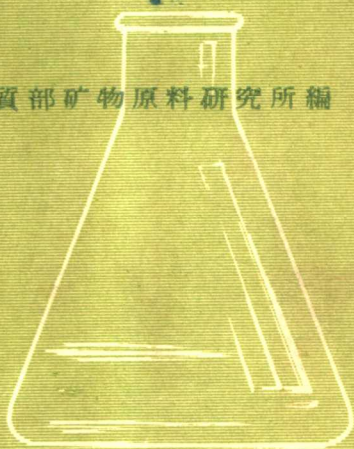




简易化验室

地質部矿物原料研究所編



地质出版社



簡 易 化 驗 室

地質部矿物原料研究所 編

地質出版社

1959·北京

簡易化驗室

編者	地質部矿物原料研究所
出版者	地質出版社 北京宣武門外永光寺西街3号 北京市書刊出版業營業許可證出字第060号
发行者	新华書店
印刷者	地質出版社印刷厂 北京安定門外六鋪炕

印数(京)10001-14500册	1958年11月北京第1版
开本31"×43 ¹¹ / ₃₂	1959年2月第2次印刷
字数50,000	印张2十 插頁
定价(10)0.23元	

目 录

前言	4
一、化驗室的設計及內部布置	6
二、鉄的測定	16
三、錳的測定	17
四、鉻的測定	19
五、銅矿中銅的測定——銅鉄分离的碘量法	20
六、矿石中鋅的測定——碘量法	24
七、銅和鋅的測定	27
八、鉛的測定	29
九、鈦的容量法測定	31
十、鈾的比色測定	33
十一、鎳的測定	35
十二、鎳的測定——鎳鉄分离的丁二肟比色法	37
十三、矿石中鈷的測定——不預先分离的亞硝基 R 鹽比色法	39
十四、鋁土矿和粘土中二氧化硅的測定法	42
十五、鋁土矿中三氧化二鋁的測定	44
十六、硫的測定	48
十七、鉛鋅矿中游离硫的測定	50
十八、磷灰石中五氧化二磷的酸硷滴定測定法	51
十九 石灰岩或白云岩中二氧化碳、鈣和鎂的測定	55
二十、錫矿石中錫的比色測定	57
二十一、汞的測定	59
二十二、硼的容量法測定	61
二十三、矿石中錫的測定——碘量法	64
二十四、銻的測定	68
二十五、鉬矿中鉬的測定	70

前 言

自党中央提出大力发展地方工业以来，各地地方工业的发展极为迅速；其中土法炼铁炼钢的发展速度更是惊人。随之群众都发动起来了，踊跃参加找矿工作。矿石找出来了，但是化验工作远远跟不上来。为了适应这种新的形势，本着党中央关于把技术交给群众的精神，我们打破了陈规，设计出这样一个“土化验室”，编写出20余种普通元素的分析方法，集成这本小册子，希望对于开创地方性的化验工作有所帮助，以促进建设事业的大跃进。

这里收集的20余种分析方法，都是我们在工作中行之有效的办法；并且都是容量法或比色法，一般说都是比较快速和不需要特殊试剂与特别技术的要求的，因之也适合简易化验室的需要。一般具有初中毕业或高中文化程度的同志，经过3—6月的训练就可以胜任这类化验室的工作。

当然，也应该说明一下：这些方法仅能适应于一般矿物中各该主要成分（元素）的测定。对于复杂、难溶或有大量干扰元素的矿物，则不能适用。这个化验室也暂时不能进行全分析工作。同时对于标准基物的标定也有许多困难，暂时只能由试剂厂或大化验室供应。但是我们相信，在这个基础上逐渐予以扩充和化验人员技术水平逐渐提高之后，这些问题也就会一步一步地得到解决。

如果条件许可时，可购置分析天平一台；这样就完全有条件自行标准基物的标定工作，同时也可以采用重量分析方法。若再有几只铂坩埚，则在适当添加一些试剂后，对于一般的矿石全分析工作（如碳酸盐、硅酸盐、磷灰石、粘土、铁

