

丹尼尔格里夫斯有限公司

威瑟姆化验室

检验技术资料

(译稿)

上海进出口商品检验局

1981·10

Daniel C. Griffith 公司的分析试验室

Griffith 集团的中心试验室坐落在埃塞克斯的威瑟姆该公司的总办公处和工作中心。

综合实验室建立于1973年，全部综合性工作是由我们职工自己设计的。目前，整个场所占地2英亩，实验室的面积超过12000平方呎。

作为集团的中心试验室，它负责所有矿产的仲裁工作，而某些铜精矿则除外，因为地理上的种种因素，由我们在澳大利亚的试验室化验。

本试验室还负责在联合王国、荷兰、澳大利亚、玻利维亚和西德的 Griffith 试验室的技术管理。在各国的 Griffith 试验室之间有定期的控制试样和工作人员的互换，这对保持最高的可能的标准和荣誉是必要的。

目前本试验室的工作人员约有50人，其中半数是有经验的合格的化学师。试验室组织的主要特点之一，是培训规划和招聘新工作人员的工作计划，从而保证直接来自中学和大学的青年工作人员在实用的、经典的和器械分析化学等各方面经过充分的训练。

我们就按此办法来保持一个国际水平的试验室所应有的专业性的深度。高级的工作人员积极地参加了许多分析方法和技术发展的国内和国际组织。

我们的化验室有4个主要部门：

1. 普通分析组

这些部门代表了试验室的大部分，并担承了贵金属以外的所有其他元素的分析。

所采用的方法，一般是根据公认的经典的容量法和重量法。这就尽可能地保证所用的任何方法将获得可能的最高水平的正确度和精密度。这对一个国际仲裁的试验室是特别重要的。

2. 贵金属组

这个部门分为2个组，一个组进行用火试金法，另一个组进行

贵金属的湿法化学测定。这个部门自从1850年开始工作以来已成为试验室的特殊力量。我们是在经常的基础上为主要的金矿和铂矿工作，因而化学师们对存在于矿石、废料和残渣中的痕量直至存在于金块和铂金属精矿中大量金属的复杂测定，有极丰富、高深的经验。

所做的工作中还包括大量的以贵金属为基础的用于石化工业的催化剂。

3 仪器分析组

在威瑟姆的试验室分为2个部门。一个使用光谱法，另一个使用原子吸收分光光度法和可见紫外分光光度法。这些试验室都配备了新颖的必要的设备来保持我们的荣誉。这个地区试验室的重要关键是所聘请的仪器分析化学师都是经过训练的经典分析化学师，这对保持我们的灵活性和多面性是极其重要的。所进行的工作，不仅包括金属、矿产品和矿石中为商业要求而测定痕量元素，而且为工业单位进行快速的质量控制和规格分析。

后述的这些工作有赖于设置在联合王国的另一个试验室中的X射线荧光分析仪(XRF)。

试验室地区经过谨慎设计以减少试样的污染，因此我们的主要地球化学试验室已建立于利物浦的另一个场址。

4 试样制备区域

这是我们类型试验室的关键地区，特别是关系到仲裁工作。在很多情况下，仲裁是由于提供分析的样品不均匀性所导致的，在这些情况下，分析前将材料仔细地混和及过筛是极其重要的。

象我们这样规模的试验室不可能对要分析的全部材料和元素用手工操作，随附一些所采用的操作程序例子。很明显，这些是一般被应用的方法，但是在应用于新材料之前是要经过详尽研究的。

