

岩石矿物分析

第一分册

(第三版)

地质出版社

(京)新登字085号

内 容 提 要

本书是1974年版《岩石矿物分析》一书的第一分册第三版(化学分析部分)。本书除保留第二版中那些目前仍广泛使用的方法外,又增加了许多新方法,并补充了大量我国学者的新的科研成果。全书几乎涉及我国所有矿种和元素周期表中所有元素(不包括惰性气体及除铀、钍以外的锕系元素),包括重量、容量、光度、极谱和原子吸收各种分析手段;介绍了各种常量、微量和痕量分析方法。

读者对象为化验工作者和各大专院校及科学研究单位有关专业的人员。

岩石矿物分析

第一分册(第三版)

岩石矿物分析编写组

责任编辑:关 英

地质出版社出版

(北京 和平里)

地矿部西安地矿所印刷厂印刷

(西安友谊东路166号)

新华书店总店科技发行所经销

开本: 787×1092 1/16 · 印张: 78 3/4 · 字数: 1 650 000

1959年第一版 · 1974年第二版 · 1991年10月修编第三版

1991年10月第三次印刷

印数: 7621—10 620 · 国内定价: 50.00元

ISBN 7-116-00805-5/P·687

岩石矿物分析(第三版)编委会

(以姓氏笔划为序)

主 编	编	李连仲			
	委	马光祖	王家圻	区祖鉴	卢巽珍
		冯家积	邓维群	许大兴	许嘉绩
		关 英	朱玉伦	李家熙	李维华
		何铭慈	何振书	吴景铤	沈慧君
		陈隆懋	陈耀惠	金秉慧	林玉南
		张佩桦	张世瑾	姚修仁	袁玄晖
		殷宁万	钱德孙	徐子培	盛建豪
		储亮倌	程寿森	曾家松	

《岩石矿物分析》(第三版)编写组名单

(以姓氏笔划为序)

才书林	马光祖	毛本相	王家圻	王毅民	邓永桃	邓维群
卢巽珍	区祖鉴	朱月英	朱玉伦	朱仲书	何振书	何铭慈
李其英	李国会	李家熙	沈治家	沈瑞平	沈毓璿	沈慧君
吴纯斌	吴淑琪	吴景铎	肖清书	张佩桦	陈子芳	陈隆懋
陈耀惠	林玉南	林建甫	罗津新	邵明智	金秉慧	杨乐山
杨静勤	赵寿驹	周殿琴	胡久宝	郑尧	钟展环	梁造
梁国立	钱程	钱德孙	姚修仁	殷宁万	袁玄晖	徐子培
符廷发	郭居媛	黄守兰	黄荣级	盛建豪	程寿森	储亮侬
舒朝滨	渠荣箴	唐秀春	廖霞			

前 言

岩石矿物分析在地质勘查中占有重要地位。不断提高岩石矿物分析技术水平是提高地质勘查工作效果的重要环节之一。为了不断总结地矿系统岩石矿物分析技术的经验,推动测试技术的发展,1959年由原地质部矿物原料研究所主编,出版了《矿物原料分析》一书;1974年又由原地质科学院实验管理处组织各地地质实验单位组成“岩石矿物分析编写组”,在前书的基础上补充、修订,出版了《岩石矿物分析》、《岩石矿物光谱分析》二书。这两个版本在推动岩石矿物分析技术的进步和发展方面,起了很大作用。

1978年以后,随着地质勘查工作的发展,提出了许多新的复杂的分析测试任务,如1:20万区域化探扫面样品多元素分析,复杂矿产的综合评价、综合利用,非金属矿开发应用等。因此,全国各地地质实验室经过几年的努力,进行了多种新技术、新方法研究,在痕量元素分析、单矿物多元素分析、极谱催化波的应用以及非金属矿物物化性能测试等方面,都取得了很大的进展,积累了丰富的经验;与此同时,对引进国外的一些先进技术,如X-射线荧光光谱分析、等离子体发射光谱分析、原子吸收光谱分析等,经过消化吸收后,也有许多改进和创新。有鉴于此,地质出版社关英同志于1985年向地矿部岩矿测试技术研究所等单位提出建议,重新修订1974年版本,并将新版本作为第三版出版;以后,每隔一段时间,根据发展的情况,重新修订,使之成为我国岩石矿物分析工作的保留性出版物。此建议得到同年10月在青岛召开的全国岩矿分析交流会议的广大与会者的赞同。1986年春,地质矿产部科技司实验管理处邀请部分地质实验单位召开会议,正式组成《岩石矿物分析》(第三版)编委会(名单另列),并确定由岩矿测试技术研究所李连仲同志任主编。会后,根据不同专业分为三个编写组:化学分析组由李连仲负责;发射光谱分析组由陈隆懋负责;X-射线荧光光谱分析组由马光祖负责。参加《岩石矿物分析》编写组的成员名单见前。

