二) 碳酸钠—氧化锌半熔重量法	41
(三) 过氧化钠—碳酸钠全熔重量法	42
(四) 硫酸盐硫的测定	42
第九节 氧化亚铁的测定	43
(一) 氢氟酸—硫酸分解法	43
(二) 含有硫化物和高价锰时亚铁测定法	44
(三) 含大量有机物时的亚铁测定法	45
第十节 钾、钠的测定	45
(一) 火焰光度法	45
(二) 原子吸收分光光度法	46
第十一节 氧化钡的测定	48
第十二节 氯的测定	48
第十三节 氟的测定	49
第十四节 吸附水 (H_2O^-) 的测定	49
第十五节 化合水 (H_2O^+) 的测定	49
(一) 平菲尔特双球管灼烧法	50
(二) 直接吸收重量法	51
第十六节 灼失量的测定	52
第十七节 二氧化碳的测定	53
第二章 石英岩分析	54—58
第一节 石英岩系统分析流程	54
第二节 二氧化硅的测定	55
(一) 氢氟酸直接处理法	55
(二) 动物胶或聚氧化乙稀凝聚重量法	55
第三节 三氧化二铁的测定	56
(一) 碘基水杨酸比色法	56
(二) 邻菲罗林比色法	56
第四节 三氧化二铝的测定	57
第五节 氧化钙、氧化镁的测定	57
第六节 三氧化二铬的测定	57
第七节 其他项目的测定	58
第三章 超基性岩石分析	59—66

第一节	试样的分解	59
(一)	碱熔分解法	59
(二)	酸分解法	60
第二节	化合水的测定	60
第三节	超基性岩的系统分析	62
第四节	二氧化硅的测定	63
第五节	氧化铝的测定	64
(一)	酸碱中和容量法	64
(二)	过氧化钠分离铬—EDTA容量法	64
(三)	埃利罗普比色法	65
第六节	铁、钛、磷的测定	66
第七节	钙、镁、锰的测定	66
第四章	粘土质岩石分析	67—68
第五章	铝土矿分析	69—72
第一节	二氧化硅的测定	70
第二节	氧化铝的测定	70
(一)	单独取样分离铁钛 EDTA 法	70
(二)	酸碱滴定容量法	71
(三)	氟化 钾—EDTA容量 法	71
第三节	其他项目的测定	72
第六章	云母和石棉分析	73
第七章	碳酸盐岩石分析	74—85
第一节	酸不溶物的测定	74
第二节	二氧化硅的测定	75
(一)	动物胶凝聚重量法	75
(二)	钼蓝比色法	75
(三)	游离石英的测定	77
第三节	三氧化二铁的测定	77
第四节	二氧化钛的测定	77
第五节	氧化铝的测定	77
(一)	铝试剂比色法	77
(二)	铬天青 S 比 色 法	79
(三)	EDTA容量法	80
第六节	氧化钙、氧化镁的测定	80
(一)	钙镁分析溶液的制备	80
(二)	EGTA—DCy TA容量法	80
(三)	EDTA 容 量 法	83
第七节	磷的测定	84

第八节 其他项目的测定	85
第八章 磷及磷灰石分析	86—113
第一节 五氧化二磷的测定	87
(一) 磷钼酸铵容量法	87
(二) 磷钼酸喹啉容量法	90
(三) 焦磷酸镁重量法	91
第二节 有效磷的测定	93
(一) 2% 柠檬酸提取—磷钼酸铵容量法	93
(二) 中性柠檬酸铵提取—磷钼酸比色法	93
第三节 酸不溶物的测定	95
第四节 二氧化硅的测定	95
(一) 三氯化铝—动物胶凝聚重量法	95
(二) 硼酸—动物胶凝聚重量法	96
(三) 硅氟酸钾容量法	97
第五节 铁、铝、钛、钙、镁分析溶液的制备	97
(一) “全量”组份分析溶液的制备	97
(二) 酸溶组份分析溶液的制备	98
第六节 三氧化二铁的测定	98
(一) 碘基水杨酸比色法	98
(二) 重铬酸钾容量法	98
第七节 氧化铝的测定	99
(一) 分离氧化钙后氟化钾—EDTA容量法	99
(二) 不分离氧化钙的氟化钾—EDTA容量法	99
第八节 氧化钙、氧化镁的测定	100
(一) 络合滴定法	101
(二) 单取样分析溶液的制备	102
(三) 达旦黄比色法测定氧化镁	103
(四) 高锰酸钾容量法测定氧化钙	104
第九节 氯的测定	106
(一) 比浊法	106
(二) 硫氰酸钾容量法	107
第十节 二氧化碳的测定	107
(一) 重量法	107
(二) 非水滴定法	109
(三) 气量法	111
第十一节 非碳酸盐碳的测定	112
第十二节 锰的测定	113
第十三节 其他项目的测定	113

