

有色金属与稀有金属技术分析 (三)

有色金属矿石物相分析 及试金分析

冶金工业部有色金属研究院

冶金工业出版社

有色金屬與稀有金屬技術分析 (三)

有色金屬礦石物相分析 及試金分析

冶金工業部有色金屬研究院

冶 金 工 業 出 版 社

有色金屬與稀有金屬技術分析 (三)

有色金屬礦石物相分析及試金分析

冶金工業部有色金屬研究院

編輯：徐敏時 設計：董熙堯、魯芝芳 校對：趙崑方

1959年2月第一版

1959年2月北京第一次印刷17,000冊

850×1168· $\frac{1}{32}$ ·63,000字·印張2 $\frac{12}{32}$ 定價0.32元

北京五三五工廠印刷

新華書店發行

書號1196

冶金工業出版社出版(地址：北京市燈市口甲45號)

北京市書刊出版業營業許可證出字第093號

有色金屬與稀有金屬技術分析一書共分十一冊出版。

第三冊專門敘述有色金屬礦石物相分析和試金分析。

物相分析亦稱示構分析，用以確定礦石中的礦物組成。因為礦物組成在解決選礦和冶煉工藝、加工成本上是必不可少的資料。書中講到銅、鉛、鋅、鎢、錫、鉬、鎳等礦物的物相分析，還講到了各種試金方法。

本書除可供廠礦分析人員作為實際指導書籍之外，還可供科學研究工作者和高等、中等工業學校師生作參考。

目 錄

有色金屬礦石物相分析	1
§ 1. 銅礦物相分析	1
§ 2. 鉛礦物相分析	7
§ 3. 鋅礦物相分析	15
§ 4. 鎢礦物相分析	19
§ 5. 錫礦物相分析	23
§ 6. 我國某銅礦物相分析	28
§ 7. 錫礦山鎢礦物相分析	34
§ 8. 清源鎢礦物相分析	37
干式試金分析方法	44
§ 1. 概論	44
§ 2. 火法試金的所用的主要試劑	45
§ 3. 坩鍋試金	47
§ 4. 燒塔皿試金法	65
§ 5. 灰皿法（灰吹法）	69
§ 6. 分金法	71

有色金屬礦石物相分析

§ 1. 銅礦物相分析

含銅的礦物已經知道的就有一百七十餘種，但其中常見的且具有工業價值的却只有幾種：銅的硫化礦物分爲原生礦物（黃銅礦 CuFeS_2 和方黃銅礦 CuFe_2S_3 ）和二次富化礦物（輝銅礦 Cu_2S ，斑銅礦 Cu_5FeS_4 ，銅藍 CuS ）。銅的氧化礦物多屬於碳酸鹽類（孔雀石 $\text{CuCO}_3 \cdot \text{Cu}(\text{OH})_2$ 和藍銅礦 $2\text{CuCO}_3 \cdot \text{Cu}(\text{OH})_2$ ）及數量較少的銅的硫酸鹽礦物（膽礬 $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ ，鋅銅膽礬 $(\text{Zn}, \text{Cu}, \text{Fe})\text{SO}_4$ ），至於真正含銅氧化物（赤銅礦 Cu_2O 和黑銅礦 CuO ）則遇着的機會不多，而自然銅則爲量更少了。因此在進行銅礦物相分析時，通常只測定下列幾種礦物即可滿足選礦工作上的要求。

- (1) 銅的硫酸鹽礦物；
- (2) 氧化銅礦物；
- (3) 次生硫化銅礦物；
- (4) 原生硫化銅礦物。

需用試劑：

二乙基二硫代磷酸鈉。

硫酸：5% 溶液，每 100 毫升中含 1 克亞硫酸鈉。

氰化鉀：1% 的溶液。

硝酸：比重 1.40。

鹽酸：比重 0.91。

硫酸：比重 1.84 及 1:1 的稀溶液。

氨水：比重 0.90。

冰醋酸。

硫代硫酸鈉：飽和的水溶液。

氰化氫銨。

碘化鉀。

澱粉：0.5% 的溶液。

0.08、0.04 及 0.025N 硫代硫酸鈉標準溶液配制及標定：

分別溶解 19.9 克、10 克及 6.2 克 $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ 於預先煮沸而冷卻過的蒸餾水中。將此溶液移入 1 升量瓶內。加入 0.1 克碳酸鈉或 0.3—0.4 毫升三氯甲烷，並用此蒸餾水稀釋至標線混勻之。