本版《岩石矿物分析》由于篇幅大,分为两个分册出版。第一分册包括化学分析、电化学分析、原子吸收光谱分析和非金属矿物物化性能测试等。前版,第一章是理论基础与定义,内容比较简单,是一般定量分析的内容,不少教科书中均有介绍;水分析部分,已由地矿部水文地质工程地质研究所编著专册出版;煤分析部分已有国家方法标准,故在本版中将这些内容删去。同时,增加了从地矿部门近年来所使用的新方法中优选出一些应用较为广泛的方法。有些虽然行之有效但在各实验单位尚未全面开展的方法,如中子活化分析法、等离子体质谱分析法,以及有机地球化学样品分析方法等,将有待于下次修订时予以考虑。为了适应对非金属矿评价和开发利用的需要,增加了非金属矿物物化性能测试方法一章。第二分册为发射光谱分析和X-射线荧光光谱分析。发射光谱分析部分,对原子发射光谱分析的基础理论、新光源、新仪器介绍及计算机译谱应用等方面的内容均有较大幅度的增加;还将电感耦合等离子体直读光谱分析单列一章。X-射线荧光光谱分析是本版新增加的内容。《岩石矿物分析》(第三版)是从事岩石矿物分析工作者的一部有用的工具书,对所有从事无机分析工作者均有参考价值。

本书完稿后,1989年地矿部科技司在西安召开了审稿会议。与会者有关英、李连仲、许嘉绩、钱德孙、许大兴、戈治昌、袁玄晖、储亮儕、杨政、曾家松、周金生、秦大章、

龚心若等。会议建议，此书可作为地矿部系统实验室的指导性规程。

本书初稿完成后，在修改过程中，秦大章、陈德勋、张宗纯、赵寿驹、梁国立、詹秀清诸同志付出了辛勤劳动；《地质实验室》编辑部许大兴、龚心若、邓永桃、黄仲洲在本书印刷校改、出版过程中作了大量工作，特致谢意。

由于参加编写的人员较多，全书仍有许多不统一的地方，甚至有些读者希望编入的内容而未能如愿，只有留待第四版再加改进，希望读者见谅。

编 者

目 录

前 言

第一章 分析的误差	1~11
一、误差, 精密度, 准确度	1
二、误差的分类	2
(一) 可定误差(系统误差)	2
(二) 不可定误差(偶然误差)	3
三、要求的准确度与可能性	3
四、对分析结果准确度的检查	5
五、提高准确度的措施	6
六、精密度	7
七、误差的正态分布	8
八、置信范围(置信区)	9
九、分析结果的表示	11
第二章 分析样品的制备	12~18
一、样品加工原理	12
二、 K 值的确定	13
三、样品加工程序	14
四、关于样品加工粒度	14
五、特殊矿样的加工	14
第三章 硅酸盐岩石分析	19~62
一、试样的分解	20
(一) 酸溶法	20
(二) 熔融法	21
二、经典系统分析	22
(一) 二氧化硅	23
两次盐酸蒸干重量法	23
(二) 二三氧化物 (R_2O_3)	24
1. 磺基水杨酸分光光度法测定铁	25
2. EDTA 容量法测定铝	26
3. 过氧化氢分光光度法测定钛	26
(三) 氧化钙	26

1.草酸盐重量法·····	26
2.高锰酸钾容量法·····	27
(四)氧化镁·····	28
焦磷酸镁重量法·····	28
三、碱熔系统分析——分析流程 I ·····	29
(一)二氧化硅·····	30
1.动物胶凝聚重量法·····	30
2.聚环氧乙烷凝聚重量法·····	32
(二)三氧化二铁·····	32
EDTA容量法·····	32
(三)三氧化二铝·····	32
1.EDTA容量法·····	32
2.氟化钾取代-EDTA容量法 ·····	33
(1)铜盐回滴 ·····	33
(2)锌盐回滴 ·····	34
(四)二氧化钛·····	35
1.过氧化氢分光光度法·····	35
2.二安替比林甲烷分光光度法·····	36
(五)氧化钙、氧化镁·····	36
1.不经分离的EDTA容量法·····	37
2.预先分离的EDTA容量法·····	38
(六)氧化锰·····	39
高碘酸钾分光光度法·····	39
(七)五氧化二磷·····	40
磷钒钼黄分光光度法·····	40
四、碱熔系统分析——分析流程 II ·····	41
(一)二氧化硅·····	41
氢氧化钾熔融或过氧化钠烧结-动物胶凝聚重量法 ·····	41
(二)三氧化二铝·····	41
铁、铝、钛 EDTA同时滴定容量法 ·····	41
(三)二氧化钛·····	42
(四)五氧化二磷·····	42
(五)三氧化二铁和氧化锰·····	42
原子吸收分光光度法连续测定·····	42
(六)氧化钙和氧化镁·····	42
原子吸收分光光度法连续测定·····	42
五、酸溶系统分析·····	43