对于分析化学的全面技术性的讨论，本公司表示欢迎，经常准备对特定材料所用方法进行讨论或对新方法进行审核。

方 法 篇 索 引

参考号	方法
(普通试验室)	
G.A.L. 1	铜 I — 铜于铜精矿、矿泥、冰铜、铅和锌精矿，低级铜锭中。
G.A.L. 2	铜 II — 铜于粗铜，阴极铜，电解铜中。
G.A.L. 3	铜 III — 铜于废料，转炉灰中。
G.A.L. 4	锡于矿石、锡精矿，矿渣及任何非金属中。
G.A.L. 5	锡于铜和铅基材料中。
G.A.L. 6	硫以燃烧法测定。
G.A.L. 7	锑于矿石及锑精矿中。
G.A.L. 8	硫于铅基轴承材料中。
G.A.L. 9	硫于锡精矿中。
G.A.L. 10	硫于硫化矿类中。
G.A.L. 11	硫于锑基轴承材料中。
G.A.L. 12	铅于钡基轴承材料中。
G.A.L. 13	铅于锡和锑基轴承材料中。
G.A.L. 14	铅于铅锭中。
G.A.L. 15	锌于菱锌矿中。
G.A.L. 16	砷 I — 砷于铜、铅及锌精矿，铜胶合剂，浮渣，冰铜及废料材料中。
G.A.L. 17	铁 I — 铁于锡精矿及矿物中。
G.A.L. 18	铁 II — 铁于矿物中。
G.A.L. 19	铁 III — 铁于锌精矿中。
G.A.L. 20	铁 IV — 铁于铬铁矿中。
G.A.L. 21	锌于锌精矿中。
G.A.L. 22	钼于不含钼的钼精矿中。
G.A.L. 23	磷 I — 磷于铁矿和锰矿中。
G.A.L. 24	钼 I — 钼于钼铁中。
G.A.L. 25	钼 II — 钼于高含量钼矿中。

参考号	方法
G.A.L. 26	稀土材料的分析。
G.A.L. 27	焦宝石的分析。
G.A.L. 28	锰I—二氧化锰于锰矿中。
G.A.L. 29	锡于钽铁矿，铌铁矿和钨材料中。
G.A.L. 30	铅于煅烧的菱锌矿中。
G.A.L. 31	锌于锌铁酸盐和高铁轴承材料中。
G.A.L. 32	锑于白金属，活字金属和锡铅合金中。
G.A.L. 33	钒I—钒于钒—钒精矿中。
G.A.L. 34	钒II—钒于钒铁中。
G.A.L. 35	锰II—锰于锰矿及锰铁中。
G.A.L. 36	铋I—铋金属，废料和残渣。
G.A.L. 37	硒I—硒于槽房矿泥，硒精矿和低度金属硒中。
G.A.L. 38	锑于矿石和精矿中用电位滴定。
G.A.L. 39	氧化亚铁于铁矿中。
G.A.L. 40	铬于铬铁矿中。
G.A.L. 41	锆于精矿中。
G.A.L. 42	重量法测定碳。
G.A.L. 43	硅于铬精矿和矿石中。
G.A.L. 44	硼矿的分析。
G.A.L. 45	磷于磷岩矿。
G.A.L. 46	金属铁用滴定法。
G.A.L. 47	油份测定于辉钼矿精矿中。
G.A.L. 48	钴的测定于氯化钴溶液中。
G.A.L. 49	镍的测定于粗镍中。
G.A.L. 50	用电解法测定镍和钴于粗制金属中。
G.A.L. 51	硅的测定于铁矿和锰矿中。
G.A.L. 52	总碳的测定以二氧化碳计于菱锌矿中。
G.A.L. 53	用电解法测定铜于铜精矿中。
G.A.L. 54	三氧化钨的测定。

方法—铜I

容量法测定铜精矿，矿泥，冰铜，铅精矿和锌精矿及低级铜铀中的铜。

原 理：

试样溶解后，干扰元素被络合，释出的碘用硫代硫酸钠溶液滴定。

试 剂：

尽可能用分析纯级试剂。

氨水溶液 (1 + 1)	以等体积氨水 (比重 0.88) 与水混和。
硫酸亚铁铵 溶液约 0.2M	溶解 200 克硫酸亚铁铵于 2.5 升 5% V/V 硫酸中。
二氟化氢铵	溶解 100 克于 1 升水中。
氢溴酸比重 1.47	
过氧化氢 100 体积	
硝酸比重 1.42	
高氯酸比重 1.54	
碘化钾	
硫氰化钾溶液	溶解 400 克硫氰化钾于 1 升水中。
过氧化钠	
硫代硫酸钠 (约 0.1M)	溶解 250 克硫代硫酸钠于水加入 0.5 克碳酸钠并用水稀释至 10 升。
溴氢溴酸 10% V/V	加 100 毫升溴于 900 毫升氢溴酸中。
淀 粉	将 2 克淀粉调成糊状并缓缓加至沸水中， 冷却。