準確稱取電銅（當標定 0.08N 硫代硫酸鈉溶液時稱取 0.15 克，當標定 0.04N 時稱取 0.1 克，0.025N 時稱取 0.05 克），放到 250 毫升錐形瓶內，加入 10 毫升稀硝酸（1:1）加以溶解，加入 5 毫升飽和溴水，煮沸，趕走過量的溴，蒸發至 1—2 毫升。用水稀釋，滴入稀氨水（1:1）至有微氨味，然後再煮沸將過量的氨驅盡。加入 2—3 毫升冰醋酸，煮沸 1 分鐘，冷卻，用水稀釋至 25 毫升，然後按照分析手續，加入碘化鉀，以澱粉為指示劑用硫代硫酸鈉溶液滴定之。

1. 銅的硫酸鹽礦物的測定

4. 蒸餾水法：

在銅的許多礦物中能溶解於水的僅硫酸鹽一種，因此利用水可以很容易使它和其它銅的礦物分離。

分析手續：

稱取礦樣（150—200 網目）1—4 克放到 250 毫升縮口燒杯內，加 100 毫升蒸餾水，在攪拌器上攪拌 1 小時，然後用緻密濾紙在布氏漏斗上過濾，用蒸餾水洗滌瓶子及濾紙各三次，從濾液中測定可溶性銅鹽的銅含量。

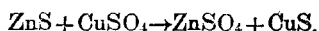
為要測定銅的含量，將浸液濃縮至約 20 毫升，加 1 克氫氧化鈉，放冷之，加 1 克碘化鉀，析出的碘用硫代硫酸鈉標準溶液滴定至顯淡黃色，然後加 2—3 毫升 0.5% 澱粉溶液，再滴定至淡藍色消失。

$$\text{Cu}\% = \frac{T \times V \times 100}{G},$$

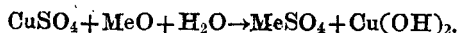
式中 V ——滴定时所消耗的硫代硫酸钠标准溶液，毫升；
 T ——1毫升硫代硫酸钠标准溶液相当的铜量，克；
 G ——矿样称重，克。

註 解

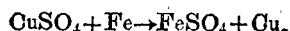
① 有閃鋅礦存在時，雖在礦樣中有硫酸鹽存在，但在水溶液中浸取不出，原因是閃鋅礦與硫酸銅間產生了下述作用：



② 如有鹽基性物（如： CaO ， MgO ， PbO ）和這些金屬碳酸鹽存在，則發生下述作用：



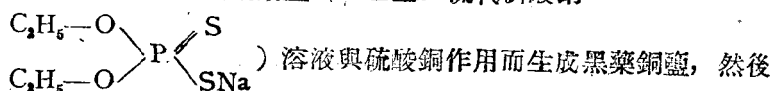
③ 在碎礦磨礦時，礦石中混入金屬鐵而發生下列取代作用：



因此用蒸餾水浸取銅的硫酸鹽，在大多數情況下是浸不完全的。但在另一方面，通常在浮游選礦上，所欲知道的僅僅是某礦中水可溶性的銅鹽，因此，用水浸取硫酸銅的方法，在配合浮游選礦研究工作上，仍是常用的。

B. 黑藥銅鹽法：

方法係應用黑藥銅鹽（二乙基二硫代磷酸鈉



再用有機溶劑（如苯）將黑藥銅鹽浸出進行分析。

用黑藥銅鹽浸取銅的硫酸鹽時，上述一些影響蒸餾水浸取的物質並無干擾作用，這是因為黑藥銅鹽的生成速度比銅離子與硫化鋅，金屬氧化物，以及如前所述的許多干擾物間的反應速度要快的緣故，因此用黑藥銅鹽法所測得的銅量為礦石中真正硫酸銅的銅含量。

