

矿石及有色冶金分析

湖南冶金研究所编

湖南省科技情报研究所

矿石及有色冶金分析

(内部资料)

湖南冶金研究所编

湖南省科技情报研究所

一九七五年十二月

毛主席语录

一个正确的认识，往往需要经过由物质到精神，由精神到物质，即由实践到认识，由认识到实践这样多次的反复，才能够完成。这就是马克思主义的认识论，就是辩证唯物论的认识论。

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。

抓革命，促生产，促工作，促战备。

前 言

在“工业学大庆”的群众运动中，为适应冶金工业发展的需要，遵照毛主席关于“**要认真总结经验**”的教导，发动群众，对我们历年来选矿和有色冶金分析使用的方法进行了总结，并吸取了有关单位的一些宝贵经验，综合整理，汇编成册，供内部使用和参考。但有些方法，生产实践时间还不长，难免存在不够完善之处，希望共同遵循毛主席关于“**实践，认识，再实践，再认识**”的教导，不断总结新的经验，以便进一步改进、充实提高。

由于编写水平低，经验少，不妥之处，欢迎批评指正。

编 者

一九七五年十二月

说 明

1. 分析试样的粒度要求,除特殊规定者外,一般须通过200筛目。

2. 分析试样除有特殊要求者外,称取试样前须于105~110℃的烘箱中烘干2小时,并在干燥器中冷却之。

3. 除特别注明者外,所用试剂均为“分析纯”。所用水,除纯物质分析用一次蒸馏水再经石英蒸馏器两次蒸馏或离子交换处理后,其它均为一次蒸馏水。

4. 除注明者外,所说溶液均为水溶液。溶液的百分浓度除按配制方法另有指明者外,溶质为固体者,是指100毫升溶液中所含溶质的克数。液体试剂配成的溶液,是指100毫升溶液中液体试剂的毫升数。用“1:1”,“1:3”,“2:1”等表示浓度的溶液,其前项系指酸或任何一种溶液,或任何一种液体试剂的体积,后项是指水的体积。

5. 未注明浓度的试剂均指浓试剂,如盐酸系指浓盐酸(比重1.19)。

6. 写明“参见……法”,“参照……法”,“按照……法”,“同……法”等,若未注明章节者,该法均在本章本节内,如为“参见(一)法”,则指本方法中的“(一)”法。

7. 极谱法中各种金属离子的半波电位或峰电位,除特殊指

明者外，均系对饱和甘汞电极而言。

8. 极谱法如指出“按直接比较法计算结果”者，均是指将标准与试样所得波高进行直接比较，而求出试样中待测元素的百分含量，计算公式如下：

$$\text{试样中待测元素}\% = \frac{h_x \times S_x}{F \times G} \times 100\%$$

$$F = \left(\frac{h_1 \times S_1}{W_1} + \frac{h_2 \times S_2}{W_2} + \dots + \frac{h_n \times S_n}{W_n} \right) \times \frac{1}{n}$$