溶 解：

a) 铜精矿，铅铜精矿或冰铜

称取 0.5 克样品于 500 毫升宽颈锥形瓶中并按“方法”中进行。

b) 阳极泥

称取 0.5 克样品于 500 毫升宽颈锥形瓶中，加 30 毫升溴氢

溴酸溶液并在低温电热板上蒸发至干，按“方法”中进行。

c) 锌及铅精矿

称取1.0克样品于500毫升宽颈锥形瓶中并按“方法”中进行。

d) 如某些材料含有金属情况时，加30毫升硝酸(1:1)并温热直至溶解再按“方法”中进行。

e) 低级金属锭

称取2.0克样品于弗利浦型400毫升烧杯中，加30毫升硝酸(1:1)温热直至溶解。加30毫升高氯酸及少许沸腾碎砖并强烈冒烟，冷却，于200毫升容量瓶中稀释至200毫升。用移液管吸取25毫升溶液于500毫升广口锥形瓶中，并按“方法”从“煮沸5分钟”起进行。

方法：

根据铜含量称取0.5克或1.0克，加15毫升高氯酸，少许沸腾颗粒，盖以錶面皿并继续冒烟直至样品溶解，冷却，加入50毫升水并煮沸5分钟，冷却，加10毫升硫酸亚铁铵溶液和5毫升100V过氧化氢煮沸10分钟，冷却。用氨水(1:1)中和并过量数毫升。

加入50毫升二氟化氢铵调节体积至200毫升，加入3克碘化钾并用0.1M硫代硫酸钠滴定直至颜色褪为奶油色。加入2毫升淀粉溶液并继续滴定至兰色几乎褪去。加入5毫升硫氰化钾溶液并继续滴定至兰色消失。

硫代硫酸钠的标化：

准确称取约0.25克纯铜于500毫升锥形瓶中，加入15毫升高氯酸加热至金属溶解。冷却加入50毫升水并煮沸5分钟，冷却。然后按“方法”中操作程序从“用氨水(1:1)中和……”。以每毫升硫代硫酸钠溶液相当于铜的克数来表示系数。

J. S. Tollfree-3/10/75

方法—铜II

电解法测定粗铜，阴极铜和电解铜中的铜。

原理：

铜经溶解并处理干扰元素后，铜被电镀于已称重的铂阴极上。

试剂：

所有试剂尽可能用分析纯。

氨水溶液比重0.88。

硝酸铵溶液 10% W/V 溶解 100 克硝酸铵于 600 毫升水并稀释至 1 升。

硝酸锰溶液 2% W/V 溶解 2.0 克硝酸锰于 600 毫升水并稀释至 1 升。

硝酸溶液 (1:1) 加 500 毫升硝酸比重 1.42 至 500 毫升水中。

高锰酸钾约 0.1N 溶解 3.2 克高锰酸钾于 600 毫升水并稀释至 1 升。

甲醇、丙酮、100V 过氧化氢。

方法：

称取 5 克试样（电解铜称 10 克），于 400 毫升高型烧杯中，加 40 毫升 (1:1) 硝酸，温热至试样溶解然后煮沸以驱氮的氧化物。冷却，用水稀释至 100 毫升。加氨水溶液直至出现深兰色，必要时过滤，加硫酸 (1:1) 直至溶液清亮。接着加 0.1N 高锰酸钾直至淡红色不消失。加 2.0 毫升硝酸铵溶液。边搅拌边加入 5 毫升硝酸锰并稀释至 250 毫升。

