

矿物原料分析

(内部资料)

湖南冶金地质研究所

一九七二年八月

前 言

遵循伟大领袖毛主席关于“**要认真总结经验**”的教导，为适应冶金地质事业发展的需要，我们综合了几年来在生产实践中实用的矿物原料分析方法，並吸收兄弟单位的宝贵经验，汇编成这份资料。由于水平有限，实践经验不足，谬误之处，希望批评指正。

湖南冶金地质研究所

一九七二年八月

說 明

一、分析试样粒度要求，除特殊规定外，须通过200筛目。

二、除特殊指定外，试样在称取前须于 $105^{\circ}\text{--}110^{\circ}\text{C}$ 烘干1小时並干燥冷却之。

三、所用试剂级别未有特殊注明者，均为“分析纯”。

四、方法中所用之溶液，除指明者外，均为水溶液。未注明浓度的试剂如盐酸、硫酸、硝酸……，系指浓盐酸（比重1.19）、浓硫酸（比重1.84）、浓硝酸（比重1.40）……。

五、分析所用之水，均指蒸馏水。

六、所列之EDTA均指乙二胺四乙酸二钠盐。

七、重量法中“称至恒重”一语，系指先后两次烘干或灼烧后称重之差正负不超过0.3毫克。

八、极谱法中各种金属离子的半波电位和作图电位除特殊指明者外，均系对饱和甘汞电极而言。

九、极谱法、比色法及贵金属分析结果计算式未载入，均按下列公式计算：

极谱比较法：

$$\text{待测元素}\% = \frac{C \times f_1 \times h_1}{G \times f \times h} \times 100$$

式中 C ——标准溶液中待测元素含量（克）；

h 、 h_1 ——分别为标准及试样中待测元素的波高（毫米）；

f 、 f_1 ——分别为标准及试样测量波高时的灵敏度；

G ——试样重（克）。

比色法：

$$\text{待测元素}\% = \frac{10^{-6} \times r}{G \times \frac{B}{A}} \times 100$$

式中 r ——由工作曲线查得的被测元素之量（微克）；

A ——制备试液体积（毫升）；

B ——分取试液体积（毫升）；

G ——试样重（克）。

贵金属分析：

$$\text{待测元素}\% = \frac{r}{G} \text{（克/吨）}$$

式中 r ——所取试样中待测元素的含量（微克）；

G ——所取试样量（克）。

目 录

黑色、非金属矿石部分

第 一 章 铁矿分析

第一节	全铁的测定	1
	半微量碱熔重铬酸钾容量法	1
第二节	可溶铁的测定	3
	重铬酸钾容量法	3
第三节	氧化亚铁的测定	4
一、	不含硫矿物重铬酸钾容量法	4
二、	含硫矿物重铬酸钾容量法	6
第四节	硫的测定	9
一、	燃烧法	9
二、	E D T A 容量法	13
三、	硫酸钡重量法	16
第五节	磷的测定	17
一、	磷钼兰比色法	17
二、	酸碱容量法	19
第六节	二氧化硅的测定	24
	硅钼兰比色法	24
第七节	三氧化二铝的测定	27

一、乳酸掩蔽钛KF—EDTA容量法	27
二、铬天青S比色法	30
第八节 氧化钙和氧化镁的测定	32
一、EGTA 滴定钙	32
二、CYDTA 滴定镁	34
三、钙的火焰分光光度法	36
四、镁的原子吸收分光光度法	38
第九节 二氧化钛的测定	39
一、过氧化氢比色法	39
二、硫酸高铁铵容量法	41
第十节 铁矿系统分析	44
第十一节 铁矿物相分析	46
第二章 锰矿分析	
第一节 锰的测定	53
一、硝酸铵氧化法	53
二、氧化锌中和法	55
第二节 二氧化锰的测定	58
高锰酸钾容量法	58
第三节 氧化钙氧化镁的测定	60
氯酸钾除锰—络合滴定法	60
第四节 锰矿物相分析	62
第三章 硅酸盐岩石分析	
第一节 二氧化硅的测定	67
动物胶凝聚称重滤液回收法	67
第二节 三氧化二铝的测定	71

