

铅铜锡镍冶金分析

(操作规程)

昆明冶炼厂

一九七九年

PDG

铅铜锡镍冶金分析

(操作规程)

前 言

在英明领袖华主席为首的党中央的领导下，全国人民正为实现“四个现代化”而积极工作。各行各业，突飞猛进。我们冶金工业的飞速发展要求我们分析人员不断提高技术，迅速准确地完成分析工作。

我们总结我厂多年来的生产实践和科学试验，经过集体讨论，编写了《铜铅锡镍冶金分析》一书。在编写过程中，主要以我厂冶金分析实践经验为主，同时也吸收和采纳国内外先进经验，尽量通俗易懂，力求理论和实践的统一，以供分析人员参考。

在生产斗争和科学试验范围内，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。实践是检验真理的标准，认识是无止境的。由于我们水平有限，缺乏编写经验，因此，书中难免有缺点和错误，欢迎读者批评、指正。

昆 明 冶 炼 厂

一九七八年十一月

说 明

一、对分析试样质量的要求：矿样或渣样一般须通过150网目，并应是干燥的。金属试样应为钻屑、锯屑或锉粒，其粒重应在20毫克以下（其中金属成品光谱定量分析试样：电铅、电锡为直径10毫米金属棒状，长60~100毫米。电银、电金、电锌为直径6毫米金属棒状。）液体试样应无混浊沉淀。

二、试剂配制及分析操作用水，除特别指明外，均为一次蒸馏水。

三、所用试剂质量要求：常量元素分析一般用三级试剂，标准溶液及微量元素分析，一般用一级或二级试剂，高纯金属分析须用高纯或特纯试剂。

四、分析操作中所用试剂浓度配制，除指明溶剂外，均为水溶液。其百分浓度系指100毫升溶液中所含溶质克数。

五、方法中凡未注明浓度的酸、碱均指浓溶液，如盐酸、即指浓盐酸（比重1.19）。1:2、3:2……等溶液，前项为酸或某溶液体积，后项为水的体积之比。如稀酸以百分含量表示的亦为体积百分比。

六、重量法中“称至恒重”系指先后两次烘干或灼烧后称量之差不超过0.3毫克。

七、比色法测定某项元素的含量（ $\alpha\%$ ）按下式计算：

$$x \% = \frac{S - B}{G} \times 100$$

式中符号：

1. 目视级差比色：

S —— 与试样色度相同的标准级差中含有待测元素量（克）。

B —— 与空白试样色度相同的标准级差中含有待测元素量（克）。

G —— 比色测定分取试样量（克）。

2. 滴定比色：

S —— 试样滴定比色耗用标准溶液含有待测元素量（克）。

B —— 空白试样滴定比色耗用标准溶液含有待测元素量（克）；直接在空白试液中滴入标准溶液比色时，其值为零。

G —— 比色测定分取试样重（克）。

3. 光电比色：

绘制工作曲线方法：以光密度（ P ）为纵座标，以测定元素浓度为横座标，将不同浓度的标准级差测得的光密度定出相应的座标位置，绘制成工作曲线。

试样分析（及空白试验）按测得的光密度，由工作曲线查出相应的元素含量，再按上式计算。当以空白试验为参比溶液，测定试样光密度时， B 值为零。

八、滴定法是根据氧化还原、络合、中和、置换等反应所用的标准溶液，滴定被测元素的溶液至终点，所消耗的标准溶液毫升数，来计算试样中被测组份的含量。

$$\text{被测元素}\% = \frac{\frac{\text{消耗标准}}{\text{溶液毫升数}} \times \text{当量浓度} \times \text{毫克当量}}{\text{试样重(克)}} \times 100$$

九、重量法是将被测元素通过化学反应后生成的沉淀，经过滤，洗涤、烘干、灼烧后称量至恒重后的数据和沉淀的已知组成，来计算试样中被测组份的含量。

$$\text{被测元素}\% = \frac{\text{灼烧后沉淀重(克)} \times \text{换算系数}}{\text{试样重(克)}} \times 100$$

十、极谱法各种金属离子的半波电位，除特殊指明外，均系对饱和甘汞电极而言。

极谱法中按比较法计算分析结果，系指将标准与试样所得波高进行直接比较而求出未知试样中待测元素的百分含量。计算公式如下：

$$\text{试样中待测元素}\% = \frac{hx}{h} \times \frac{S}{S_1} \times \frac{W}{G} \times 100$$