第九章 滑石分析	114—117
第一节 二氧化硅的测定	114
第二节 氧化铝的测定	114
第三节 三氧化二铁的测定	115
第四节 氧化钙、氧化镁的测定	115
第五节 酸不溶物的测定	115
第六节 滑石含量的测定	115
(一) 差减法	116
(二) 直接测定法	116
第七节 灼失量的测定	117
第十章 重晶石分析	118—125
第一节 硫酸钡的测定	118
(一) 碳酸钠熔融重量法	118
(二) 碳酸钠—过氧化钠熔融重量法	119
(三) 铬酸钡容量法	119
第二节 氧化钡的测定	119
(一) 硫酸钡重量法	119
(二) 铬酸钡容量法	120
第三节 三氧化硫的测定	121
第四节 水溶盐的测定	122
第五节 以氢氟酸处理重量法测定二氧化硅的系统分析法	122
(一) 二氧化硅和硫酸钡的连续测定	122
(二) 二三氧化物的分离及铁铝钛钙镁的测定	123
第六节 以容量法或比色法测定二氧化硅的系统分析法	123
(一) 分析溶液的制备及硅的测定	123
(二) 铁铝钙镁的测定	124
第七节 一次取样测定氧化钡、三氧化硫及硅的系统分析法	124
第八节 其他项目的测定	125
第十一章 萤石分析	126—131
第一节 氟化钙的测定	126
(一) EDTA容量法	126
(二) 高锰酸钾法	128
第二节 碳酸钙的测定	128
第三节 二氧化硅的测定	129
(一) 氢氟酸直接处理法	129
(二) 三氯化铝—动物胶凝聚重量法	130
(三) 硼酸熔融重量法	130
(四) 钨蓝比色法	130

第四节 铁、铝、钛的测定	131
第十二章 硼矿分析	132—137
第一节 硼的测定	133
(一) 酸碱中和容量法	133
(二) 亚氨基钾烷-H酸比色法	135
第二节 二氧化硅的测定	136
(一) 甲醇除硼—动物胶凝聚重量法	136
(二) 盐酸溶矿—动物胶凝聚重量法	137
第三节 铁、铝、钛、钾、钠的测定	137
第四节 钙、镁的测定	137
第五节 二氧化碳的测定	137
第六节 水份的测定	137
第七节 灼失量的测定	137
第十三章 岩盐和芒硝分析	138—155
第一节 化合水的测定	139
第二节 水不溶物的测定	139
第三节 硫酸根的测定	140
第四节 氯的测定	140
(一) 电位滴定法	140
(二) 硝酸银容量法	141
(三) 硫氰酸钾容量法	142
(四) 硝酸汞容量法	144
第五节 溴的测定	145
(一) 品红比色法	145
(二) 溴酸盐容量法	145
第六节 碘的测定	147
第七节 硼的测定	148
(一) 镉试剂Ⅲ比色法	148
(二) 甲亚胺-H酸—劳氏青莲比色法	149
第八节 钙镁的测定	150
第九节 钾钠的测定	150
第十节 钠的差减计算法	150
第十一节 碳酸根、重碳酸根的测定	151
第十二节 钙芒硝及含石膏的岩盐分析	151
第十三节 岩盐和芒硝中各种化合物百分含量的计算	152
(一) 岩盐中化合物的换算方法	152
(二) 芒硝(钙芒硝)中化合物的换算方法	154
第十四章 石膏分析	156—160

第一节 吸附水 (H_2O^-) 的测定	157
第二节 结晶水 (H_2O^+) 的测定	157
第三节 酸不溶物的测定	158
第四节 三氧化硫的测定	158
第五节 二氧化硅的测定	159
第六节 钙镁的测定	159
第七节 其他项目的测定	159
第八节 石膏的计算	160
第十五章 明矾石分析	161—164
第一节 总硫量的测定	161
第二节 硫酸盐硫的测定	162
第三节 硫化物硫的测定	163
第四节 化合水的测定	163
第五节 灼烧减量的测定	163
第六节 其他项目的测定	164
第十六章 铁矿石分析	165—175
第一节 全铁的测定	166
(一) 试样的分解	166
(二) 氯化亚锡还原—重铬酸钾容量法	167
(三) 三氯化钛还原—重铬酸钾容量法	168
(四) 银柱还原—重铬酸钾容量法	170
(五) 系统分析过程中铁的测定	171
第二节 可溶铁的测定	171
第三节 亚铁的测定	172
(一) 二氧化碳气体保护容量法	172
(二) 氢氟酸—硫酸分解样品容量法	173
第四节 三氧化二铁的测定	173
第五节 金属铁的测定	174
第六节 锰的测定	175
第七节 其他项目的测定	175
第十七章 锰矿分析	176—192
第一节 锰的测定	177
(一) 过硫酸铵—硫酸亚铁铵容量法	177
(二) 高氯酸—硫酸亚铁铵容量法	179
(三) 硝酸铵—硫酸亚铁铵容量法	180
(四) 电位滴定法	181
第二节 二氧化锰(有效氧)的测定	182
(一) 草酸钠溶液浸取法	182