	K F—E D T A 容量法.....	71
第三节	三氧化二铁的测定.....	73
	重铬酸钾容量法.....	73
第四节	五氧化二磷的测定.....	76
	钼兰比色法.....	76
第五节	氧化钾和氧化钠的测定.....	77
	火焰光度法.....	77
第六节	氧化钙的测定.....	80
	E G T A 容量法.....	80
第七节	氧化镁的测定.....	82
	C Y D T A 容量法.....	82
第八节	二氧化钛的测定.....	83
	过氧化氢比色法.....	83
第九节	氧化锰的测定.....	85
	高锰酸根比色法.....	85
第十节	氧化亚铁的测定.....	86
	重铬酸钾容量法.....	86
第十一节	烧失量的测定.....	88
第十二节	吸附水 (H_2O^-) 的测定.....	90
第十三节	化合水 (H_2O^+) 的测定.....	91
第十四节	二氧化碳的测定.....	93
	烧碱石棉吸收重量法.....	93
第 四 章	碳酸盐岩石分析	
第一节	二氧化硅的测定.....	97
	硅钼兰比色法.....	97

第二节	三氧化二铝的测定	97
	铬天青 S 比色法	97
第三节	三氧化二铁的测定	98
	磺基水杨酸比色法	98
第四节	五氧化二磷的测定	99
	钼兰比色法	99
第五节	氧化钾和氧化钠的测定	100
	火焰光度法	100
第六节	氧化钙和氧化镁的测定	100
一、	EGTA 滴定钙	100
二、	CYDTA 滴定镁	101
三、	钙镁连测	102
第七节	二氧化钛的测定	102
	过氧化氢比色法	102
第八节	氧化锰的测定	103
	高锰酸根比色法	103
第九节	亚铁的测定	103
	重铬酸钾容量法	103
第十节	烧失量的测定	104
第十一节	二氧化碳的测定	105
	酸碱容量法	105
第五章	萤石分析	
第一节	氟化钙的测定	108
	EGTA 容量法	108
第二节	碳酸钙的测定	110

	EGTA容量法.....	110
第三节	二氧化硅的测定.....	112
	氟硅酸钾容量法.....	112
第六章	非金属元素分析	
第一节	砷的测定.....	116
一、	卑磷酸钙比色法.....	116
二、	砷锑连测.....	119
第二节	硼的测定.....	122
一、	酸碱容量法.....	122
二、	半微量次甲基兰比色法.....	125
第三节	氟的测定.....	127
	锆—偶氮胂Ⅲ减色法.....	127
第四节	有机碳的测定.....	129
	烧碱石棉吸收重量法.....	129

有色金属矿石部分

第七章	有色金属分析	
第一节	铜的测定.....	133
一、	铵盐熔样半微量氨性底液极谱法.....	133
二、	铵盐熔样半微量铜试剂比色法.....	136
三、	半微量碘氟法.....	138
四、	碘量法.....	140
第二节	铅的测定.....	143
一、	铵盐熔样半微量盐酸底液极谱法.....	143
二、	铵盐熔样半微量氯化钙底液极谱法.....	145

三、EDTA容量法	147
1.直接滴定法	147
2.返滴定法(适于含钡量高的试样)	149
第三节 锌的测定	151
一、铵盐熔样半微量氨性底液极谱法	151
二、半微量EDTA容量法	153
第四节 镍的测定	155
一、铵盐熔样半微量联吡酮基二胍比色法	155
二、铵盐熔样半微量氨性底液极谱法	157
三、EDTA容量法	159
第五节 钴的测定	162
铵盐熔样半微量亚硝基-R盐比色法	162
第六节 铬的测定	164
一、半微量二苯偕肼比色法	164
二、硫酸亚铁铵容量法	166
第七节 钼的测定	168
一、半微量磷钼钒酸比色法	168
二、硫酸亚铁铵容量法	170
第八节 钨的测定	173
一、半微量硫氰酸盐比色法	173
二、钨酸铵灼烧重量法	175
第九节 钼的测定	179
半微量硫氰酸盐比色法	179
第十节 铋的测定	181
铵盐熔样半微量硫脲比色法	181

