

矿物及岩石的点滴分析

Л. М. 庫尔勃格 等著

科学出版社

56.85

447

C2

礦物及岩石的點滴分析

Л. М. 庫爾勃格等著

王 鑒 譯

3657/4
科學出版社

本書內容介紹

本書譯自 Л. М. Кузьберг, Г. С. Альтерзон 及 Р. П. Вельтман 著 Капельный Анализ (Госхимиздат 1951) 一書中之第五章。

其中包括近五十種金屬的點滴試法。包括了普通的金屬，也有許多稀有元素。分析方法專適合於分析礦物及岩石。每個方法的操作手續都有詳細說明，試劑的配製也詳述方法。對化學系分析專業學生學習金屬礦物分析或微量分析有很大的幫助。對地質工作人員可利用之來分析礦物。

原書只寫了試驗方法；對反應機構，反應條件，反應的靈敏度，干擾現象，以及如何避免干擾，都沒有講，因此對讀者有相當的不便，譯者皆分別加入，組成後半部的試法說明。

礦物及岩石的點滴分析

КАПЕЛЬНЫЙ АНАЛИЗ МИНЕРАЛОВ И ГОРНЫХ ПОРОД

原著者	Л. М. Кузьберг и др.
翻譯者	王 曉
出版者	科學出版社
	北京東黃城根門大街117號
	北京郵政管理局登記可證出字第061號
印刷者	科學出版社上海印刷廠
總經售	新華書店

1954年6月第 1 版 18/27
1959年2月第四次印刷 787×1092 1/27
(通) 6,443—13,242 印數: 77,000

定價: (9) 0.60 元

譯 序

本書譯自 Л. М. Кульберг, Г. С. Альтерзон 及 Р. П. Вельтман 所著的 Капельный Анализ (蘇聯國立化學出版局 1951 年版) 的第五章。原來本章後面還有一點特殊分析方法和礦石辨識, 譯者覺得材料很零碎, 不必把它們有系統的介紹, 所以本書未列入。

原書只敘了試驗方法, 對所用的反應的變化機構和原因, 反應條件、反應的靈敏度, 干擾現象, 避免干擾的方法, 以及試驗時應注意之點都沒有講, 這樣對讀者有些困難, 所以譯者把每個特殊反應都就上述各方面另加詳細說明, 組成本書後半部的試法說明。

書中凡可能作實驗者, 譯者重複作過實驗, 效果還是滿意的, 個別的幾個檢定方法, 譯者有點意見也註在試法說明中。

有個別儀器和操作方法須簡單介紹, 譯者組織了些材料列為附錄。

所以, 本書前半部是原著的譯文, 後半部是譯者的補充材料。

書中所用的試劑, 有些比較特殊者, 書後附有試劑製法一段, 讀者可參攷。

譯者限於俄文及業務水平, 在譯文中, 尤其在後半部補充中難免有錯漏之處, 讀者多提意見。

目 錄

譯 序	1
1. 鋁的檢定	1
2. 鐵的檢定	1
3. 在不溶於水及酸的礦物中檢定錳	2
4. 在能溶於水及酸的礦物中檢定錳	3
5. 在硼矽酸鹽中的錳的檢定	3
6. 鈣的檢定	4
7. 鎂的檢定	5
8. 鎂的檢定	6
9. 鎂的簡單檢定法	7
10. 鎂的野外檢定	8
11. 在混合礦中鎂的檢定	10
12. 鋇的檢定	11
13. 鋇的檢定	13
14. 金的檢定	15
15. 在陶土、氧化鉛及軟礬礦中鐵的檢定	15
16. 鋁的試法	16
17. 在銅礦物中鈷的檢定	18
18. 在混合礦物中鈷的檢定	18
19. 在有銀、鎢及鉬存在下鈷的檢定	19
20. 矽酸的檢定	19
21. 鈳的檢定	20
22. 鈳的檢定	21
23. 在鎢礦物中的痕跡量鈳的檢定	22
24. 銅的礦物中銅的檢定	23
25. 岩石和礦物中痕跡銅的檢定	23
26. 在鎢酸中的痕跡的銅的檢定	24
27. 銅的檢定	25