分析手續：

往 250 毫升錐形瓶中注入 100 毫升蒸餾水，然後加入 0.1~

0.2 克黑藥鈉鹽，稱取礦樣（150~200 網目）1~4 克傾入上述溶液中，用帶有活門的磨口塞子塞好，在振盪器上振盪 1 小時，加入 20~30 毫升苯，再振盪 1 小時，然後用布氏漏斗過濾，盡可能使殘渣留在瓶底，用苯（每次 5~10 毫升）充分洗滌（5~6 次）。濾液注入分液漏斗中，分離水溶液和苯溶液，而用苯溶液分析銅的含量。

在分析銅之前，須預先將黑藥銅鹽破壞：自分液漏斗將苯溶液注入 250 毫升燒杯中，並用 5~10 毫升苯洗滌漏斗，再用水沖洗之，在水浴上將苯蒸走，然後將溶液濃縮至 1~2 毫升，注入 5~8 毫升硝酸（比重 1.40），並加約 1 克過硫酸銨，煮沸 15~20 分鐘，放冷後，再加 1~2 毫升硫酸（比重 1.84），並蒸發至冒白煙，如發現沉澱呈黑色，則用濃硝酸再處理至有機物完全破壞，最後加濃硫酸蒸發冒煙二次，剩下的溶液體積應不超過 0.5 毫升，放冷，加 25~30 毫升水，煮沸以溶解硫酸鹽，再按上述鹽量法滴定之。

註 解

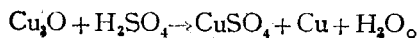
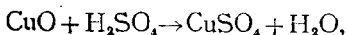
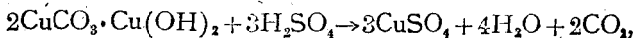
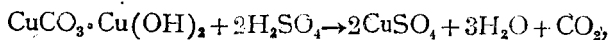
① 每 0.001 克銅需 0.00654 克黑藥鈉鹽，因此黑藥鈉鹽的用量可據此以計算之。

② 本法在操作手續上較蒸餾水法麻煩，同時要用苯等有機試劑，成本較高，因此本法的使用僅在校正試驗時採用。

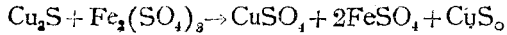
③ 蒸發苯時應注意防止苯着火，最好將苯蒸餾回收，既安全又經濟。

2. 銅的氧化礦物的測定

作為銅的氧化礦物的浸取劑是含 1~2% 亞硫酸鈉的 5% 硫酸溶液。



在浸取液中加入亞硫酸鈉的目的是要防止硫酸與礦樣中的鐵生成硫酸高鐵而溶解 Cu_2S 。



分析手續：

稱取礦樣（150～200網目）0.5～2克，放入250毫升縮口燒杯中，注入100毫升5%（按體積計）硫酸溶液（內含1克亞硫酸鈉），在攪拌器上攪拌1小時，而在攪拌的整個過程中，隨時加入少量亞硫酸鈉，以保持溶液表面有 SO_2 氣體不斷發生（所用亞硫酸鈉總量是3克），用密濾紙在布氏漏斗上減壓過濾，用5%硫酸溶液（內含1%亞硫酸鈉）洗滌2次，再用水洗5～6次。

將所得的濾液移入400毫升燒杯內，調節硫酸酸度至3～4%（按體積計），加熱煮沸，在攪拌下慢慢加入飽和硫代硫酸鈉至銅成硫化物完全沉澱。繼續煮沸使銅的硫化物和硫的沉澱凝聚。向煮沸的澄清液中再滴入硫代硫酸鈉溶液檢驗銅是否沉澱完全。如有白色渾濁發生即表示銅已沉澱完全。如再有黑色的沉澱出現，必須繼續滴入硫代硫酸鈉溶液使銅沉澱完全，並煮沸至沉澱凝聚。沉澱經快速濾紙濾出，並用略加硫酸酸化的熱水洗滌至洗水中無鐵存在為止（用5%鐵氰化鉀溶液檢驗之）。

將沉澱及濾紙置於瓷坩堝中烘乾，灰化，然後在500～600°C下灼燒，冷卻後加入5毫升濃硝酸，小心加熱使殘渣完全溶解，將坩堝中的溶液倒入250毫升燒杯中，以約20毫升水吹洗坩堝，將溶液煮沸以驅去氮的氧化物，以稀氨水（1:1）中和並稍過量。煮沸趕去過剩的氨，加入3～4毫升冰醋酸。冷卻，加入約2克碘化鉀，再如上述用硫代硫酸鈉溶液滴定，並計算銅的含量。