第十一节	锡的测定	183
一、	半微量苯酚酮有机相比色法	183
二、	半微量硫酸—氯化钠底液极谱法	186
三、	铝片还原碘量法	187
第十二节	镉的测定	190
	铵盐熔样半微量氨性底液极谱法	190
第十三节	汞的测定	191
	硫氰酸盐容量法	191
第十四节	铈的测定	195
一、	硫酸铈容量法	195
二、	孔雀绿比色法	197
三、	砷铈连测	199
第 八 章	有色金属矿石物相分析	
第一节	铜的物相分析	200
第二节	铅的物相分析	202
第三节	锌的物相分析	206
第四节	镍的物相分析	210
第五节	钨的物相分析	212
第六节	钼的物相分析	219
第七节	铋的物相分析	222
第八节	锡的物相分析	224

稀 有 元 素 部 分

第 九 章 稀碱金属分析

第一节	锂的测定	227
	铵盐快速熔样火焰分光光度法	227
	[附]铵盐快速熔样锂、钾、钠连测	229
第二节	铷、铯的测定	231
	火焰分光光度法	231
第三节	铍的测定	234
	火焰分光光度法	234
第十章	稀有金属分析	
第一节	铍的测定	237
一、	铍试剂—Ⅱ快速比色法	237
二、	磷酸钛共沉淀铍试剂—Ⅱ比色法	239
三、	焦磷酸铍重量法	241
第二节	锆和铪的测定	244
一、	PMBP—苯萃取分离偶氮胂—Ⅲ比色法	244
二、	苦杏仁酸重量法	246
三、	纸色层分离偶氮胂—Ⅲ比色测定铪	248
第三节	铈和钼的测定	250
一、	硅胶凝聚硫氰酸盐、丁基罗丹明 B 比色法	250
二、	硅胶凝聚 PAR、丁基罗丹明 B 光度法	256
三、	不经分离半微量 PAR、丁基罗丹明 B 光度法	258
四、	纸色层分离重量法	261
五、	铈钼铁矿半微量多元素分析	263
六、	细晶石半微量全分析	266
第四节	铀的测定	271

一、碳酸钠沉淀—偶氮胂Ⅲ比色法·····	271
二、PMBP-苯萃取分离偶氮胂Ⅲ比色法·····	273
三、亚锡—钼酸铵容量法·····	277
第五节 钍的测定·····	279
一、草酸钙共沉淀偶氮胂—Ⅲ比色法·····	279
二、PMBP萃取分离偶氮胂Ⅲ比色法·····	281
三、草酸-苯甲酸重量法·····	285
第十一章 稀土元素分析	
第一节 稀土含量的测定·····	287
一、PMBP—苯萃取分离偶氮胂Ⅲ比色法·····	287
二、草酸钙共沉淀—偶氮胂—Ⅲ比色法·····	292
三、草酸盐重量法·····	294
第二节 轻重稀土的测定·····	297
阴离子交换分离偶氮胂—Ⅲ比色法·····	297
第三节 铈的测定·····	302
磷酸三丁酯萃取分离二甲酚橙比色法·····	302
第十二章 稀散元素分析	
第一节 镓的测定·····	305
一、不经分离罗丹明 B 比色法·····	305
二、醋酸丁酯萃取分离丁基罗丹明 B 比色法·····	307
第二节 铟的测定·····	309
一、醋酸丁酯萃取分离罗丹明 6 G 荧光法·····	309
二、盐酸底液半微量示波极谱法·····	312
第三节 铊的测定·····	313
结晶紫—甲苯萃取比色法·····	313

第四节	锗的测定	315
一、	苯芴酮有机相比色法	315
二、	苯芴酮水相比色法	318
第五节	硒和碲的测定	319
	砷共沉淀3,3'-二氨基联苯胺,丁基罗丹明 B 比色法	319