于 1 安培电流下电解过夜至一已称重的铂阴极上，确保铂阴极和阳极尽可能接近烧杯底部。于第二天早上将电极举起用水充分淋洗，将阴极在甲醇中淋洗然后在丙酮中淋洗，干燥，冷却并立即称重。得到的重量是铜+银。

J. S. Tollfree-3/10/75

方法 — 铜 III

废料、转炉灰中的铜的测定。

原 理：

试样溶解，滤去不溶物并用氨水分离然后将铜电解。

试 剂：

所有试剂品质尽可能用分析纯。

硝酸溶液 (1 : 1) 加 500 毫升硝酸比重 1.42 至 500 毫升水中。

氨水溶液 (1 : 1) 加 500 毫升氨水比重 0.88 至 500 毫升水中。

硫酸 (1 : 1) 加 500 毫升硫酸至 500 毫升水中。

洗涤液 溶解 10 克硝酸铵于 1 升水再加 10 毫升氨水。

方 法：

称 5 克试样 (曾用铝熔融或含硅较高的则称 2 克) 于 400 毫升矮胖型烧杯中，加 40 毫升硝酸 (1 : 1) 温热至样品溶解，煮沸驱除氮的氧化物 [注 I]，过滤至一矮胖型 400 毫升烧杯，用热水充分洗涤。将滤纸及残渣移至一坩埚于高温炉中炭化 [注 II]。将滤液氨化，煮沸并通过一 15 公分 541 滤纸滤入一 600 毫升高型烧杯，用热洗涤液充分洗涤。用盐酸 (1 : 1) 溶解沉淀至原烧杯中 [注 III]。用硫酸 (1 : 1) 酸化滤液，并在搅拌下于 2 安培下进行电解于一已称重的铂阴极上直至所有铜都沉积。用水充分淋洗阴极然后浸入甲醇中再浸入丙酮中，干燥，冷却并立即称重。保留电解液，[注 II]。

[注 I]：如试样中含铅，加入 10 毫升硫酸 (1 : 1)，如试样中含银加入最低量的 10% 盐酸使银沉淀为氯化银。

[注 II]：残渣用 5 - 10 克过氧化钠熔融，冷却滤取于原烧杯并用盐酸酸化。把溶解的氨沉淀物及电解液一起转移至 1 升容量瓶中，稀释至 1 升。溶液的铜用原子吸收光谱测定。测得值必须加至电解法所测得铜的数上。

G.A.L. 4

矿石，精矿，矿渣和任何非金属中测定锡

原理：

物料用过氧化钠熔融，熔融物用水浸取并用盐酸酸化。少量钨质被铁分离除去，锡被镍还原，最后用碘化钾/碘酸钾溶液滴定用淀粉作指示剂。

试剂：

1. 二氧化碳
2. 过氧化钠（分析纯）
3. 盐酸（分析纯）比重1.18
4. 盐酸（2:98） 200毫升盐酸（比重1.18）用水稀释至1升。
5. 碘化钾（分析纯）
6. 碘酸钾 II / 6 溶解60克碘酸钾，1000克碘化钾和13.3克氢氧化钠于10升水中。
7. 铁粉 混合等量的电解铁粉和氢还原铁粉。
8. 'Vitex' 淀粉
9. 棉花
10. 大理石碎片（天然的） 小到中块。

方法：

1. 正确称取1克试样（双试验）于坩埚中，*与一匙**过氧化钠混和*在煤气灯上加热直至过氧化物熔融并使样品全部分解。转动坩埚确保所有试样都被熔融。
2. 当坩埚冷却后，将熔融物轻轻敲出置于400毫升矮胖型烧杯中，杯中置有100毫升水，盖上盖皿。
3. 冷却后加100毫升盐酸（比重1.18）于烧杯中，用酸浸出坩埚内容物，将坩埚洗出，洗涤液置烧杯内。
4. 加入5毫升4%碘化钾和一平镍匙的铁粉至烧杯中，在电