鐵礦、有色金屬礦石)也能順利地進行。

分析所用試料，均應仔細研磨至細粉，以便能夠較好地溶解。對於如何選擇碎樣工具，以及按照一定規程粉碎試料以保證取樣具有代表性，這是一個問題。不過，現在要解決的問題僅僅是採集到的礦物到底含有那些元素和其含量多少的問題，並不涉及礦區儲量的問題。因此碎樣的問題實際上也並不存在了。

這個工作還是第一次嘗試，待以後在實際工作中取得更多經驗後，將逐漸修正和補充。

一、化驗室的設計与内部布置

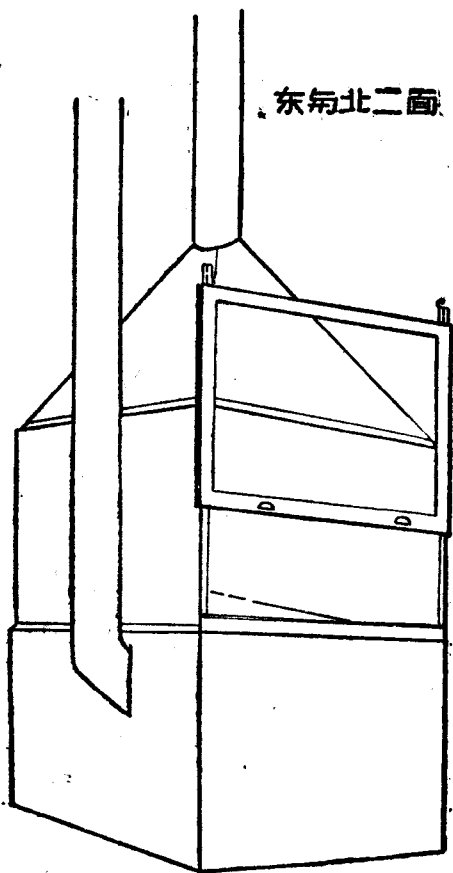
化驗室的設計与内部布置如平面图所示。化驗室面积 280×340 平方公分，高不低于 290 公分。另設碎样間，天平室与蒸餾水房三間，其面积各为 120×140 平方公分。正門开在南向微偏西，寬 100 公分，高 220 公分；太平門在碎样間后牆，其大小与室間相通的各門一样，均为寬 60 公分，高 210 公分。

化驗室东向有窗；窗离地面 110 公分，寬 180 公分，高 150 公分。

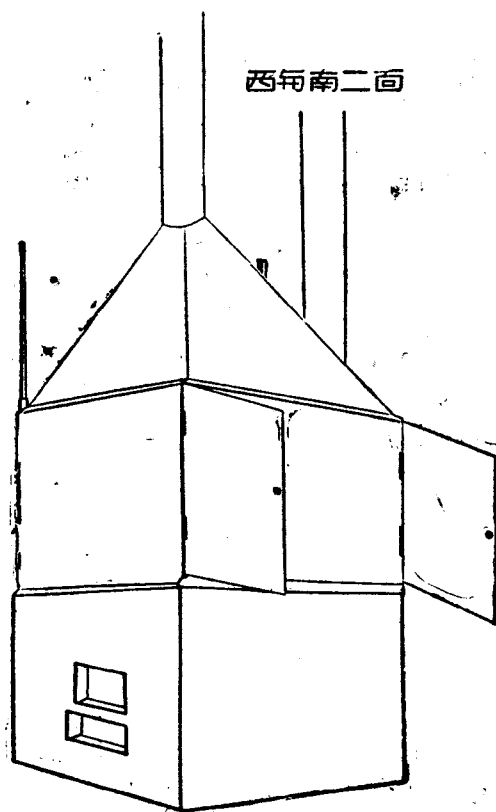
天平室与蒸餾水房也各开一窗，窗均离地面 110 公分，高 150 公分，寬度分別为 60 与 110 公分。