式中，

h 、 hx ——分别为标准及试样的波高（毫米）；

S_1 、 S_2 ——分别为标准及试样测量波高时的灵敏度；

W ——标准中待测元素含量（克）；

G ——称取试样重量（克）。

目 录

第一章 铅冶金分析

一、粗铅分析

- (一) 铅的测定 (合同方法) EDTA法 (1)
 - (二) 银的测定 (方案一) 硫氰酸盐法 (3)
 - (方案二) 原子吸收法 (4)
 - (三) 金的测定 结晶紫比色法 (4)
 - (四) 铈的测定 (方案一) 孔雀绿比色法 (5)
 - (方案二) 碘化钾比色法 (7)
 - (五) 铈、砷的连续测定 (8)
 - (六) 砷的测定 次亚磷酸盐法 (9)
 - (七) 锡的测定 碘量法 (11)
 - (八) 铜的测定 (方案一) 碘量法 (12)
 - (方案二) BCO比色法 (14)
 - (方案三)
 吡啶硫氰酸盐比色法 (15)
 - (九) 锌的测定 极谱法 (16)
 - (十) 铋的测定 硫脲比色法 (17)
- ### 二、粗铅部颁标准分析方法 (YB739—70)
- (一) 铅的测定 EDTA法 (19)

(二) 银、金的测定·····	火试金法 (20)
三、自产粗铅分析	
(一) 铅的测定 (方案一)	
·····	沉淀分离 EDTA 法 (22)
(方案二)	
·····	掩蔽杂质 EDTA 法 (23)
(方案三) ···	快速 EDTA 法 (25)
(二) 锡的测定 (方案一) ·····	碘量法 (26)
(方案二) ·····	EDTA 法 (27)
(三) 铋、砷连续测定·····	(29)
(四) 铜的测定 (方案一) ·····	PAN 法 (30)
(方案二)	
·····	新亚铜灵比色法 (31)
(方案三) ·····	BCO 比色法 (32)
(方案四) ·····	碘量法 (34)
(方案五) ·····	原子吸收法 (35)
(五) 银的测定 (方案一) ·····	硫氰酸盐法 (36)
(方案二) ·····	原子吸收法 (37)
(六) 铜、砷、铋、锡连续测定·····	(38)
四、铅冰铜分析	
(一) 铅的测定 (方案一) ·····	EDTA 法 (38)
(方案二)	
·····	硫酸铅钾复盐沉淀 EDTA (39)
(二) 铜、铁连续测定 (方案一)	
·····	EDTA—铈量法 (40)
(方案二) ·····	碘量法 (42)

(三) 铁的测定.....	铈量法 (44)
(四) 砷的测定 (方案一)	
.....	蒸馏—溴酸钾法 (45)
(方案二)	重铬酸钾法 (46)
(五) 铈、砷连续测定.....	(48)
(六) 银的测定 (方案一)	硫氰酸盐法 (48)
(方案二)	原子吸收法 (49)
(七) 硫的测定 (方案一)	酸溶重量法 (50)
(方案二)	
.....	烧结—EDTA法 (51)
(八) 铜的测定.....	碘磷法 (53)
(九) 吹炼渣中铜的测定.....	碘氟法 (54)
(十) 吹炼渣中铅的测定.....	EDTA法 (55)
(十一) 吹炼渣中二氧化硅、氧化铁、三氧化	
二铝、氧化钙、氧化镁的测定.....	(56)
五、铅渣分析	
(一) 铅的测定 (方案一)	EDTA法 (57)
(方案二)	
.....	氟化物除硅—EDTA法 (58)
(二) 锡的测定 (方案一)	
.....	氢氧化钠—锌粉熔融碘量法 (60)
(方案二)	
.....	过氧化钠熔融碘量法 (60)
(三) 铜、铈、砷的测定.....	(61)
(四) 二氧化硅的测定 (方案一)	
.....	烧结动物胶重量法 (62)

(方案二)	碱熔动物胶重量法 (63)
(五) 氧化铁的测定	铈量法 (65)
(六) 三氧化二铝的测定 (方案一)	
.....	酒石酸释放—EDTA法 (66)
(方案二)	
.....	氟化物释放—EDTA法 (67)
(七) 氧化钙及氧化镁的测定 (方案一)	
.....	烧结EDTA法 (68)
(方案二)	
.....	酸溶EDTA法 (70)
(八) 铁的测定	铈量法 (72)
(九) 银的测定 (方案一)	双硫脲比色法 (73)
(方案二)	原子吸收法 (75)
(十) 铜的测定	碘量法 (76)
六、铅电解液的分析	
(一) 总酸、游离酸、铅连续测定	(78)
(二) 铜的测定 (方案一)	
.....	新亚铜灵比色法 (79)
(方案二)	BCO比色法 (81)
(三) 砷的测定 (方案一)	古蔡法 (82)
(方案二)	砷钼兰比色法 (85)
(方案三)	
.....	铜试剂银盐比色法 (87)
(四) 铁的测定	铈量法 (89)
(五) 锡的测定	碘量法 (90)
(六) 铈的测定	孔雀绿比色法 (91)