式中 h_x, h_1, h_2, h_n 一分别为试样，标准₁，标准₂，标准_n的波高（毫米）；

S_x, S_1, S_2, S_n 一分别为试样，标准₁，标准₂，标准_n测量波高时的灵敏度；

W_1, W_2, W_n 一分别为标准₁，标准₂，标准_n中待测元素含量（克）；

G 一称取试样重量（克）；

n 一表示用于比较的含量不同的标准溶液的个数。

9. 比色法中计算结果的公式为：

$$\text{试样中待测元素}\% = \frac{W \times 10^{-6}}{G} \times 100\%$$

式中 W 一测定溶液中测得待测元素的微克数；

G 一测定溶液中所含试样重量（克）。

10. 方法中“空白试验”，系指与试样分析同时进行的试验，其步骤及试剂用量和试样分析完全一致。

目 录

第一章 矿石中常见元素分析	(1)
第一节 铜的测定	(1)
一、硫代硫酸钠容量法	(1)
(一)氟氢化铵法	(1)
(二)氨水分离法	(5)
二、吡啶硫氰化物比色法	(8)
三、铜试剂铅比色法	(10)
四、氨性底液极谱法	(13)
(一)常量法	(13)
(二)快速法	(15)
第二节 铅的测定	(17)
一、EDTA容量法	(17)
(一)硫酸铅沉淀分离法	(17)
(二)铋盐返滴法	(20)
(三)氟化钠—硫脲—亚铁氰化钾掩蔽法	(23)
二、盐酸底液极谱法	(25)
(一)常量法	(27)
(二)快速法	(29)
(三)氨水分离钼法	(30)
三、抗坏血酸底液极谱法	(32)
四、醋酸钠—盐酸—吡啶底液示波极谱法	(34)
(铜、铅、镉、镍、锌连续测定)	(34)

第三节 锌的测定	(37)
一、EDTA容量法	(37)
(一)氨水分离(I)法	(37)
(二)氨水分离(II)法(铜、锌连续测定)	(40)
(三)阴离子交换分离法(铅、锌连续测定)	(43)
(四)氟化钾—硫氰酸钾掩蔽快速法	(49)
二、氨性底液极谱法	(53)
(一)常量法	(53)
(二)快速法	(55)
(三)溴水除锰法	(56)
(四)氨三乙酸掩蔽锰法	(57)
(五)铁、铅置换除铜法	(59)
(六)阴离子交换分离法(锌、镉连续测定)	(62)
三、萃取分离—示波极谱法(铜、镉、镍、锌连续测定)	(64)
第四节 镉的测定	(67)
氨性底液极谱法	(67)
一、常量法	(67)
二、快速法	(69)
第五节 镍的测定	(70)
一、丁二酮肟重量法	(70)
二、EDTA容量法	(73)
三、丁二酮肟比色法	(76)
四、氨性底液极谱法	(78)
(一)常量法	(78)
(二)快速法	(81)
(三)铁、铅置换除铜法	(82)

五、吡啶—氯化吡啶底液极谱法	(83)
第六节 钴的测定	(85)
一、电位滴定法	(85)
二、亚硝基红盐比色法	(90)
第七节 锡的测定	(93)
一、铝片还原碘量法	(93)
(一)碱熔直接测定法	(94)
(二)焙烧—铁粉置换法	(98)
(三)酸溶—辛可宁沉淀法	(100)
(四)焦硫酸钾熔融—铍载法	(103)
二、桑色素比色法	(104)
三、硫酸—氯化钠底液极谱法	(107)
四、钒(Ⅴ)—盐酸—氯化钠底液催化示波极谱法	(109)
第八节 铈的测定	(113)
一、硫酸铈容量法	(113)
二、硫酸铈—溴酸钾容量法 (砷、铈连续测定)	(115)
第九节 钨的测定	(116)
一、辛可宁重量法	(116)
二、钨酸铵重量法	(120)
三、硫氰酸盐差示比色法	(123)
四、硫氰酸盐比色法	(126)
(一)碱熔直接测定法	(126)
(二)环己烷—醋酸丁酯萃取 (Ⅰ)法	(131)
(三)环己烷—醋酸丁酯萃取 (Ⅱ)法	(132)
(四)EDTA浸取法	(135)
第十节 钼的测定	(137)

一、钼酸铅重量法	(137)
二、硫酸胛—钼酸铵快速容量法	(141)
三、硫氰酸盐比色法	(147)
第十一节 铋的测定	(151)
一、EDTA容量法	(151)
(一)酸溶直接测定法	(151)
(二)酸溶—氨水分离法	(155)
二、硫脲比色法	(157)
三、碘化钾—硫脲比色法	(160)
第十二节 铁的测定	(164)
一、二氯化锡—重铬酸钾容量法	(164)
(一)酸溶直接滴定法	(164)
(二)酸溶—氨水分离法	(167)
(三)碱熔—水浸分离法	(168)
二、二氯化锡、三氯化钛—重铬酸钾容量法	(170)
三、磺基水杨酸比色法	(173)
第十三节 铝的测定	(175)
氟盐置换—EDTA容量法	(175)
第十四节 钛的测定	(181)
一、铝片还原—硫酸高铁铵容量法	(181)
二、二安替比林甲烷比色法	(185)
三、钽试剂比色法	(187)
第十五节 铬的测定	(189)
一、硫酸亚铁铵容量法	(189)
二、硫酸亚铁铵—高锰酸钾容量法	(192)
三、二苯碳酰二胛比色法	(194)

