

矿物原料分析法

云南省地质局实验室

矿物原料分析法

(内部资料)

云南省地质局实验室

一九七二年三月

同慶集

卷四

毛主席语录

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。

科学实验必须以阶级斗争、两条路线斗争为纲。这样才能保证科学实验沿着正确方向前进。

社会主义革命和社会主义建设，必须坚持群众路线，放手发动群众，大搞群众运动。

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。

前 言

在毛主席无产阶级革命路线的光辉指引下，为了适应我省地质工作飞跃发展的需要，我们遵照伟大领袖毛主席关于“**要认真总结经验**”的教导，综合了我室近年来在生产实践中使用的矿物原料分析方法，同时吸取了有关单位的宝贵经验，汇编成册，作为我室及省局系统各实验室（组）的暂行操作规程，并向各兄弟单位征求意见。

由于我们的政治思想和技术业务水平都很低，书中的缺点和错误肯定不少，请同志们批评指正。

云南省地质局实验室

一九七二年三月

几点说明

为了减少本书编写的重复和繁琐，提出以下几点说明：

1. 分析所用之水，均指一次蒸馏水。在野外条件下，也可根据分析的项目和要求，采用天然水煮沸、过滤，并经必要的检验后使用。

2. 所用试剂的规格，一般均为“化学纯”。也可根据分析项目和质量的要求，经过必要的检验后，使用较低级别的如“工业纯”等试剂。用作基准物质的试剂一般均指“分析试剂”以上，并置于干燥器中干燥的。

3. 比色法所用的有机显色剂，如：苯酚酮、铈试剂、二甲酚橙、铝试剂、……等等，因各厂、各批生产的质量不尽相同，故在启用新试剂时，需作必要的检查或重新绘制标准曲线。

4. 试剂中未注明浓度者，如为液体均系指浓的而言，如属盐类即指固体。配制的溶液除指明溶剂外，均系指水溶液。溶液的百分浓度，如为固体是指100毫升溶液中所含溶质的克数，如果是液体是指100毫升溶液中所含液体试剂浓溶液的毫升数。以比例表示浓度者，如“1:1”、“1:2”……等，系指任一液体试剂的体积（前项）与水的体积（后项）之比。

5. 分析所取试样，除特殊要求外，一般是指粒度通过150~160筛目，经105°C（硫化矿<80°C、石膏样在45°C）烘干2小时并在干燥器中冷却者。物相分析和测定亚铁的试样一般采用通过100筛目的风干样。锰矿石的试样容易吸水，采用

风干样进行分析，测定水份换算分析结果。

6. 在分析试样或标定的同时，一般需按分析试样或标定的条件，用相同的试剂和操作带空白 2 份，在计算结果时扣除空白值。采用回滴容量法进行测定时，最好同时作 3 份空白。

7. 我室采用氢氧化钠熔融分解试样时，在用热水浸提熔融物的过程中，一般均加入少量酒精，其作用主要是加速熔块的脱落。

8. 比色所用参比溶液，除注明以试剂溶液（即与试样完全相同的试剂和操作条件的空白）作参比外，一般是指用水作参比。

9. 在光电比色法中，只写明采用较适合波长的滤光片，而各厂、各批的滤光片（或分光镜）虽然所标的波长读数相同，而实际波长并不完全一致，故需结合仪器作必要的选择。比色计的牌号和比色杯厚度等，本书均未写上，可结合本单位的仪器、试液颜色的深度、消光读数、线性关系、测定的含量范围等酌情选用。