(二) 硫酸亚铁铵溶液浸取法	183
第三节 一氧化锰的测定	184
第四节 二氧化硅的测定	185
(一) 硅氟酸钾容量法	185
(二) 动物胶凝聚重量法	185
(三) 硫酸脱水重量法	185
第五节 氧化铝的测定	186
(一) 氯酸钾除锰—酸碱滴定容量法	186
(二) 六次甲基四胺分离锰—氯化钾—EDTA法	186
(三) 铬天青S比色法	186
第六节 钙镁的测定	187
(一) 直接掩蔽络合滴定法	187
(二) 氯酸钾分离锰后络合滴定法	188
(三) 分离铁铝后的络合滴定法	189
(四) 铜试剂分离锰—EDTA连续滴定法	190
第七节 氧化钡的测定	190
第八节 灼失量的测定	191
第九节 其他项目的测定	192
第十八章 钽及钛铁矿分析	193—200
第一节 二氧化钛的测定	193
(一) 锌片还原—硫酸高铁铵容量法	194
(二) 过氧化氢比色法	196
(三) 二氧化钛和全铁的连续测定	197
第二节 二氧化硅的测定	198
第三节 氧化铝的测定	199
第四节 钙、镁的测定	200
第十九章 硫铁矿分析	201—214
第一节 硫的测定	201
(一) 燃烧法	201
(二) 过氧化钠重量法	204
(三) 碳酸钠—高锰酸钾半熔重量法	205
第二节 有效硫的测定	206
第三节 氟的测定	208
(一) 热解—茜素络合剂比色法	208
(二) 硅氟酸蒸馏—茜素络合剂比色法	212
(三) 离子选择电极法	213
第四节 铁的测定	214
第二十章 多金属矿石分析	215—224

第一节	二氧化硅的测定	215
第二节	系统分析溶液的制备	216
第三节	氧化铝的测定	216
第四节	铁的测定	217
第五节	二氧化钛的测定	217
(一)	二安替比林甲烷比色法	217
(二)	过氧化氢比色法	218
第六节	钙、镁的测定	218
第七节	锰的测定	219
第八节	氧化钡的测定	220
第九节	氟化钙的测定	221
	硫化氢分离重金属—高锰酸钾容量法	221
第十节	硫的测定	222
第十一节	磷的测定	223
第十二节	氟的测定	223
	热解分离—钍盐滴定法	223
第十三节	其他项目的测定	224
第十四节	汞矿石分析	224
第二十一章	有色金属分析	225—312
第一节	铜的测定	225
(一)	氨性底液极谱法	225
(二)	碘量法	226
(三)	碘氟法	227
(四)	铜的原子吸收水相直接测定	228
(五)	铜的萃取原子吸收测定	229
第二节	锌的测定	230
(一)	氨性底液极谱法	230
(二)	铜、锌碘量法连续测定	230
(三)	EDTA容量法	233
(四)	锌的原子吸收测定	234
第三节	铅的测定	235
(一)	乙酸钠—盐酸—碘化钾催化极谱测定	235
(二)	盐酸底液极谱法	236
(三)	EDTA容量法	237
(四)	铅的原子吸收水相直接测定	238
(五)	铅的萃取原子吸收测定	239
第四节	锡的测定	239
(一)	盐酸—四苯砷氯盐酸盐极谱法	239

(二) 茜茜铜比色法	241
(三) 铁粉还原碘量法	242
第五节 钨的测定	244
(一) 硫酸—苦杏仁酸—辛可宁—氯酸钾底液中，催化极谱测定钨与钼	244
(二) 硫氰酸盐比色法	245
(三) 硫氰酸盐差示分光光度法	246
(四) 盐酸底液极谱法	247
(五) 钨酸铵重量法	248
第六节 钼的测定	249
(一) 硫酸—苦杏仁酸—氯酸钾体系催化示波极谱测定	249
(二) 钨精矿中钼的直接催化示波极谱测定	249
(三) 硫氰酸盐比色法	250
(四) 铜离子接触—硫氰酸盐比色法	251
(五) EDTA差示比色法	252
(六) 硝酸钠—柠檬酸—柠檬酸铵体系中示波极谱测定	253
(七) 钼酸铅重量法	254
第七节 锰的测定	256
(一) 硫脲比色法	256
(二) EDTA容量法	257
(三) 乙酸—硫酸—盐酸底液极谱法	258
(四) 乳酸—EDTA—乙酸钠底液极谱法	259
(五) 氢氧化钠—PAR—甘露醇底液极谱法	260
(六) 氢化物原子荧光连续测定锑、铋	261
(七) 锗的原子吸收水相直接测定法	262
(八) 酒石酸钾钠掩蔽、DDTC—MIBK铋的萃取原子吸收测定	263
(九) 锗的萃取石墨炉原子吸收测定	263
第八节 砷的测定	265
(一) 萃取分离钼蓝比色法	265
(二) 萃取分离碘量法	266
(三) 快速碘量法	268
(四) 氢氧化钾底液示波极谱法	269
(五) 氢化物原子荧光测定	270
(六) 石墨炉原子吸收测定	270
第九节 镉的测定	272
(一) 氨性底液极谱法	272
(二) 萃取分离氨性底液极谱法	272
(三) 盐酸—碘化钾—四乙基碘化铵底液催化示波极谱法	273
(四) 镉的原子吸收水相直接测定	274