第十六节 钒的测定	(196)
一、硫酸亚铁铵容量法	(196)
二、磷—钨—钼酸比色法	(200)
第十七节 锰的测定	(202)
一、过硫酸铵—硫酸亚铁铵容量法	(202)
二、高锰酸盐比色法	(206)
(一)煮沸显色法	(206)
(二)室温显色法	(208)
第十八节 汞的测定	(210)
一、硫氰酸盐容量法	(210)
二、铜试剂 (DDTC) 容量法	(214)
第十九节 钙、镁的测定	(217)
一、EDTA容量法	(217)
(一)氢氧化铵—氯化铵分离法	(218)
(二)六次甲基四胺—铜试剂分离法	(222)
二、EGTA—CyDTA容量法	(223)
三、原子吸收分光光度测钙法	(225)
四、原子吸收分光光度测镁法	(228)
第二十节 钾和钠的测定	(229)
火焰光度法	(229)
第二十一节 砷的测定	(232)
一、卑磷酸盐容量法	(232)
二、溴酸钾容量法	(235)
(一)蒸馏分离法	(235)
(二)萃取分离法	(239)
三、卑磷酸盐比浊法	(241)

四、萃取分离—钼兰比色法	(243)
第二十二节 磷的测定	(245)
一、磷钼酸喹啉沉淀—酸碱容量法	(245)
二、磷—钼—钒酸比色法	(249)
第二十三节 硅的测定	(253)
一、盐酸脱水重量法	(253)
二、动物胶凝聚重量法	(256)
三、硅钼黄比色法	(257)
(一)直接比色法	(257)
(二)硼酸掩蔽氟法	(259)
四、硅钼兰比色法	(261)
(一)硅钼兰分光光度法	(261)
(二)硅钼兰差示分光光度法	(263)
第二十四节 硫的测定	(267)
一、硫酸钡重量法	(267)
二、燃烧—碘量法	(272)
(一)燃烧—碘液法	(272)
(二)燃烧—碘酸钾法	(278)
第二十五节 总碳量的测定	(279)
非水溶液酸碱容量法	(279)
第二十六节 氟的测定	(284)
一、硝酸钍容量法	(284)
二、二甲酚橙锆比色法	(289)
三、氟离子选择电极法	(291)
第二十七节 氟化钙的测定	(296)
一、EDTA容量法	(296)

二、氟离子选择电极法	(296)
第二章 矿石中稀有、稀散元素分析	(297)
第一节 锂的测定	(297)
火焰光度法	(297)
第二节 铷、铯的测定	(299)
火焰分光光度法	(299)
第三节 铍的测定	(301)
一、磷酸盐重量法	(301)
二、乙酰丙酮铍分离重量法	(304)
三、莫林比色法	(307)
四、铍试剂Ⅲ比色法	(309)
(一) 钛盐作载体—磷酸铵铍沉淀分离法	(310)
(二) 萃取乙酰丙酮铍分离法	(313)
五、铍试剂Ⅰ比色法	(314)
第四节 铌、钽的测定	(317)
一、纸上色层分离重量法	(317)
二、纸上色层分离比色法	(320)
(一) 铌—硫氰酸盐法	(321)
(二) 铌—PAR 法	(324)
(三) 钽—丁基罗丹明 B 法	(326)
(四) 钽—焦性没食子酸法	(328)
第五节 锆 (铪) 的测定	(329)
一、苦杏仁酸重量法	(329)
二、茜素磺酸钠比色法	(332)
第六节 铀的测定	(335)