10. 分析手续中所提“干过滤”一语，即用干的滤纸进行过滤之意。

11. 极谱法中各种金属离子的半波电位，除指明者外，均系对饱和甘汞电极而言。

12. 关于计算公式及其所用符号的说明：

（1）比色法计算公式：

$$\frac{Y}{G} \times \frac{A}{B} \times 10^{-4} = Me\%$$

如标准曲线是通过零点的一直线，则 $Y = KE$

（2）极谱测定标准比较法计算公式：

$$\frac{id_x \times C}{id \times G} \times 100 = Me\%$$

如令 $\frac{C}{id} = k$ 则 $\frac{id_x \times k}{G} \times 100 = Me\%$

书中计算式中除在式后附加说明的以外，一般均用下列符号代表：

Me% —— 被测定物质的百分含量；

γ —— 由标准曲线查得或目视比色测得被测定物质的量（微克）；

E —— 光电比色测得的消光读数；

K —— 单位消光读数相当于被测定物质的含量（微克）；

G —— 试样重（克）；

A —— 配成溶液的总体积（毫升）；

B —— 分取溶液的体积（毫升）；

C —— 标准溶液的浓度（克）；

id —— 标准溶液的扩散电流（厘米）；

id_x —— 试样溶液的扩散电流（厘米）；

T —— 标准溶液对被测定物质的滴定度，即 1 毫升标准溶液相当于被测定物质的克数（克/毫升）；

M —— 标准溶液的克分子浓度；

N —— 标准溶液的当量浓度；

V —— 滴定实际消耗标准溶液的体积（毫升）；

V₁ —— 试样滴定时消耗标准溶液的体积（毫升）；

V₂ —— 空白滴定时消耗标准溶液的体积（毫升）；

S —— 标定时基准物质的取用量（克）；

R —— 比值；

d ——比重；

W ——沉淀的实际重量（克）；

W_1 ——沉淀加坩埚（或称量瓶）重量（克）；

W_2 ——空坩埚（或称量瓶）重量（克）。

13. 一般实验室必备的酸（硫酸、盐酸、硝酸、磷酸、醋酸）、碱（氢氧化钠、氢氧化铵、碳酸钠）、盐（氯化铵、硝酸铵）等及其不必要求十分准确配制的溶液，均未列入书中的“试剂”部份。

目 录

第一章 硅酸盐岩石分析	1
一、水份的测定	1
(一) 吸湿水的测定	1
(二) 化合水的测定	1
二、烧失量的测定	3
三、二氧化硅的测定	4
(一) 动物胶重量法	4
(二) 钼蓝比色法	6
(三) 盐酸脱水重量法	8
(四) 氢氟酸分解重量法	10
四、全铁的测定	11
(一) 重铬酸钾容量法	11
(二) 过氧化氢—EDTA 比色法	13
(三) 磺基水杨酸比色法	14
五、亚铁的测定	15
盐酸氟化钠溶矿—重铬酸钾容量法	15
六、三氧化二铝的测定	17
氟盐取代—EDTA 容量法	17
七、二氧化钛的测定	19
(一) 过氧化氢比色法	19
(二) 试钛灵比色法	20

八、氧化钙和氧化镁的测定	21
(一) EDTA 容量法测定钙、镁	21
(二) 高锰酸钾容量法测定钙	25
(三) 达旦黄比色法测定镁	25
九、氧化锰的测定	25
(一) 高碘酸盐比色法	25
(二) 过硫酸铵容量法	26
十、三氧化二铬的测定	27
二苯偕肼比色法	27
十一、氧化钾和氧化钠的测定	29
火焰光度法	29
十二、五氧化二磷的测定	31
磷钒钼黄比色法	31
十三、三氧化硫的测定	33
(一) 硫酸钡重量法	33
(二) 燃烧法	34
十四、氟的测定	37
硝酸钍容量法	37
十五、氧化钡的测定	40
硫酸钡重量法	40
十六、二氧化碳的测定	41
(一) 气体体积测定法	41
(二) 重量法	44

第二章 碳酸盐岩石分析 47

一、烧失量的测定 47

二、二氧化碳的测定 47

酸碱滴定容量法	47
三、酸不溶物的测定	48
四、二氧化硅的测定	49
五、三氧化二铁的测定	49
(一) 磺基水杨酸比色法	49
(二) 邻-菲囉啉比色法	50
六、氧化亚铁的测定	51
七、三氧化二铝的测定	51
(一) 铝试剂比色法	51
(二) 铬天蓝 S 比色法	53
八、二氧化钛的测定	54
九、氧化钙和氧化镁的测定	54
(一) 酸溶—EDTA 直接滴定	54
(二) 六次甲基四胺分离—EDTA 容量法	55
(三) 达旦黄比色法测定镁	55
十、氧化锰的测定	57
十一、五氧化二磷的测定	58
钼蓝比色法	58
十二、三氧化硫的测定	59

第三章 磷灰石分析 60

一、五氧化二磷的测定	60
(一) 钼酸铵容量法	60
(二) 磷钒钼黄比色法	62
(三) 有效五氧化二磷的测定	64
二、酸不溶物的测定	64
三、二氧化硅的测定	65

动物胶重量法	65
四、三氧化二铁的测定	66
五、三氧化二铝的测定	67
六、二氧化钛的测定	67
七、二三氧化物的测定	67
磷酸盐重量法	67
八、氧化钙和氧化镁的测定	69
(一) 高锰酸钾容量法测定钙	69
(二) 达旦黄比色法测定镁	71
九、烧失量的测定	73
十、氟的测定	73
十一、二氧化碳的测定	73
酸碱滴定容量法	73
十二、碘的测定	74
催化比色法	74

第四章 石膏分析和萤石中氟化钙的测定 77

一、化合水的测定	77
二、氧化钙的测定	78
EDTA 容量法	78
三、三氧化硫的测定	79
硫酸钡重量法	79
四、酸不溶物的测定	80
五、二三氧化物的测定	80
六、三氧化二铁的测定	80
七、三氧化二铝的测定	81
八、萤石中氟化钙的测定	81