- (七) 铋的测定 (方案一) P 204比色法 (93)
- (方案二) 碘化钾比色法 (94)
- (八) 银的测定 双硫腙比色法 (96)
- (九) 氨基酸的测定 (方案一)
- 间接碘量法 (97)
- (方案二) 中和法 (99)
- (十) β -萘酚的测定 亚硝基萘酚比色法 (100)
- 七、洗极水、冲阴极水分析
- 总酸、游离酸、铅的测定 (101)
- 八、铅阳极泥分析
- (一) 水份的测定 (102)
- (二) 总酸、游离酸连续测定 中和法 (102)
- (三) 铅的测定 (湿极泥) EDTA法 (103)
- (干极泥) EDTA法 (104)
- (四) 铋的测定 EDTA法 (105)
- (五) 银的测定 硫氰酸盐法 (106)
- (六) 锑、砷连续测定 (107)
- (七) 铜的测定 (方案一) ... 氨分离—碘量法 (109)
- (方案二)
- 磷酸钠掩蔽—碘量法 (110)
- (八) 碲的测定 (方案一)
- 三氯化钛——甘油还原碘量法 (111)
- (方案二)
- 二氯化锡还原碘量法 (113)
- (九) 锡的测定 碘量法 (114)
- (十) 金的测定 (方案一)

.....活性炭富集—碘量法(116)

(方案二)原子吸收法(118)

九、电铅片分析

(一) 银的测定 (方案一)双硫脲比色法(119)

(方案二)原子吸收法(121)

(二) 铜的测定 (方案一)

.....新亚铜灵比色法(122)

(方案二)B C O比色法(124)

(方案三)原子吸收法(124)

十、电铅分析

(一) 铜的测定新亚铜灵比色法(126)

(二) 银的测定双硫脲萃取滴定法(128)

(三) 锌的测定 (方案一)双硫脲比色法(129)

(方案二)

.....氨性底液—示波极谱法(132)

(四) 铁的测定邻菲罗啉比色法(133)

(五) 砷的测定 (方案一)

.....砷钼兰比色法(135)

(方案二)

.....钼磷酸盐比色法(137)

(六) 铈的测定孔雀绿比色法(139)

(七) 锡的测定 (方案一)苯芴酮比色法(141)

(方案二)茜素紫比色法(144)

(八) 铋的测定 (方案一)

.....马钱子碱—碘化钾比色法(146)

(方案二)硫脲比色法(148)

十一、电铅中杂质的光谱定量.....(150)

第二章 锡冶金分析

一、焊锡的分析

(一) 铅的测定 (方案一)

.....乳酸掩蔽锡—EDTA法(154)

(二) 锡的测定 (方案一)

.....乳酸释放锡—EDTA法(155)

(三) 铅的测定 (方案二)

.....溴氢酸排锡—EDTA法(156)

(四) 锡的测定 (方案二)碘量法(158)

(五) 铅的测定 (方案三)

.....联合掩蔽锡—EDTA法(159)

(六) 锡的测定 (方案三)

.....氟化物释放—EDTA法(161)

(七) 铅的测定 (方案四)

.....联合掩蔽锡—EDTA法(163)

(八) 锡的测定 (方案四)

.....氟化物释放—EDTA法(164)

(九) 铜的测定 (方案一)

.....新亚铜灵比色法(166)

(方案二)铜试剂比色法(167)

(十) 铁的测定 (方案一)

.....硫氰酸盐比色法(168)

(方案二)

.....磺基水杨酸比色法(169)