热板上加热至 $70-80^{\circ}\text{C}$ 。

5. 让铁的分离继续至恰好有少量的铁粉剩留在烧杯底部。
注意：有些什质的残渣可能沉淀，必须小心区别铁和这些什质—什质通过棉花塞过滤除去。

6. 通过一小棉花塞过滤至—300毫升处有刻度的500毫升胖肚锥形瓶。

7. 淋洗搅棒于烧杯中，然后用热稀盐酸（2.5%）淋洗烧杯至胖肚锥形瓶，并继续用酸淋洗棉花塞至少洗二次。

8. 除去塞子并冲洗漏斗及颈至锥形瓶中，用水将溶液冲至300毫升刻度，洗涤锥形瓶颈内周。

9. 插入一根玻璃棒以支持一圈曾在混有少量氯化钠的沸腾盐酸（比重1.18）中清洗过的活性镍，用一带有出口管的橡皮塞塞住锥形瓶。

10. 在热板上将溶液加热至沸，并在热板边上继续煮沸40分钟。

11. 将锥形瓶从热板上移开，通入调节在每平方吋一磅的二氧化碳气流，置冷浴中至少一小时。

12. 当冷却后，除去塞子和镍圈并都用水轻洗至锥形瓶中，加入少许大理石碎片及半镍匙‘Vitex’淀粉指示剂粉末，并用N/6碘酸钾滴至不消失兰色为终点。

标化：

1. 准确称取0.30克，0.50克和0.70克纯锡分别置于3个500毫升胖肚锥形瓶中。

2. 加入30毫升盐酸（比重1.18）并用盖皿盖住锥形瓶，使锡溶解（室温18小时）。

3. 制备熔剂空白如上述方法用1骨匙过氧化钠（方法同从1.***至5.结束）但仅用75毫升盐酸。

4. 将空白熔融物通过棉花塞过滤到含有纯锡溶液的锥形瓶中，并从7.继续操作。

5. 从所取纯锡重量及各相当的终点所需碘化钾/碘酸钾的体积，用下述的公式统计计算锡的系数。

碘酸钾系数的计算：

实验发现，当采用上述操作方法时，如果以碘酸钾溶液的体积 (y) 对锡的重量 (x) 作图，虽可得到一条直线，但线不通过零点。我们曾经常发现一个正的截距 (a) 约从 0.2 到 0.4 变化。

这个 'a' 值可按下式计算：

使 'x' = 锡的重量 (克)

'y' = 滴定度的体积 (毫升)

'a' = 截距

'n' = 测定次数

'b' = 直线的斜率

于是 $a = \bar{y} - b\bar{x}$

此处 $\bar{y} = \frac{\Sigma y}{n}$

$$\bar{x} = \frac{\Sigma x}{n}$$

$$b = \frac{n\Sigma xy - \Sigma x\Sigma y}{n\Sigma x^2 - (\Sigma x)^2}$$

从这个数据碘化物系数 (以锡计) 可计算如下：

$$1 \text{ 毫升 } KIO_3 / KI = \frac{\Sigma x}{\Sigma y - na} \text{ g sn}$$

[注1] 制备镍圈在含 5% 氯化钠的盐酸 (1:3) 中煮沸 5 分钟。

G. A. L. 5

铜及铅基合金材料中锡的测定

原理：

材料在硝酸中消化，锡与二氧化锰共沉淀。沉淀过滤后，灼烧并用过氧化钠熔融。

熔融物溶解并酸化后，锡最后用镍还原并用碘化钾/碘酸钾容量法测定以淀粉作指示剂。

试剂：

1. 二氧化碳—用压缩钢瓶。
2. 过氧化钠分析纯。
3. 盐酸分析纯（比重 1.18）
4. 盐酸（2:98）—用水稀释 20 毫升盐酸（比重 1.18）至 1 升。
5. 碘化钾分析纯。
6. 碘酸钾 N / b—溶解 60 克碘酸钾，1 ml \approx 0.01 克 Sn
1000 碘化钾及 133 克氢氧化钠于 10 升水中。
7. 铁粉—混和等量的电解铁粉和氢还原的铁粉。
8. “Vitex” 淀粉
9. 棉花
10. 硝酸（1:1）—稀释 1 体积的分析纯（比重 1.42）硝酸与等体积水。
11. 硝酸锰溶液—溶解 500 克硝酸锰于水中并稀释至 1 升。
12. 高锰酸钾溶液—溶解 20 克分析纯高锰酸钾于水中并稀释至 1 升。
13. 二氧化硫溶液。
14. 大理石碎片（天然的）—小到中块。