(一) 二氧化硅	43
1. 碱熔-氟硅酸钾容量法	43
2. 酸溶-氟硅酸钾容量法	45
(二) 三氧化二铝	46
(三) 二氧化钛	46
(四) 五氧化二磷	46
(五) 三氧化二铁和氧化锰	46
(六) 氧化钙和氧化镁	46
六、单独取样项目的测定	47
(一) 氧化钾、氧化钠	47
火焰光度法	47
(二) 氧化钾、氧化钠、五氧化二磷和氧化锰在同一溶液中的测定	48
(三) 氧化亚铁	48
1. 直接测定法	49
2. 间接测定法	49
3. 含硫化物试样中亚铁的测定	49
(四) 硫	50
(五) 钡	50
硫酸钡重量法	50
(六) 氟	51
(七) 氯	51
1. 硫氰酸汞间接测定法	51
2. 氯化银比浊法	52
(八) 吸附水 (H_2O^-)	53
(九) 化合水 (H_2O^+)	53
1. 化合水管灼烧法	54
2. 直接吸收法	55
3. 改进后的管炉法	57
(十) 二氧化碳	58
1. 非水滴定容量法	58
2. 重量法	60
(十一) 全碳的测定	61
灼烧-非水滴定法	61
(十二) 灼烧减量	61
(十三) 硼	62

第四章 石英岩分析	63~69
-----------	-------

一、碱熔系统分析	63
(一) 二氧化硅	63
动物胶凝聚重量法	63
(二) 三氧化二铁、二氧化钛	65
钛铁试剂分光光度法	65
(三) 三氧化二铝	65
铝试剂分光光度法	65
(四) 氧化钙、氧化镁	66
EGTA容量法测定氧化钙和CyDTA容量法测定氧化镁	66
(五) 五氧化二磷	67
磷钒钼黄分光光度法	67
(六) 三氧化二铬	67
二苯碳酰二肼分光光度法	67
(七) 氧化钾、氧化钠	68
火焰光度法	68
二、酸溶系统分析	68
(一) 灼烧减量	69
(二) 二氧化硅	69
(三) 三氧化二铁、二氧化钛、三氧化二铝、氧化钙、氧化镁、 五氧化二磷	69
(四) 三氧化二铬	69
(五) 氧化钾、氧化钠	69

第五章 铝及铝土矿、高岭土和粘土分析 70~82

一、试样的分解	70
二、分离方法	71
三、铝的测定	72
1.8-羟基喹啉重量法	72
2. EDTA容量法	73
3. 埃利罗菁分光光度法	75
4. 铬天青S分光光度法	76
四、铝矿石分析	77
(一) 二氧化硅	77
动物胶凝聚重量法	77
(二) 三氧化二铁	78
(三) 三氧化二铝	78
1. EDTA容量法	78

2. 沉淀分离-EDTA容量法	79
3. CyDTA容量法	80
(四) 二氧化钛	81
过氧化氢分光光度法	81
(五) 氧化钙、氧化镁	81
EDTA容量法	81
(六) 吸附水 (H_2O^-)	81
(七) 氧化锰、五氧化二磷、氧化钾、氧化钠	81
(八) 硫	82
(九) 镓	82
第 六 章 超基性岩石分析	83~110
一、试样的分解	83
二、超基性岩石系统分析	83
(一) 超基性岩石系统分析流程	83
1. 碱熔系统分析流程	85
2. 酸溶系统分析流程	85
(二) 超基性岩石系统分析溶液的制备	85
1. 碱熔系统分析溶液的制备	85
2. 酸溶系统分析溶液的制备	86
三、超基性岩石全分析	86
(一) 二氧化硅	86
1. 高氯酸脱水重量法 (单独取样测定)	86
2. 动物胶凝聚重量法	87
3. 氟硅酸钾容量法	87
(二) 三氧化二铁	89
1. 邻菲罗啉分光光度法	89
2. 磺基水杨酸分光光度法	89
(三) 三氧化二铝	90
1. 铬天青S分光光度法	90
2. 埃利罗菁分光光度法	91
3. 铬天青S-溴化十六烷基三甲铵分光光度法	91
(四) 氧化钙	92
1. 原子吸收分光光度法	92
2. 萃取-EGTA容量法	93
(五) 氧化镁	94
1. 焦磷酸镁重量法	94