這樣測定出的銅包括礦樣中銅的硫酸鹽及氧化礦物的銅，因此，在分析結果中必須減去前法分析出的硫酸銅鹽的量，才是真正銅的氧化礦物的含銅量。

註 解

- ① 如果礦石中有大量方解石，在浸取過程所生成的硫酸鈣薄膜，包

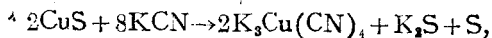
住礦樣顆粒表面，使溶解反應進行緩慢。

② 赤銅礦在含 1~2 克亞硫酸鈉的 5% H_2SO_4 溶液中雖然僅溶解約一半，但由於赤銅礦在一般銅礦中是很少遇到的，因此使用本方法浸取銅的氧化礦物仍可滿足選礦上的要求。

如果遇到某些含赤銅礦多的礦樣，則必須考慮單獨測定赤銅礦的含量，而後將所測得的銅的氧化礦物的量加以修正。

3. 次生硫化銅礦物的測定

次生硫化銅礦物在氰化鉀溶液中能完全溶解：



原生硫化銅礦物則很難溶解，故在上述分離氧化銅礦物後的殘渣，以氰化鉀溶液浸取，可測出礦樣中次生硫化銅的含量。

有氧化劑存在時，黃銅礦在氰化鉀溶液中能部分地被溶解，同時隨着氧化劑量的增多、氰化鉀溶液濃度的增大，浸取時間的延長，而增大其溶解度。因此在應用氰化鉀溶液浸取次生硫化銅礦時，可藉次生硫化銅礦與氰化鉀反應容易且快的特性，適當的降低溶液的濃度和浸取時間，就可降低黃銅礦的溶解趨向。最合適的氰化鉀溶液的濃度為 1%，浸取時間為 1 小時。

分析手續：

將上述浸取氧化銅礦物後不溶解的殘渣與濾紙一同放回原燒杯內，注入 100 毫升 1% 氰化鉀溶液，在振盪器上密閉振盪 1 小時，用密濾紙在布氏漏斗上過濾，用水洗滌 8~10 次。

濾液傾入 500 毫升燒杯內，在通風櫥內加 10 毫升稀硫酸(1:1)及數滴濃硝酸，蒸發至硫酸冒煙，冷後，加 20~30 毫升水，煮沸以溶解可溶性鹽，使溶液放冷，小心滴加稀氨水中和（至有氫氧化銅沉澱產生即可，氨水不可過量，溶液不應有氨味），再按上述方法加 1 克氟化氫銨及 2 克碘化鉀，以硫代硫酸鈉標準溶液滴定之。

註 解

在用硫發處理氰化鉀溶液時，一定要在抽風良好的通風櫥內進行，因為在蒸發時有毒的HCN氣體放出，因此在開始10~15分鐘內，一定要把櫥門緊閉。試驗人員應離開風櫥。

4. 原生硫化銅礦物的測定

黃銅礦、方黃銅礦等原生硫化銅礦物不溶於水、稀硫酸及氰化鉀溶液中，故礦樣經這些溶液相繼浸取後，於最後的殘渣中測定銅，即得到原生硫化物的銅的含量。

操作手續：

礦樣經稀硫酸，氰化鉀溶液浸取後，不溶解的殘渣，放在500毫升燒杯內，蓋以表面皿，加10~20毫升濃硝酸，加熱溶解，然後加入10~20毫升濃鹽酸繼續分解，待殘渣分解後，稍冷，加入10毫升稀硫酸(1:1)，蒸發至硫酸冒煙，冷卻，去掉表面皿，並用少量水洗滌之。繼續蒸發至有濃厚硫酸煙發生。冷卻後，加入50毫升水，煮沸使可溶性鹽類溶解，過濾於400毫升燒杯中，用熱水洗滌濾紙5~6次，將濾液用水稀釋至150毫升。