01058

28. 岩石或混礦中錳的檢定	26
29. 在岩石及礦物中砷的檢定	27
30. 在錳礦及混礦中錳的檢定	28
31. 鉍及銻的檢定	29
32. 在有矽酸存在時銅及鉍的檢定	31
33. 在有大量矽酸存在下銅及鉍的檢定	32
34. 錫的檢定	32
35. 在鉍、鈳、鎢、碲、碲及多量鎢存在下錫的檢定	36
36. 銻的檢定	37
37. 汞的檢定	38
38. 鉛的檢定	40
39. 岩石及工業物料中可以萃取的游離硫的檢定	41
40. 硫化物中硫的檢定	42
41. 硒的檢定	42
42. 銀的檢定	44
43. 含銀量不少於 0.1% 的礦物及鉛礦中銀的檢定	45
44. 銻的檢定	46
45. 鉍的檢定	47
46. 碲的檢定	47
47. 鈷的檢定	48
48. 鈷的檢定	51
49. 在含不少於 0.1% 氧化鈷的鈷礦中鈷的檢定	52
50. 鈷的檢定	53
51. 磷的檢定	54
52. 鉍的檢定	55
53. 鎢的檢定	58
54. 鎢的檢定	59
55. 在礦物及多金屬岩石中鉍的檢定	61
56. 痕跡量鉍的檢定	62
57. 在氧化物、硫化物及矽酸鹽中鉍的檢定	64
58. 鉍的檢定	65
59. 鈣的檢定	67
60. 在個別礦物中鉍的檢定	67

61. 在有銀存在下鐳的檢定	68
62. 在有鈣存在下鐳的檢定	69
63. 在重金屬存在下鐳的檢定	70
64. 矽酸鹽中鎢金屬的檢定	70
65. 鉀的檢定	71
66. 銣的檢定	73
67. 銣及銈的檢定	75
試法說明	77
附 錄	108

1. 鋁的檢定

試劑：鋁試劑 (Aluminon, Ammonium aurintricarboxylate)

0.1% 溶液

鹽酸 3—5% 溶液

氨水 3—5% 溶液

碳酸鈉, 無水, 細粉

乙酸鉍, 10% 溶液

操作方法：將數毫克已研細的試料與 3 倍量的無水碳酸鈉共同熔融。將所得的熔融物溶解在 5—6 滴鹽酸中，然後加入 2—4 滴乙酸鉍溶液。取一滴所得的溶液放在點滴磁板上，然後加 1 滴鋁試劑溶液，並用氨水使呈鹼性。如有鋁存在，則給予深紅色。用此試法，可以在鉻存在下，檢出鋁。

2. 鉍的檢定

第一試法

試劑：1,2,5,8-四氫基喹啉 (Quinalizarine), 飽和乙醇溶液

氫氧化鉀或氫氧化鈉, 細粉

乙醇

操作方法：將 0.5—2 毫克 (如果含鉍量過少時, 可用多達 10 毫克) 研細的試料與 50 毫克氫氧化鉀或氫氧化鈉在銀製皿中熔融。完全放冷後, 將所得的熔融物溶解在 5—7 滴冷水 (或

冰水)中,加入2滴乙醇,然後用毛細管過濾。將濾液放在一細小試管(3毫升)中,再加入約5—7滴水,然後加入5滴試劑溶液。如有鉍存在則給予藍色或紫藍色。如無鉍存在,溶液則呈淺紫色。如果含鉍量過少時,應作一比較試驗:將5—6毫克的苛性鹼溶於10—12滴水中,然後在所得溶液中加入5滴試劑溶液。

第二試法

試劑: 桑色素 (Morin)、在甲醇中的飽和溶液

鹽酸 20% 溶液

氫氧化鈉 20% 溶液

乙酸 5% 溶液

碳酸鉀鈉,粉末

操作方法: 將數毫克試料粉末與碳酸鉀鈉粉末在白金鉗中混合,在煤氣燈火焰上加熱熔融。取1滴直徑約1毫米的熔融物放在黑色點滴磁板上。將其磨成粉末,然後溶於3滴鹽酸中,加入1滴桑色素溶液,然後再加入4滴氫氧化鈉溶液使呈碱性:如有鉍存在,給予淡綠色螢光。加鹽酸或乙酸使呈酸性後,顏色變為藍綠色或消失。此方法可以在有矽、鎢、鉛、鋇、鎢、鈹、鈣、鎂、鋁、鈦、鉍及鉍存在下檢定鉍。