[注] 所有用水必须经过蒸馏。

方法：

a) 转移 1 克样品（双试验）或称相当于 1 克的样品，于 -250 毫升矮胖型烧杯。加 20 毫升（1:1）硝酸，加盖并在低温热板上消化至分解完全。

b) 将溶液用热蒸馏水稀释至 100 毫升并加入 1 毫升硝酸锰溶液 (500g/l), 接着加 10 毫升高锰酸钾溶液 (20g/l)。

c) 将溶液在低温度热板上消化 2-3 小时直至高锰酸钾分解 (即褪色)。

d) 在 whatman No. 540 12.5 厘米滤纸上过滤用少许絮状物垫在滤纸内底, 用热水彻底洗涤烧杯 (一次) 并洗滤纸上的沉淀至少 6 次。

e) 将滤纸转移至有标记的坩埚内并用滤纸擦净原烧杯, 用二氧化硫溶液溶解二氧化锰沉淀。漏斗的内部和搅棒用同法擦清。

f) 将滤纸加入到坩埚内小心勿将沉淀挤出。在 105°C 干燥。

g) 于 750°C 高温炉中灼烧但勿使着火直至所有碳化物均被破坏。将坩埚冷却。

h) 继续从 1 操作如同锡矿, 精矿等方法。

[注] 含氟材料, 如 "maynard" 样品, 不能用上述方法处理, 因为它要与锡络合并不能在硝酸溶液中被二氧化锰沉淀完全。

含磷酸盐的材料可能作用 "类似"。

G. A. L. 6

用燃烧法测定硫

范围: 应用于低含硫量的材料 (约 1.5% 硫), 包括锡精矿和含少于 0.4% 硫的材料包括亚铁矿 (此种材料用较淡的碘酸盐溶液滴定)。

原理:

材料在氧气中燃烧, 硫以二氧化硫逸出用碘酸钾溶液滴定。

所需仪器及试剂:

一个管状高温炉

一个燃烧管

玻璃球

玻 璃 丝

滴 定 管

燃 烧 舟

氧 气 钢 瓶

盐 酸 (1 0 % 溶 液)

碘 化 钾 (1 % 溶 液)

'Vitex' 指 示 剂 (淀 粉)

碘 酸 钾 (0.2225 克 / 升)

碘 酸 钡 (2.2250 克 / 升)

金 属 锡 加 速 剂

标 准 硫 酸 钡 (滴 定 度 约 1 3 毫 升)

标 准 碳 素 钢 (滴 定 度 约 1 0 毫 升)

操 作 程 序 :

1. 调 节 高 温 炉 温 度 至 1350°C .

2. 含 硫 少 于 0.4% 的 材 料 : - 称 0.5 克 于 燃 烧 舟 中 (双 份) ;
称 1 克 碳 素 钢 (双 份) 作 为 标 准 .

含 硫 0.4% - 15% 的 材 料 : - 称 0.1 克 于 燃 烧 舟 (三 份) ;
称 0.1 克 硫 酸 钡 于 燃 烧 舟 (4 份) 作 为 标 准 .

3. 对 低 含 量 硫 的 滴 定 (少 于 0.4%) 装 置 一 个 高 型 150 毫 升 烧 杯 于 - 50 毫 升 滴 定 管 下 , 用 碘 酸 钾 溶 液 (0.2225 克 / 升) 滴 定 .

4. 加 10 毫 升 盐 酸 (10%) 和 5 毫 升 KI (1%) 于 烧 杯 中 , 用 蒸 馏 水 稀 释 至 75 毫 升 加 入 一 镍 匙 'Vitex' 指 示 剂 .