正門的左边設有一水槽，槽底連于阴溝；污水通过阴溝流入街道下水道中。

室的南向靠东是加热間。加热間是用来加热分解試料用的，其作用相当于一般化驗室中电热板与通风橱。加热間的底部是一个炭爐灶或煤爐灶，爐門开在室外，烟筒在爐門的对面；这部份是独立的，不与室内相通，可以避免爐灰进入室内。爐身以磚或石块与水泥砌成。爐頂是一块 60×80 平方公分的活动鉄板，鉄板安置的高度离室内地面高約 80 公分。鉄板上鋪有細砂，爐中生火后即將鉄板上細砂加热，即为加热用的热源。鉄板面上靠室外三面圍以磚或石块与水泥砌成的牆，均高 70 公分。与室内相对的一面还开一窗；平时关紧，由于气候的关系在热板上酸气不易抽出的时候，可以打开以減少室内的酸气。靠室内一面亦先以磚砌高約 5 公分，其上安裝可以拉动的玻璃門。頂部是以約 60 度向上傾斜的木制尖頂；尖頂中央是出气孔，連接一排气管，其高度越高抽气能力亦越强。



加温間構造图之1

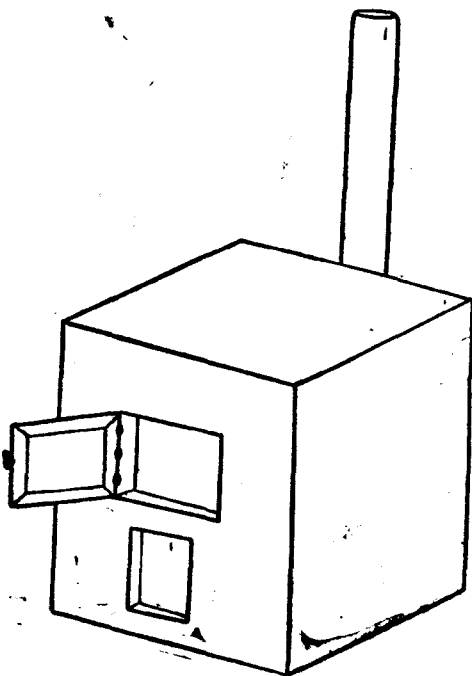


加 热 間 構 造 图 之 2

若条件許可时,于其上安裝一个电动抽气机。其構造見附图。

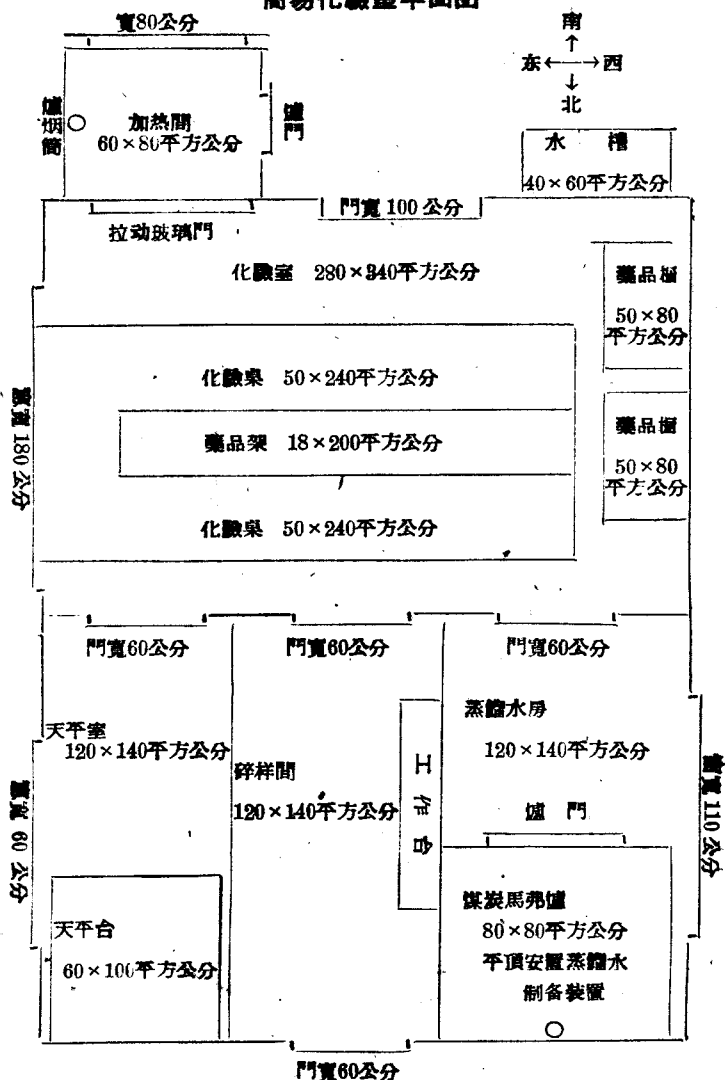
室内布置: 工作台、桌、櫥等都是木制的, 可以根据实际情况制作不同样式。化驗桌高約86公分, 桌上最好有一藥品架, 可以放置正在使用中的制备溶液。架共二层, 每层高約40公分; 寬約18公分。