3. 在不溶於水及酸的礦物中檢定硼

試劑: Chromotrope 2B, 0.005% 在濃硫酸中的溶液

濃硫酸

氫氧化鉀,固體

硫酸肼, 結晶

操作方法: 在一小銀皿中, 將數毫克試料粉末與苛性鉀共熔融。在放冷後的熔融物中加入 5—6 滴水, 將所得溶液移入微量磁皿中, 用毛細管濾出 1—2 滴。蒸發濾液至乾。就熱在其中加入 2—3 滴 Chromotrope 2B 溶液。如有硼存在, 冷卻後應顯青紫色(至綠藍色)。如果在溶液中含有氧化性物質(如鉻及鉬的化合物), 則在試液 1 滴中, 在皿中與少量硫酸肼混合, 蒸發至乾, 而後照上法在剩餘物中進行試驗檢出硼。

4. 在能溶於水及酸的礦物中檢定硼

試劑: 1,2,5,8-四羥基蒽醌 (Quinalizarine), 0.01% 在濃硫酸中之溶液, 每 30 毫升中加 2 毫升水。

濃硫酸

硫酸肼, 飽和溶液

操作方法: 在磁皿中, 混合數毫克已研細的試料與硫酸肼的溶液 1 滴。然後加入 1 滴硫酸。在同時有氟離子存在時, 應再加一小撮二氧化矽(砂)。將混合物加熱(在酒精燈或煤氣燈上), 至有白蒸氣發出為止。待放冷後, 加入 5—6 滴試劑溶液。然後微熱之, 如有硼存在則紫色變為藍色。

5. 在硼矽酸鹽中的硼的檢定

試劑: 氫氧化鉀, 固體

硫酸肼, 飽和溶液

濃硫酸

操作方法：在銀製小皿中，熔融數(0.5—10)毫克的試料粉末及 20—50 毫克的氫氧化鉀。熔融物放冷後，將其溶解在數滴水中，然後以毛細管過濾。將濾液在磁皿中，放在水浴上蒸發至乾。然後按照方法 4 檢定硼。

6. 鈳的檢定

第一試法

試劑：對二氨基聯苯 (Benzidine) 2.5% 在 40% 乙酸中的

溶液

濃鹽酸

濃硝酸

固體氫氧化鉀

氨水 10% 溶液

操作方法：在微量銀皿中，混合 1—10 毫克試料粉末及少量氫氧化鉀，然後在酒精燈火焰中熔融 2—3 分鐘。將冷後的熔融物溶解在數滴水中，以毛細管過濾。取 1—2 滴濾液放在微磁皿中，加入 2—3 滴鹽酸，然後煮沸 1—2 分鐘（在微量用燈上）。加入 2—3 滴硝酸，並且在水浴上蒸發至近乾。加濃硝酸後重複蒸發。在殘餘物中加入 1—2 滴氨水，在微量用燈的火焰上煮沸直到氨的氣味消失時為止。加入 1 滴水。放 1 滴所得的溶液及 1 滴對二氨基聯苯溶液在濾紙上。如有鈳存在則呈藍色。

第二試法

試劑：苯胺在濃鹽酸中的溶液 (1 : 1)

濃鹽酸

濃硝酸

氫氧化鈉, 粉末

操作方法: 在小鐵坩堝中, 熔融 2—3 毫克試料粉末與少量苛性鈉的混合物少項, 將所得熔融物溶解在 1—2 毫升水中, 將溶液過濾(用微玻璃漏斗), 然後加硝酸使濾液呈酸性。如果濾液有顏色(當有鉻及錳存在時), 則加入 3 滴濃鹽酸, 並煮沸 1—2 分鐘(在微量用燈上)。所得的溶液加 2 滴濃硝酸, 並在水浴上蒸發至乾。將殘餘物溶解在數滴水中, 然後加硝酸使呈酸性。在一濾紙上放 1 滴鹽酸苯胺溶液, 然後加 1 滴上面所得的試液。如有鉍存在則呈藍綠色斑點。

7 鉍 的 檢 定

試劑: 氯化亞錫 5% 溶液

濃硝酸

濃鹽酸

氫氧化鈉或氫氧化鉀 25% 溶液

操作方法: 將數毫克(約將近 20 毫克)的已研細的礦物溶解在 3—5 滴硝酸與 4—7 滴鹽酸的混合物中, 應在磁製微量皿中加熱, 使其溶解。然後將溶液在水浴上蒸發至近乾。將殘餘物溶解在 4—5 滴水中, 過濾, 濾液與 3—5 滴氯化亞錫溶液混合, 在微量用燈上加熱; 加入 1 滴鹽酸, 然後用毛細管過濾。