2. EDTA 容量法	96
(六) 二氧化钛	96
1. 二安替比林甲烷分光光度法	96
2. 钛铁试剂分光光度法	97
(七) 氧化锰	98
1. 高碘酸钾氧化分光光度法	98
2. 原子吸收分光光度法	98
(八) 五氧化二磷	99
1. 乙酸丁酯萃取-磷钼蓝分光光度法	99
2. 磷钼蓝快速分光光度法	100
(九) 铬、钒、钴、镍	100
三氧化二铬	100
(1) 铬酸盐分光光度法	100
(2) 二苯碳酰二肼分光光度法	101
(3) 原子吸收分光光度法	101
(4) 示波极谱法	102
五氧化二钒	102
(1) 苯甲酰苯胺-二甲苯萃取分光光度法	102
(2) 苦杏仁酸-氯酸钾-一氯乙酸底液催化极谱法	103
氧化钴	103
(1) 5-Cl-PADAB 分光光度法	103
(2) 原子吸收分光光度法	104
(3) 催化极谱法	104
氧化镍	104
(1) 丁二酮肟分光光度法	104
(2) 原子吸收分光光度法	105
(3) 极谱法	106
(十) 氧化钾、氧化钠	106
1. 原子吸收分光光度法	106
2. 火焰光度法	107
(十一) 吸附水 (H_2O^-)	107
(十二) 化合水 (H_2O^+)	107
(十三) 二氧化碳	107
1. 非水滴定法	107
2. 重量法	107
(十四) 氧化亚铁	108
氢氟酸-硫酸分解、重铬酸钾容量法	108

(十五) 铂族元素	109
(十六) 痕量元素	109
(十七) 硫	110
第七章 滑石分析	111~114
一、滑石含量	111
滑石中镁含量的测定	111
1. 差减法	112
2. 直接测定法	113
二、滑石分析	113
(一) 二氧化硅	113
(二) 三氧化二铁	113
(三) 三氧化二铝	114
(四) 氧化钙	114
(五) 氧化镁	114
(六) 酸不溶物	114
(七) 灼烧减量	114
第八章 石膏分析	115~121
一、石膏分析	115
(一) 吸附水	115
(二) 结晶水	116
(三) 酸不溶物	116
(四) 三氧化硫	117
(五) 氧化钙	117
(六) 单体硫	117
(七) 剩余还原物	118
(八) 二氧化硅	119
(九) 三氧化二铝	119
(十) 三氧化二铁	119
(十一) 氧化镁	119
(十二) 氧化锶	119
(十三) 氧化钠	120
二、石膏、烧石膏和硬石膏的计算	121
第九章 石墨矿分析	122~124
(一) 全碳量	122
(二) 固定碳	123