一、钒酸铵容量法	(335)
(一)连二亚硫酸钠还原法	(335)
(二)硫酸亚铁铵还原法	(340)
二、偶氮胂Ⅱ比色法	(343)
三、萤光比色法	(346)
第七节 镱的测定	(348)
丁基罗丹明 B 比色法	(348)
一、苯—乙醚萃取法	(348)
二、甲苯—甲基异丁酮萃取法	(351)
三、氯苯—异丙醚萃取法	(353)
第八节 铟的测定	(355)
盐酸底液示波极谱法	(355)
第九节 铊的测定	(359)
一、结晶紫比色法	(359)
二、醋酸—醋酸铵—EDTA底液极谱法	(362)
(一)乙醚萃取分离法	(362)
(二)双硫脲—氯仿萃取分离法	(365)
三、醋酸铵底液示波极谱法 (铟、铊连续测定)	(367)
第十节 铋的测定	(370)
一、碘酸钾容量法	(370)
二、苯茚酮比色法	(372)
第十一节 硒和碲的测定	(376)
一、氧化锌—碳酸钠半熔, 硒试剂测硒比色法	(377)
二、酸溶—硒试剂测硒, 丁基罗丹明 B 测碲比色法	(380)

第三章 贵金属分析	(385)
第一节 矿石中金、银的火试金重量法测定	(385)
第二节 粗金锭中金的火试金重量法测定	(399)
第三节 氰化液中金的火试金重量法测定	(401)
一、离子交换分离法	(401)
二、滤纸还原吸附法	(403)
第四节 碲化钠浸铋液中金的孔雀绿比色法测定	(405)
第五节 矿石中金、铂、钯连续比色测定	(408)
第六节 矿石中银的二乙氨基二硫代甲酸铜比色法测定	(414)
第四章 矿石物相分析	(420)
第一节 铜	(420)
第二节 铅	(424)
第三节 锌	(426)
第四节 镍	(430)
一、硫酸镍的单独测定	(430)
二、镍硫化物与硫酸镍含量及镍硅酸盐的分别测定	(431)
第五节 锡	(433)
第六节 锑	(435)
第七节 钨	(438)
一、钨华的单独测定	(439)
二、黑钨矿与白钨矿的分别测定	(439)
第八节 钼	(440)
第九节 铋	(442)
第十节 铁	(444)

一、褐铁矿的单独测定（差热分析法）.....	(445)
二、磁铁矿、菱铁矿、铁绿泥石及赤铁矿的分别测定	(448)
第十一节 钙	(451)
第十二节 硫	(453)
第五章 高纯金属分析	(457)
第一节 铜	(457)
一、铈的测定	(457)
孔雀绿比色法	(457)
二、砷的测定	(460)
古蔡氏法	(460)
三、硅的测定	(463)
硅钼兰比色法	(463)
四、银的测定	(464)
双硫脲比色法	(464)
五、铁、铅、镁、锌、锰、锡、镍、铋的测定	(466)
光谱定量分析法	(466)
第二节 铅	(466)
一、铜的测定	(466)
铜试剂比色法	(466)
二、铈的测定	(468)
孔雀绿比色法	(468)
三、砷的测定	(469)
古蔡氏法	(469)
四、钴、镍、锌、银、铜、镉、铟、铝、铋、锰、 镁、铬、锡、铁的测定.....	(470)

光谱定量分析法.....	(470)
第三节 铋	(471)
一、铅的测定	(471)
(一)盐酸—柠檬酸铵底液方波极谱法	(471)
(二)盐酸底液方波极谱法	(472)
二、镉的测定	(473)
氨性底液方波极谱法	(473)
三、铅、镉连续测定	(474)
盐酸底液阳极溶出示波极谱法	(474)
四、铈的测定	(479)
孔雀绿比色法	(479)
五、砷的测定	(480)
古蔡氏法	(480)
六、铝、钙、铊、锡、铁、钴、镍、铬、铜、铟、钒、锰、 镁、镓、金、银的测定	(481)
光谱定量分析法	(481)
第四节 锡	(481)
一、铅的测定	(481)
盐酸—柠檬酸铵底液方波极谱法	(481)
二、镉的测定	(484)
氨性底液方波极谱法	(484)
三、铈的测定	(485)
孔雀绿比色法	(485)
四、砷的测定	(486)
古蔡氏法	(486)
五、铁、锰、银、镓、镁、铋、镍、铝、钙、	