(十一) 铋的测定	硫脲比色法(170)
(十二) 铋、砷连续测定	(171)
(十三) 铋的测定	孔雀绿比色法(172)
(十四) 砷的测定	次亚磷酸盐法(173)
二、锡渣分析	
(一) 锡的测定 (方案一)	
.....	锌粉、氢氧化钠熔融—铝片还原碘量法(175)
(方案二)	
.....	过氧化钠熔融—铝片还原碘量法(177)
(方案三)	
.....	过氧化钠熔融—铝片还原碘量法(178)
(方案四)	
.....	酸溶—铝片还原碘量法(179)
(二) 铅的测定	EDTA法(180)
(三) 银的测定	双硫脲比色法(181)
三、氯化亚锡分析	
(一) 总锡的测定	碘量法(183)
(二) 亚锡的测定	碘量法(184)
(三) 铅的测定 (方案一)	EDTA法(185)
(方案二)	极谱法(186)
(四) 氯离子的测定	间接硫氰酸盐法(188)
四、锡电解液分析	
(一) 酸的测定 (方案一)	中和法(189)
(方案二)	中和法(190)
(二) 亚锡的测定	碘量法(191)
(三) 总锡的测定	碘量法(192)

- (四) 铜的测定.....铜试剂比色法(193)
- (五) 铋的测定.....硫脲比色法(194)
- (六) 铅的测定.....极谱法(195)
- (七) 铈、砷的连续测定.....(195)
- (八) 铈的测定.....结晶紫比色法(196)
- (九) 砷的测定.....砷钼兰比色法(197)
- (十) 铟的测定 (方案一) ...罗丹明 B 比色法(198)
- (方案二)EDTA 法(200)
- (方案三)极谱法(200)
- (十一) 铁的测定 (方案一)重铬酸钾法(201)
- (方案二)钽量法(202)

五、锡阳极泥分析

- (一) 酸的测定.....中和法(203)
- (二) 锡的测定.....碘量法(204)
- (三) 铅的测定.....EDTA 法(206)
- (四) 铋的测定.....硫脲比色法(206)
- (五) 铈的测定.....孔雀绿比色法(207)
- (六) 砷的测定.....次亚磷酸盐法(208)
- (七) 铟的测定 (方案一)
-罗丹明 B 比色法(208)
- (方案二)极谱法(209)
- (八) 氟离子的测定.....间接硫氰酸盐法(211)

六、氯化铅分析

- (一) 总铅的测定.....EDTA 法(211)
- (二) 水溶性铅的测定(即氯化铅)...EDTA 法(212)
- (三) 锡的测定.....碘量法(213)

七、锡花、锡花锭分析·····	(214)
八、锡精炼炉前分析	
(一) 铜的测定·····铜试剂比色法	(214)
(二) 铁的测定·····磺基水杨酸比色法	(215)
(三) 铅的测定·····极谱法	(216)
(四) 铋的测定·····碘化钾比色法	(218)
九、电锡的分析	
(一) 铜的测定 (方案一) ·····铜试剂比色法	(219)
(方案二)	
·····新亚铜灵比色法	(221)
(二) 铁的测定 (方案一)	
·····硫氰化钾比色法	(223)
(方案二)	
·····邻菲罗啉比色法	(224)
(三) 铋的测定·····碘化钾比色法	(227)
(四) 铅的测定 (方案一)	
·····双硫脲萃取滴定法	(228)
(方案二) ······电解重量法	(231)
(方案三) ······极谱法	(233)
(五) 锑的测定·····孔雀绿比色法	(235)
(六) 砷的测定 (方案一) ·····砷钼兰比色法	(237)
(方案二) ·····次亚磷酸盐法	(239)
(七) 硫的测定 (方案一) ·····燃烧—碘量法	(242)
(方案二) ······气体发生法	(242)
(八) 铝的测定·····铝试剂比色法	(244)
(九) 锌的测定 (方案一) ·····双硫脲比色法	(246)

(方案二)	极谱法(248)
(十) 电锡光谱分析	(249)

第三章 铜冶金分析

一、铜精矿分析

(一) 铜的测定 (方案一)	碘磷法(252)
(方案二)	碘氟法(253)
(方案三)	氨法(255)
(二) 二氧化硅的测定	重量法(256)
(三) 氧化铁的测定	铈量法(256)
(四) 三氧化二铝的测定	EDTA法(256)
(五) 氧化钙的测定	EDTA法(257)
(六) 氧化镁的测定	EDTA法(257)

二、黄杂铜分析

(一) 铜的测定	碘磷法(257)
(二) 锌的测定	EDTA法(258)

三、铜冰铜分析

(一) 铜的测定	碘磷法(261)
(二) 铁、硫的连续测定	(262)
(三) 铈、砷的连续测定	(264)

四、铜鼓风炉渣分析

(一) 铜的测定	铜试剂比色法(266)
(二) 二氧化硅的测定	重量法(268)
(三) 三氧化二铝的测定	EDTA法(268)
(四) 氧化铁的测定	铈量法(268)
(五) 氧化钙的测定	EDTA法(268)