將濾液調節硫酸度為3~4%（按體積計），蓋以表面皿，煮沸，如上述方法以硫代硫酸鈉沉澱並測定銅的含量，所得結果即為原生硫化物的銅含量。

註 解

在用硫發冒煙時，由於大量濾紙而產生的炭使沉澱呈黑色，這時可在燒杯中趁熱滴加硝酸硫發的混合液(1:1)以除去炭，最後再冒一次煙。

§ 2. 鉛礦物相分析

自然界中鉛的種類很多，但最常見的僅有十多種，在進行物相分析時是分別測定下列幾種鉛的主要礦物：

- (一) 鉛鈣 (PbSO_4)；
- (二) 白鉛礦 (PbCO_3)；

(三) 鉬鉛礦 (PbMoO_4)，鎢鉛礦 (PbWO_4)，鉻鉛礦 (PbCrO_4)；

(四) 磷鉍鉛礦 [$\text{Pb}_3(\text{PO}_4)_2\text{Cl}$]，砷鉛礦 [$\text{Pb}_3\text{Cl}(\text{AsO}_4)_2$]，
鈾鉛礦 [$\text{Pb}_3\text{Cl}(\text{VO}_4)_3$]；

(五) 方鉛礦 (PbS)，有時有硫錫鉛礦 ($5\text{PbS} \cdot 2\text{Sb}_2\text{S}_3$)，車輪礦 ($2\text{PbS} \cdot \text{Cu}_4\text{S} \cdot \text{Sb}_2\text{S}_3$)，脆硫錫鉛礦 ($2\text{PbS} \cdot \text{Sb}_2\text{S}_3$)；

(六) 鉛鐵礬 [$\text{PbSO}_4 \cdot \text{Fe}_2(\text{SO}_4)_3 \cdot 4\text{Fe}(\text{OH})_3$]。

需用試劑：

25% 中性氯化鈉溶液。

含 3% 醋酸的 15% 醋酸鉍溶液。

2% 氫氧化鈉溶液。

含 0.5% 鹽酸的 25% 氯化鈉溶液。

含 60 克/升三氯化鐵的 25% 中性氯化鈉溶液。

鹽酸 (比重 1.19)。

硝酸 (比重 1.42 和 1:2, 1:3, 1:9 的溶液)。

硫酸 (比重 1.84 及 2:98 的溶液)。

醋酸 (比重 1.05)：

10% 的硫化鈉溶液。

10% 的重鉻酸鉀溶液。

鹽酸羥胺。

含 5% 醋酸的 15% 醋酸鉍溶液。

鹽酸氯化鈉混合液：每 1 升飽和氯化鈉溶液中加入 150 毫升水及 100 毫升鹽酸 (比重 1.19) 混勻之。

0.5% 的澱粉溶液。

甲基紫溶液：0.1% 的水溶液。

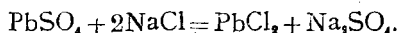
0.08N, 0.04N 或 0.01N 硫代硫酸鈉標準液：分別稱取 99.2 克、49.6 克和 12.4 克硫代硫酸鈉 ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$)，溶解於 1 升充分煮沸而冷卻的蒸餾水中。為了保證硫代硫酸鈉溶液的安定，可向其中加入 0.1 克碳酸鈉及 0.3 毫升三氯甲烷。

準確稱取 0.1 克，0.05 克，0.02 克純鉛粒溶解於 100 毫升硝

酸 (2:1) 溶液中，加入 10 毫升硫酸 (1:1) 蒸發至硫酸發煙，加入 100—200 毫升水，煮沸若干分鐘冷卻之。然後按鉻酸法的手續進行標定。

1. 鉛 礬 的 測 定

浸取鉛礬所用的溶劑為 25% 中性氯化鈉溶液，該溶劑對鉛礬的作用如下式：



所生成的 PbCl_2 難溶於水，在 NaCl 溶液中溶解度較大。如果用飽和 NaCl 溶液加熱浸取鉛礬要比氯化鈉稀溶液在室溫下浸取快，但在前者的條件下，部份白鉛礦會被溶解。因此浸取鉛礬最好的條件是採用 25% 中性氯化鈉溶液，固：液 = 1:100，更好是固：液 = 1:200 在室溫下進行浸取。在此條件下鉛礬的溶解速度甚快，在浸取開始的 15 分鐘內，溶解約 95%，隨後溶解速度減緩，45 分鐘內即可浸取完全。而在同一條件下，白鉛礦、鉻鉛礦、鉍鉛礦、磷鉛礦、碲鉛礦、鈳鉛礦以及方鉛礦和鉛鐵礬等鉛礦物皆不溶解，因此 25% 中性氯化鈉溶液可為鉛礬的選擇溶劑。