EDTA 容量法	81
----------------	----

第五章 岩盐、钾盐和芒硝的分析.....84

一、吸湿水的测定.....	84
---------------	----

二、水不溶物的测定.....	84
----------------	----

三、氯根的测定.....	85
--------------	----

(一) 硫氰酸钾容量法.....	85
------------------	----

(二) 硝酸银容量法.....	87
-----------------	----

四、硫酸根的测定.....	88
---------------	----

(一) 硫酸钡重量法.....	88
-----------------	----

(二) EDTA 容量法	89
--------------------	----

五、钙的测定.....	91
-------------	----

EDTA 容量法	91
----------------	----

六、镁的测定.....	92
-------------	----

(一) EDTA 容量法	92
--------------------	----

(二) 达旦黄比色法.....	93
-----------------	----

七、钾和钠的测定.....	94
---------------	----

(一) 火焰光度法.....	94
----------------	----

(二) 四苯硼酸钠容量法测定钾.....	94
----------------------	----

(三) 四苯硼酸钠比浊法测定钾.....	96
----------------------	----

八、溴的测定.....	97
-------------	----

溴酸盐容量法.....	97
-------------	----

九、碘的测定.....	98
-------------	----

碘蓝比色法.....	98
------------	----

十、硼的测定.....	98
-------------	----

丁基罗丹明 B 比色法.....	98
------------------	----

附：岩盐结果的换算.....	100
----------------	-----

(一) 换算次序	100
(二) 换算系数	100
(三) 换算举例	101
十一、芒硝中硫酸钠的测定	102
第六章 卤水的分析	104
一、钾和钠的测定	104
(一) 火焰光度法	104
(二) 四苯硼酸钠比浊法测定钾	104
(三) 四苯硼酸钠容量法测定钾	104
二、溴的测定	105
溴酸盐容量法	105
三、碘的测定	107
(一) 碘蓝比色法	107
(二) 碘酸盐容量法	109
四、硼的测定	111
乙酰醌茜素比色法	111
五、锂的测定	112
(一) 正戊醇萃取—火焰光度法	112
(二) 四苯硼酸钠分离—火焰光度法	114
六、铷和铯的测定	116
亚硝酸钴钠富集—火焰分光光度法	116
第七章 铁矿石分析	119
一、全铁的测定	119
(一) 过氧化钠半熔—重铬酸钾容量法	119
(二) 碱熔酸处理—重铬酸钾容量法	120

二、可溶铁的测定	121
重铬酸钾容量法	121
三、亚铁的测定	122
四、金属铁的测定	122
(一) 氯化铅抽提—EDTA过 氧化氢比色法	122
(二) 硫酸铜抽提—重铬酸钾容量法	123
五、二氧化硅的测定	124
(一) 动物胶重量法	124
(二) 钡存在时二氧化硅的测定 (附氧化钡的测定)	124
六、三氧化二铝的测定	126
七、二氧化钛的测定	126
(一) 过氧化氢比色法	126
(二) 锌还原—硫酸高铁铵容量法	126
八、氧化钙、氧化镁的测定	129
九、氧化锰的测定	129
十、硫的测定	129
十一、磷的测定	129
十二、砷的测定	129
十三、铬的测定	129
十四、钒的测定	130
(一) 磷钒钨酸比色法	130
(二) 苯甲酰基苯胺—氯仿萃取比色法	131
(三) 亚铁滴定容量法	132
十五、钴的测定	134
十六、镍的测定	134
十七、钾、钠的测定	134

十八、吸湿水与结晶水的测定	134
十九、烧失量的测定	135

第八章 铬铁矿分析136

一、三氧化二铬的测定	136
硫酸亚铁铵容量法	136
二、亚铁的测定	138
五氧化二钒—硫酸亚铁铵容量法	138
三、三氧化二铁的测定	139
(一) 碱熔—重铬酸钾容量法	139
(二) 酸溶—重铬酸钾容量法	141
四、三氧化二铝的测定	142
EDTA 容量法	142
五、氧化钙、氧化镁的测定	143
EDTA 容量法	143
六、二氧化硅的测定	145
(一) 动物胶重量法	145
(二) 钼蓝比色法	146
七、二氧化钛的测定	146
试钛灵比色法	146
八、氧化锰的测定	147
(一) 高碘酸盐比色法	147
(二) 快速比色法	148
九、五氧化二磷的测定	150
钼蓝比色法	150
十、五氧化二钒的测定	151
苯甲酸基苯胺—氯仿萃取比色法	151