在濾液中, 加 1 滴硝酸。然後加熱至沸。放冷後加入 3 滴水, 所得溶液取出 1 滴, 滴加二氯化錫與苛性鹼各 1 滴的混合液

中，如有鉍存在，則（如不立即生成，即在 2—3 分鐘之後）給予黑色沉澱或灰色。

8. 鎢的檢定

試劑：氯化鈦 0.50% 在 50% 鹽酸中的溶液。 如果溶液保持為紫色，則能使用。

氫氧化鉀或氫氧化鈉，磨細到約 2—3 毫米大小

過氧化鈉，固體

濃鹽酸

稀鹽酸(1:50)

稀氨水(1:1)

硫氰化鉀或硫氰化銨溶液 30 克硫氰化鉀或硫氰化銨溶於 10 毫升水中，

氯化亞錫溶液 10% 結晶氯化亞錫在濃鹽酸中的溶液。 兩滴溶液應該能使 2 毫升沸騰 1.6% 鐵明礬溶液（在 50% 鹽酸中）褪色。 一部分所得的溶液用水稀釋兩倍。

操作方法：將約 5 毫克（含量過少，則取 10—12 毫克）礦石，用瑪瑙或玉製研鉢研細。 放在一鐵勺中，加入約 20 毫克氫氧化鉀（或鈉），在酒精燈上熔融約 3—5 分鐘。 將所得熔融物與約 3 毫克過氧化鈉混合，並且再熔融 3—5 分鐘。 在所得的熔融物（如呈黃色表示有鉍在礦石中存在）中加入數滴水，加熱至沸騰。 將沉澱連溶液放在磁皿或坩堝中。

在坩堝內容物中，加入 2—3 滴濃鹽酸使呈酸性，然後在小

水浴上加熱蒸發至近乾。所餘物用數滴濃鹽酸濕潤，用 1—2 滴熱水稀釋，然後用微量漏斗過濾。濾紙用稀鹽酸洗滌一、二次，如果有鎢存在，則有黃色粉末沉澱——鎢酸留在濾紙上。

如果含鎢量比較少的時候，則沉澱甚少不易辨認。在濾紙上放數滴熱氨水，用熱水將濾紙洗滌一、二次。放置濾液在一小磁皿中，在此情況下，如果在濾紙上殘餘有許多鎢酸則將濾液在水浴上蒸發到體積僅餘數滴為止。加 2—3 滴氯化亞錫溶液及 1 滴氯化鈦溶液，如有鎢存在則生成藍色。如果在濾紙上生成的鎢酸仍然只有很少，或者完全看不出來，則在濾液中加入 1 滴硫氰化銨或硫氰化鉀溶液；在水浴上蒸發到體積僅數滴。加入 1—2 滴濃鹽酸，1 滴濃氯化亞錫（濃）溶液及 1 滴氯化鈦溶液，如有鎢存在則生成黃色。

9. 鎢的簡單檢定法

試劑：氯化鈦 1% 在 1:1 稀鹽酸中之溶液

氯化亞錫 10% 在濃鹽酸中之溶液

濃鹽酸

氫氧化鈉，固體研細

過氧化鈉，固體

硫氰化銨，30% 溶液

操作方法：將 3—5 毫克已研細的礦物在銀製小皿中與 20 毫克苛性鈉混合，放在酒精燈或煤氣燈火焰上熔融 2—3 分鐘。在少許的熔融物中，加 2—3 毫克過氧化鈉，然後再度熔融 2—3 分鐘。放冷後，將熔融物與 1—2 滴水共煮沸以使其溶解。移

置 1 滴所得溶液在磁板上，加 1 滴硫氰化鉍溶液及 2 滴鹽酸。如果有鐵存在，則生成紅色。然後滴加氯化亞錫溶液。如果無鉍存在，則紅色消失，如果有鉍存在，則溶液變為褐色。繼續加入氯化亞錫溶液時，則使溶液褪色。在已褪色的溶液中，加 1 滴氯化鈦溶液，如有錳存在應現黃色。

10. 鎢的野外檢定

試劑：羅丹明 B (Rhodamine B) 0.01% 水溶液

鹽酸，比重 1.19

鹽酸 (1 : 4)