天平台与煤炭馬弗爐用磚、石块与水泥砌成。天平台面离地高約86公分, 台面面积 60×100 平方公分。煤炭馬弗爐高約100公分, 面积 80×80 平方公分。爐頂平面置一石棉板隔热, 其上即可安置蒸餾水制备裝置。



煤炭馬弗爐圖

簡易化驗室平面圖



(一) 需用仪器

烧杯	600毫升	2个	400毫升	12个
	250毫升	12个		
容量瓶	500毫升	6个	250毫升	6个
	100毫升	12个		
锥形瓶	1000毫升	2个	500毫升	6个
	250毫升	6个	100毫升	6个
漏斗	6厘米直径	12个		
比色管	50毫升	20支	20毫升	20支
滴定管	50毫升	3支	25毫升	3支
	5毫升	2支		
吸液管	25毫升	3支	10毫升	3支
	5毫升	3支	1毫升	3支
滴瓶	30毫升	5个		
量杯	250毫升	1个	100毫升	1个
	25毫升	3个	10毫升	3个
洗瓶	500毫升	3个		
表皿	9厘米直径	2个	6厘米直径	
	12个		7厘米直径	12个

蒸馏装置 1套(包括1000毫升蒸馏瓶1个,冷凝管1支,铁架2个铁圈1个万能夹2个蒸馏水瓶2只)。

试剂瓶	500毫升	3个	250毫升	3个
干燥器	2个			
潘菲氏蒸馏管	(长21厘米,内径0.5厘米,球径2厘米) 20支			
康氏漏斗	5支			
酒精灯	3个			
玻璃管	内径0.6厘米	200克		
玻璃棒	200克			
胶木瓶	(或涂腊玻璃瓶) 2个			
胶木杯	6个			
胶木量筒	10毫升	1个		

瑪瑙研鉢	7 厘米直徑	1 个	
磁坩堝	30毫升	50个	
鉄坩堝	30毫升	50个	
漏斗板	6 孔	3 个	
石棉网	3 个		
泥三角	3 个		
篩子	40目篩	1 个	
混样刀 (鏟子)		1 个	
橡皮布	50平方公分	1 块	
公分手秤	称重 1 克, 感重 1/100 克		2 支
	称重 5 克, 感重 1/10 克		2 支
	称重 200 克, 感重 1/2 克		1 支
分析天秤	1 台 (有条件时購置)		
橡皮管 軟質	3 公尺		
牛角匙	5 支		
秤样刀	2 支		
比色管架	2 个		
坩堝鉗	2 把		
鍍刀	1 把		
打孔器	1 套		
簡易烘箱	1 只		
石棉板	50平方公分	5 块	
毛刷	(扫样用)	2 支	
刷子	(洗燒杯用)	2 支	
軟木塞	大小号共	200 克	
鉄架	3 个		
滴定管夾	3 个		
鉄圈	大小号	各 3 个	
馬弗爐爐身	1 支 (必要时購置)		

(二) 需用試剂:

标准基物类:

磷苯二甲酸氢鉀

10×2.042 克

$\text{NaH}_2\text{PO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$	20 × 0.0900克
$\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$	10 × 0.0404克
$\text{NiSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$	10 × 0.0476克
Fe_2O_3	50 × 0.2500克
Cu片	30 × 0.100克
Pb片	15 × 0.100克
$\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$	40 × 0.2195 + 15 × 0.0981克
TiO_2	10 × 1.000克
Sn片	10 × 0.2000克
Sb片	20 × 0.1000克
MoO_3	10 × 0.2000克
汞	10.00克
鋅	10 × 1克
NH_4VO_3	10 × 0.1287克
联苯胺	25克
氫酸鉀	5克
苯二甲酸氫鉀	500克
酒石酸	500克
鋁片(不含錫)	200克
大理石	200克
氫氧化鉀	500克
氟化鉀	500克
醋酸鋅	70克
醋酸钠	200克
亞鉄氰化鉀	100克
鉄明矾	100克
硫脲	40克
焦性硼酸钠($\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$)	500克
鹽酸	1500克
硝酸	8000克
硫酸	5000克

磷 酸	3000克
醋 酸	1000克
氨 水	7500克
氢氧化鈉	1000克
砒酸鈉	1000克
氧化鋅	250克
过氧化鈉	500克
溴	25毫升
特里隆 B	150克
氯化鋇	500克
氯化鎂	10克
醋酸鈉	1000克
硝酸銨	1000克
氯化銨	2500克
氟化銨	250克
氟化銨銨	250克
硫氰酸鉀	500克
过硫酸銨	1000克
硝酸銀	50克
高錳酸鉀	100克
摩尔鹽	250克
碘化鉀	1000克
硫代硫酸鈉	500克
鉄氰化鉀	100克
氯代鈉	1000克
硫酸銅	10克
重鉻酸鉀	100克
硫酸錳	25克
氯化鉀	1000克
草酸鈉	250克
鉍酸銨	500克

酒石酸鉀鈉	250克
二甲基乙二醛脞	25克
磺基水楊酸	500克
檸檬酸	500克
淀 粉	50克
酒 精	1500克
酒 精 (点灯用)	3000克
亞硝基R鹽	10克
甲 基 橙	5克
甲 基 紅	5克
酚 酞	5克
鉻黑 T	5克
紫脲酸鈉	5 克
二苯胺磺酸鈉	5 克
三乙醇胺	50克
氯化鈣 (无水)	500克
濾 紙	定性 3 盒
	定量細、中、粗、各 2 盒
磷酸氫二鈉	50克
硝酸鉀	500克
亞硫酸鈉	500克
甲醛	500克
碘	50克
硫黃	250克
过氧化氫	1000克
硫化鈉	500克
金屬鋅 (合狀)	500克
苯 (分析純)	500克
硫酸高铁鈉	100克
鉍酸鈉	5 克
蔗糖	60克
碳酸氫鈉	500克
石蕊試紙 (紅藍各一)	2 管

二、鉄的測定

(一) 提 要:

在磷基水楊酸存在下，以特里隆B 滴定三价鉄，是本法的基本原理。

(二) 試 剂:

1. 鹽酸 1:1。

2. 硫酸 1:2。

3. 氨水。

4. 磷基水楊酸: 每 100 毫升 25% 的磷基水楊酸溶液加入 2.5 毫升濃硫酸。

5. 鉄的标准液: 每毫升含 2.5 毫克 Fe_2O_3 一称 0.25 克氧化鉄溶于 50 毫升 1:1HCl 溶液中，過濾，用水稀釋至 100 毫升，溶液的滴定度用重量法或普通重鉻酸鉀容量法來确定。

6. 特里隆B 0.05M 一称取 9.30 克特里隆B 溶于 100 毫升微加热的蒸餾水中，溶液過濾至 500 毫升容量瓶中，加水至刻度，搖勻。

特里隆B 滴定度的标定: 在 250 毫升錐瓶中用吸管吸出 20 毫升的标准溶液，加入氢氧化鉍至开始出现氢氧化鉄沉淀，再用硫酸 (1:2) 溶解，然后加 5 毫升磷基水楊酸溶液，加水使溶液体积为 100 毫升，加热至 40—50°C，用 0.05M 特里隆B 滴定至紫紅色轉变为檸檬黃色。特里隆B 滴定度根据滴定时所用氧化鉄的量确定。

7. KMnO_4 。

(三) 測定手續: 0.1—0.2 克矿样在燒杯中，以少