分析手續：

稱取礦樣 1—4 克 (150—200 網目) 放到 250 毫升縮口燒杯內，加 50—100 毫升 (視鉛礬的含量而定) 25% 中性氯化鈉溶液，在攪拌器上攪拌 1 小時，然後用密濾紙在布氏漏斗上過濾，先用 25% 氯化鈉溶液洗滌 2 次，再以水洗滌 3—4 次。

濾液傾入 400 毫升燒杯中，用水稀釋至約 150 毫升，加熱至沸，加 10—15 毫升 10% 硫化鈉溶液，靜置在溫處使沉澱凝聚，過濾，不必洗滌，將沉澱連同濾紙移回原燒杯中，加 30—40 毫升稀硝酸 (1:3) 加熱至沉澱溶解，然後濾去濾紙，以硝酸酸化的熱水洗滌。

將濾液蒸發至近乾 (最後應在水浴上蒸發)，加 10 毫升 10% 硝酸，放在水浴上加熱至沉澱溶解，加 70 毫升水煮沸，加 10—15

毫升10%重鉻酸鉀溶液沉澱鉛，煮沸數分鐘，使沉澱的顏色由黃色轉變為橙色。

經4小時或放置至翌日（如鉛的含量很少），將鉻酸鉛沉澱用密濾紙過濾，並用醋酸略酸化的熱水洗滌燒杯和沉澱至洗水無鉻酸根為止。

用盛有鹽酸氫化鈉混合液的洗瓶吹洗，並溶解漏斗上的鉻酸鉛沉澱於500毫升錐形瓶中（鉻酸鉛被氫化鈉混合液所溶解，生成極易溶解的重鹽 Na_2PbCl_4 和離子 $\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-}$ ），並用此混合液洗滌至無鉻酸存在。溶解和洗滌所用的鹽酸氫化鈉混合液約為50毫升。

用水將溶液稀釋到60~120毫升，加入5毫升50%碘化鉀溶液。為防止碘的揮發，立刻以硫代硫酸鈉標準液滴定之。滴定至溶液顏色變為微黃色，加入5毫升澱粉溶液，在不斷搖盪下，慢慢滴入硫代硫酸鈉標準溶液至藍色消失。

按下列公式計算樣品中鉛的百分含量：

$$\text{Pb} \% = \frac{V \times T \times 100}{G}$$

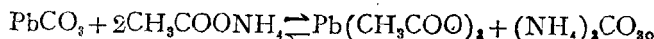
式中 V ——所消耗的硫代硫酸鈉標準溶液數量，毫升；

T ——硫代硫酸鈉標準溶液的滴定度；

G ——礦樣重，克。

2. 白鉛礦的測定

浸取白鉛礦所用的溶劑是含3%醋酸的15%醋酸銨溶液。



上式為可逆反應，僅當有大量過剩的醋酸銨存在時，才能保證反應自左向右進行，因此在浸取時固：液=1:200。

白鉛礦在含3%醋酸的15% NH_4AC 溶液中溶解速度快，在開始的15分鐘內溶解達97%，45分鐘內能溶解完全。

在醋酸酸性的醋酸銨溶液中，除白鉛礦和鉛礬外，其餘的鉛

礦物皆不溶解，故欲測定白鉛礦只需預先分離鉛礬即可。

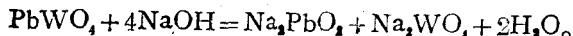
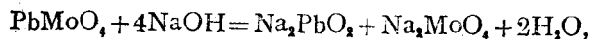
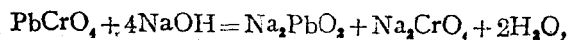
分析手續：

將分離鉛礬後不溶的殘渣連同濾紙一起移回原燒杯中，加 100 毫升 15% 醋酸銨溶液（含 3% 醋酸），攪拌浸取 1 小時，用密濾紙在布氏漏斗上過濾，先以 2% 酸性醋酸銨溶液洗滌 2~3 次，然後再用水洗 5~6 次。