氫氧化鈉或氫氧化鉀，固體，研細

碳酸鈉，無水

2 份無水碳酸鈉與 1 份氧化鋅的混合物

福爾馬林，37—40% 溶液

硫氰化鉀 25% 溶液

氯化亞錫 25% 溶液 (在濃鹽酸中)

溴化鉀，結晶

操作方法：凡含有硫及鉍的礦物在進行實驗前，應先行煅燒。法取約 150 毫克研細的試料，放在磁坩堝中，在自由空氣流中煅燒至弱紅熱，共燒約 10 至 15 分鐘。然後將坩堝內容物在研鉢中仔細研細，然後進行下列分解工作。

用碳酸鈉—氧化鋅混合物使礦物分解 將約重 10—100 毫克的已研細的試料在研鉢中與十倍量碳酸鈉氧化鋅混合物均勻混合。放在磁坩堝或鐵勺中，在煤氣燈火焰上，以 700—800°C

煅燒(或在焦炭上)。經少頃後,混合物即粘結,並且變為黃色,此時再繼續煅燒 15—20 分鐘。放冷後,將粘結物放置在一 50 毫升燒杯中,與 10 毫升水共加熱至固體物完全分散時為止。將不能溶解的剩餘物濾去,在所得清液中,試驗錫的存在,如果所試為粒狀礦或粉碎礦,分解則在白金鉗中與碳酸鈉共熔以進行之。所得的珠狀物在表面玻璃或微量試管中溶於 1 毫升熱水。如果有鎂或銅存在,則溶液中應加入 1 滴福爾馬林。

用苛性鈉分解法 取 10—100 毫克研碎之礦物或岩石與 10 倍量氫氧化鈉在一小鐵匙中或鐵坩堝中共熔融。開始時只將匙中氫氧化鈉熔融到起出水氣,待熔融的苛性鈉稍微冷卻後,在氫氧化鈉上面加礦物試料。此時再加熱至熔並繼續維持熔融狀態數分鐘。為了分解進行完全,熔融物中最好加入鐵絲,或者熔融時,小心地轉動鐵匙或坩堝。熔融完了時,分解物結成一塊,亦不再生泡沫。將熔融物溶於 5 毫升水中,加 1—2 滴福爾馬林溶液(以還原高錳酸)。所得的溶液過濾後,在濾液中用下述任一方法檢定錫。

錫的檢定 (1) 在濾紙上放 1 滴濃鹽酸, 1 滴試液。在生成的斑點的中心,順序加硫氰化鉀溶液、氯化錫溶液及濃鹽酸各 1 滴,如有錫存在,則立即(或在 2—3 分鐘內)在斑點中心呈藍色。

靈敏度: 在約 50 毫克試料中可檢定至 0.1% 之錫。

在有少量之鎢、鉻、釩及鈾存在下,可以此法檢定錫。由於鎢所生的棕紅色,在加入濃鹽酸後可以消失。

(2) 取 1—2 毫升試料溶液放在一試管中,加鹽酸使呈微酸

性反應(對石蕊),加2毫升羅丹明B溶液。溶液自玫瑰紅色變為紫色或生成紫色沉澱示有錫。顏色可保持數小時不變。

爲了作比較試驗,取2毫升羅丹明B溶液,加入0.1%鹽酸使呈酸性。在反射光中觀察。

用此法可在有十倍量鉬存在下檢定錫。但有大量鉬、五價錒、鉍、金及鉍存在時亦可生成紫色。

爲在有鉬、鉍及鉍存在下檢定錫:取1—2毫升試料溶液放在一小磁皿中,加入0.1克溴化鉀及過量濃鹽酸。溶液在水浴上蒸發至近乾,在剩餘物中加入0.5毫升氯化錫溶液,再加熱數分鐘。在溶液中加入10滴水,混合均勻。用毛細管吸取液體,及沉澱,然後把毛細管管口按在濾紙上,溶液滲入紙中後,在生成的斑點中間,加數滴稀鹽酸(1:4)。如有錫存在則斑點中心呈藍色。

靈敏度: 在鉬礦或含鉬含鉍含鉍量高的岩石中可檢定百分之數十之錫。

11. 在混合礦中錫的檢定

試劑: 氯化亞錫,結晶

溴氫酸,濃

鹽酸,濃

鹽酸,稀(1:4)

苛性鉀或苛性鈉,固體

操作方法: 如果試料礦物中含硫,則必需在行碱熔融以前先行煅燒。取10—20毫克已研碎之試料,放在銀製微量用皿