贵 金 属 部 分

第十三章 贵金属分析

第一节	贵金属的火法试金富集	329
第二节	金、铂、钯的测定	335
一、	合粒中金的重量法	335
二、	合粒中金的氢醌容量法	336
三、	活性碳富集—氢醌容量法	338
四、	合粒中金、铂、钯的连续测定	339
第三节	银的测定	343
一、	打萨脍比色法	343
二、	碘量法	345
三、	原子吸收分光光度法	347
第四节	铑、钌的测定	349
	铑、钌的催化比色法	349
第五节	铱、铇的测定	355
	铱的催化比色法,铇的催化极谱法	355

光 谱 分 析 部 分

第十四章 矿物岩石的光谱定量分析

第一节	氧化铍的光谱定量测定	367
第二节	硼的光谱定量测定	369
第三节	基性岩中铬、钴的光谱定量测定	372
第四节	微量锆、铪的光谱定量测定	374
第五节	锡的光谱定量测定(一)	376
第六节	锡的光谱定量测定(二)	378
第七节	镓、锗、铟、铊的光谱定量测定	380
第八节	多金属矿石中钼的光谱定量测定	385
第九节	铈、铷、钇、铈的光谱直接测定	387

第十五章 矿物岩石的光谱半定量分析

第一节	光谱半定量水平电弧撒料法	392
第二节	光谱半定量垂直电弧全能量法	394
	元素的分析线及参考线表	396

附录

1、使用铂器皿注意事项	433
2、以当量浓度表示的酸碱溶液的配制	435
3、酸碱指示剂	437
4、常用熔剂性质、用量及应用范围	442
5、试剂回收	446
6、换算因数表	449
7、矿物表	451
化学元素周期表	

第一章 鉄矿分析

第一节 全鉄的測定

半微量碱熔重铬酸钾容量法

方法提要

试样经碱熔酸化后，用二氯化锡还原三价铁，过剩的二氯化锡用氯化高汞氧化，以二苯胺磺酸钠作指示剂，用标准重铬酸钾溶液滴定。

主要试剂

二氯化锡 10%溶液，称取100克二氯化锡溶于200毫升盐酸中用水稀释至1000毫升，保存于深色瓶中，加几粒金属锡。

硫磷混合酸 量取700毫升水于1000毫升烧杯中，搅拌並慢慢加入150毫升硫酸，稍冷加入150毫升磷酸，冷却后使用。

二苯胺磺酸钠 0.5%

标准重铬酸钾溶液 称取于150°C 烘过2小时的一级

重铬酸钾4.3898克溶于水中，移入1000毫升容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。此溶液每毫升相当于0.005克铁。

吸取上述溶液200毫升入1000毫升容量瓶中，用水稀至刻度摇匀。此溶液每毫升相当于0.001克铁。

分析步骤

称取0.1000克试样于10毫升银坩埚中，加1~2滴酒精润湿，放在电热板上烘干，加氢氧化钾1克（约12粒），放入低温马弗炉内升温至700°C，再保持3~5分钟，取出，稍冷，将坩埚底部擦净，放入150毫升烧杯中，用20毫升左右热水浸取，用稀盐酸洗净坩埚，加盐酸5毫升，放在电热板上加热至近沸，趁热逐滴加入10%二氯化锡溶液，至黄色褪去並过量1~2滴，用水吹洗杯壁一圈，立即在流水中冷却，加饱和氯化高汞溶液5毫升，摇匀，放置2~3分钟，加硫磷混合酸5毫升，加0.5%二苯胺磺酸钠指示剂3~4滴，用标准重铬酸钾溶液滴定至紫兰色，即为终点。

计算：

$$\text{TFe}\% = \frac{T \times V}{G} \times 100$$

式中 T——标准重铬酸钾溶液对铁的滴定度（克/毫升）；
V——滴定时消耗重铬酸钾溶液毫升数；
G——试样重（克）。

讨论

1. 二氯化锡过量不应太多，否则将氯化高汞进一步的