5. 开 启 氧 气 供 应 , 使 气 流 通 过 高 温 炉 内 燃 烧 管 和 玻 璃 丝 使 从 一 置 于 溶 液 中 的 玻 璃 球 逸 出 .

6. 加 入 几 滴 KIO_3 , 使 溶 液 变 成 兰 色 .

7. 撒 加 少 量 金 属 锡 加 速 剂 于 燃 烧 舟 的 样 品 中 , 并 置 于 高 温 炉 中 通 入 氧 气 流 .

8. 当 二 氧 化 硫 逸 出 使 兰 色 溶 液 褪 色 , 必 须 加 入 KIO_3 , 以 保 持 溶 液 具 有 恒 定 的 兰 色 , 当 不 再 有 二 氧 化 硫 逸 出 记 下 读 数 (毫 升) .

9. 碳 素 钢 标 样 (亦 用 金 属 锡 加 速 剂) 用 同 样 的 方 法 滴 定 .

10 对滴定 0.4% - 15% 含硫材料，装置一高型 600 毫升烧杯于 50 毫升滴定管下，用碘酸钾溶液 (2.2250 克/升) 滴定。

11 加 10 毫升 HCl (10%) 和 5 毫升 KI (1%) 于烧杯中并用蒸馏水稀释至 200 毫升，加一镍匙 'Vitex' 淀粉指示剂。

12 通入氧气并用数滴 KIO₃，使溶液着色。

13 加金属锡加速剂于样品和硫酸钡标准内，滴定如前使溶液保持恒定的兰色。(三个样品中的第一个用作试验，并在事先加入一些 KIO₃，溶液至另外二个样品，以避免二氧化硫有损失的危险)。

计算：

含硫少于 0.4% 的材料：—

$$\text{系数} = \frac{0.00126 \times \text{标样重量 (克)}}{\text{滴定毫升数}}$$

含硫 0.4% - 15% 材料：—

$$\text{系数} = \frac{0.1374 \times \text{标样重量 (克)}}{\text{滴定 (毫升)}}$$

用于二者：—

$$\% S = \frac{\text{系数} \times \text{滴定 (毫升)} \times 100}{\text{样品重量}}$$

G.A.L. 7

矿石及精矿中锡的测定

原理：

样品溶解于含有还原剂的硫酸中，三价锡用标准硫酸钾滴定。

试剂：

硫酸分析纯 (比重 1.84)

硫酸钾分析纯 (无水)

亚硫酸钠 ($\text{Na}_2\text{SO}_3 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$)

盐酸分析纯 (比重 1.18)

甲基橙—0.2%于水中。

0.1N 硫酸铷溶液—B.D.H. 容量分析溶液。

金属铷—特纯。

方 法：

样品 (-200 目) 于 90°C 干燥一小时，转移 0.5 克样品于 -500 毫升广口锥形瓶，加 6 克硫酸钾，半张 whatman No. 40 9 厘米滤纸，25 毫升浓硫酸和少许抗溅跳颗粒，用本生灯加热锥形瓶 90 分钟，使硫酸在锥形瓶颈部回流，90 分钟后所有碳化物都已清除而留下一淡黄色溶液。使锥形瓶冷却，用 100 毫升水洗涤锥形瓶壁，加入 2 克亚硫酸钠并煮沸 30 分钟以驱除二氧化硫。加入 100 毫升浓盐酸并用 0.1N 硫酸铷滴定以甲基橙为指示剂，最好在接近终点时加入。

标化硫酸铷溶液

溶解 0.25 克纯金属铷于 25 毫升硫酸 (不需加滤纸)，冷却，加 50 毫升水并煮沸 5 分钟以驱除二氧化硫，冷却，加 100 毫升浓盐酸并用 0.1N 硫酸铷滴定。

铷还原后无需过份强调所有以后的分析步骤都要在最短时期内完成以防止三价铷被空气氧化。