第十章 萤石分析.....125~132

一、试样的分解125

二、萤石分析125

(一) 氟化钙125

1. 三氯化铝提取-EDTA 容量法125

2. 硼酸、盐酸提取-EDTA 容量法126

(二) 碳酸钙127

(三) 二氧化硅128

1. 氢氟酸直接处理法128

2. 动物胶凝聚重量法128

3. 氟硅酸钾容量法129

4. 硅钼蓝分光光度法129

(四) 三氧化二铁、三氧化二铝、二氧化钛130

(五) 氧化镁131

(六) 五氧化二磷131

(七) 硫131

(八) 铅、锌131

(九) 硫酸钡131

第十一章 云母及石棉.....133~134

第十二章 碳酸盐岩石分析.....135~149

一、试样的分解135

二、钙和镁的测定135

1. EDTA 容量法136

(1) 钙、镁的直接分别测定.....136

(2) 分离干扰后的钙、镁连续滴定.....137

2. EGTA-EDTA 容量法.....138

3. 原子吸收分光光度法139

三、碳酸盐岩石简项分析——酸溶系统139

(一) 二氧化硅、二三氧化物139

差减重量法139

(二) 氧化钙、氧化镁140

EDTA 容量法140

四、碳酸盐岩石简项分析——碱熔系统140

(一) 二氧化硅141

钼蓝分光光度法141

(二) 三氧化二铁	142
磺基水杨酸分光光度法	142
(三) 三氧化二铝	142
EDTA容量法	142
(四) 氧化钙	142
EDTA容量法	142
(五) 氧化镁	142
EDTA容量法	142
五、碳酸盐岩石系统分析	142
(一) 二氧化硅	143
盐酸蒸干脱水重量法	143
(二) 三氧化二铁	144
磺基水杨酸分光光度法	144
(三) 三氧化二铝	144
1. 埃利罗菁分光光度法	144
2. 铬天青S 分光光度法	144
(四) 二氧化钛	144
1. 变色酸分光光度法	144
2. 二安替比林甲烷分光光度法	145
(五) 铁、钛连续测定	145
钛铁试剂分光光度法	145
(六) 氧化钙、氧化镁	145
(七) 氧化锰	145
高碘酸钾分光光度法	145
(八) 五氧化二磷	146
磷钒钼黄分光光度法	146
六、其他项目	146
(一) 吸附水	146
(二) 二氧化碳	147
1. 中和法	147
2. 非水滴定法	147
(三) 酸不溶物	148
(四) 灼烧减量	148
(五) 氧化钾、氧化钠	148
(六) 硫	149

第十三章 磷及磷矿石分析.....150~185

一、试样的分解	150
二、磷的测定	151
(一) 五氧化二磷	151
1. 磷钼酸喹啉容量法	151
2. 磷钼酸铵容量法	153
附: 快速磷钼酸铵容量法	155
3. 磷钒钼黄分光光度法	155
4. 磷钼蓝分光光度法	158
(1) 磷钼蓝分光光度法	158
(2) 磷钼蓝分光光度法	159
(3) 磷钼蓝分光光度法	159
(二) 有效磷	160
1. 中性柠檬酸铵可溶性磷	160
2. 2% 柠檬酸可溶性磷	161
三、磷矿石分析	161
(一) 酸不溶物	162
(二) 二氧化硅	163
动物胶凝聚重量法	163
(三) 三氧化二铝	164
1. 沉淀分离-EDTA容量法	164
2. 酒石酸掩蔽-EDTA容量法	164
(四) 三氧化二铁	165
磺基水杨酸分光光度法	165
(五) 二氧化钛	165
二安替比林甲烷分光光度法	165
(六) 氧化钙和氧化镁	165
1. 预先分离-EDTA容量法	166
2. 不经分离-EDTA容量法	167
3. 不经分离-EGTA、CyDTA容量法	168
4. 原子吸收分光光度法测定镁	169
(七) 氧化锰	170
1. 高碘酸钾分光光度法	170
2. 原子吸收分光光度法	170
(八) 氧化钾和氧化钠	171
1. 火焰光度法	171
2. 原子吸收分光光度法	171
(九) 氧化钡	172

硫酸钡重量法	172
(十) 氧化铈	172
原子吸收分光光度法	172
(十一) 二氧化碳	173
1. 酸碱容量法	173
2. 非水滴定容量法	174
3. 重量法	174
(十二) 氟	174
1. 离子选择性电极法	174
2. 蒸馏分离-硝酸钍容量法	175
(十三) 氯	176
1. 氯化银比浊法	176
2. 硫氰酸汞间接测定法	177
(十四) 碘	178
1. 碘蓝分光光度法	178
2. 离子选择性电极法	179
(十五) 五氧化二钒	180
1. 磷钨钒酸分光光度法	180
2. 氢氧化铵-氯化铵底液极谱法	180
(十六) 铀	181
1. 不经分离直接还原-钒酸铵容量法	181
2. 乙酸-乙酸盐-铜铁试剂-二苯胍底液催化极谱法	181
3. N_{235} 萃取-偶氮氯膦Ⅲ分光光度法	182
(十七) 稀土元素	183
PMBP-苯萃取分离、偶氮膦Ⅲ光度法测定稀土总量	183
(十八) 其它项目	184
附：硫磷铝铈矿分析	184
一、试样的分解	184
(一) 酸溶碱处理	185
(二) 灼烧后酸溶	185
二、测定方法	185
(一) 五氧化二磷	185
(二) 氧化铈的测定	185
(三) 其他项目	185

第十四章 硫及硫铁矿分析.....186~202

一、试样的分解	186
---------------	-----