將濾液收集於 400 毫升燒杯中，加 5~10 毫升 10% 檸檬酸溶液，並稀釋至 200 毫升，加熱煮沸，加入 10~15 毫升重鉻酸鉀溶液以沉澱鉛，再按上述碘量法測定鉛的含量。

3. 鉻鉛礦、鉬鉛礦及鎢鉛礦的測定

鉻鉛礦、鉬鉛礦及鎢鉛礦都溶解於鹼溶液：



浸取上述三種礦物的同時，鉛礬和白鉛礦也被溶解，因而在浸取之前，必須用上述方法分離鉛礬和白鉛礦，所用的浸取液的固液比應為 1:1000。

分析手續：

將上述分離鉛礬和白鉛礦後，不溶解的殘渣連同濾紙移回原燒杯中，加 100 毫升 2% 氫氧化鈉溶液，攪拌浸取 6 小時，用密濾紙在布氏漏斗上過濾，先以 2% 氫氧化鈉溶液洗滌 2~3 次，再用水洗 5~6 次。將濾液收集於 400 毫升燒杯內，以醋酸將溶液中和，然後再加過量冰醋酸 3 毫升。將溶液煮沸，加 10 毫升 10% 重鉻酸鉀溶液以沉澱鉛，再按碘量法測定鉛的含量。

4. 磷鉍鉛礦、釩鉛礦及砷鉛礦的測定

用以浸取磷鉍鉛礦、釐鉛礦及砷鉛礦的溶劑是含 0.5% 鹽酸

的 25% 氯化鈉溶液。此溶劑對上述三種礦物，在室溫下固：液 = 1:200 時，20 分鐘內能夠完全浸出，而在此條件下，鉛礬、白鉛礦、方鉛礦、鉍鉛礦等礦物也部分地被溶解。

鉛鐵礬在上述條件下溶解度很小（約 1%），可以不予考慮，而鉛礬、白鉛礦及鉍鉛礦等可用上述方法預先分離去。方鉛礦在含 0.5% 鹽酸的 25% 氯化鈉溶液中的溶解度隨時間的增長而增大，在 20 分鐘內溶解達其原始含量的 1.68%（即約 2%）；鐵礦物的存在，在浸取過程中被溶解成 FeCl_2 ，由於浸取液中鹽酸的酸度小（0.5% HCl ），因而所生成的 FeCl_2 量很小，不足以影響方鉛礦的溶解，而只是降低了浸取液中鹽酸的當量濃度。

分析手續：

將上述氫氧化鈉溶液浸取後不溶解的殘渣連同濾紙一起移回原燒杯內，加 100 毫升內含 0.5% 鹽酸的 25% 氯化鈉溶液，攪拌浸取 20 分鐘，用密濾紙在布氏漏斗上迅速過濾，先用 25% 氯化鈉溶液洗滌 2~3 次，再用水洗 3~4 次。

濾液移入 400 毫升燒杯內，稀釋至 200 毫升，煮沸，加入 15~20 毫升 10% 硫化鈉溶液，放置溫處，俟沉澱凝聚後，過濾，所得的硫化物沉澱以硝酸溶解，按硝酸鉍法測定鉛的含量。

註 解

① 個別礦樣中有大量的 MnO_2 氧化劑存在時，在浸取過程中方鉛礦氧化而溶解，使測定結果偏高。

② 有些礦樣浸取後，浸出液中含有大量 FeCl_2 ，使方鉛礦溶解，這可能是礦樣中某些鐵的鹽類經上一步驟苛性鉀處理後，生成鐵的氫氧化物，這些氫氧化物又溶解在酸性氯化鈉溶液中。

為要補正由此現象所引起的測定誤差，可於醋酸鉍浸取白鉛礦後，直接以含 0.5% 鹽酸的 25% 氯化鈉溶液浸取，測得鉍鉛礦與鉍酸鉍鉛礦等的含量。而另取第二份試料，以醋酸鉍分離鉛礬及白鉛礦後，用 2% 氫氧化鈉溶液浸取測得鉍鉛礦的量，由二者之差數算出鉍酸鉍鉛礦的含量。

鉍鉛礦、鉍鉛礦含量多時不能用此法換算，因此二礦物在含 0.5% 鹽酸的 25% 氯化鈉溶液中溶解不完全。