

野外化學分析法

波波夫 著

地質出版社

3494



野外化學分析法

波波夫 著

地質出版社

1955·北京

本書係根據蘇聯國立地質書籍出版社 (Госгеолиздат) 1953 年於莫斯科出版的“野外化學分析法”(Полевые методы химического анализа)一書第二版譯出。作者是蘇聯波波夫(М.А. Попов)。

全書約拾萬餘字，可供化學分析人員參考。本書由水志良同志翻譯，水志良、王如珍及康一襄同志校訂，地質部翻譯出版室張予廉同志覆校。

書號0142 野外化學分析法 100 千字

著 者 波 波 夫
譯 者 水 志 良
出 版 者 地 質 出 版 社

北京安定門外六鋪炕

北京市書刊出版業營業許可證出字第零伍零號

發 行 者 新 華 書 店

印 刷 者 北京市救濟分會印刷廠

廣安門內教子胡同甲三十二號

印數(京) 1--4,000冊 一九五五年四月北京第一版

定價(8) 0.76 元 一九五五年五月第一次印刷

開本 31" × 43" $\frac{1}{16}$ 印張 5 1/4

目 錄

原編者再版前言	5
原序	6
概 論	7
設備、器皿、物料及試劑	7
一般操作	12
分析前試樣的準備	12
稱樣的稱取	13
被測定元素的轉入溶液	14
元素的分離	16
比色前溶液的準備及比色	17
滴定前溶液的準備及滴定	18
分析結果計算	19
1. 比色測定法	19
2. 容量測定法	20
按乾燥物質稱樣計算滴定度	21
按另一滴定溶液計算溶液滴定度	21
測定的速度與準確度；誤差的來源	21
稱樣的合理使用	23
水份的測定	23
專 論	25
鋁	25
鉍	31
鉍	35
鎢	39
碳酸鹽中的二氧化碳、氧化鈣、氧化鎂及不溶性殘渣	46
鐵	50
1. 溶於鹽酸的鐵的測定	52
2. 鐵總量的測定	54

含硫化物的硫大於 0.1% 的礦石中鐵的測定	56
3. 亞鐵的測定	57
銅	59
鈷	62
1. 應用氟鹽時鈷的測定	62
2. 應用氧化銻時鈷的測定	66
錳	68
1. 比色法測定	68
2. 容量法測定	71
3. 活性氧的測定 (換算成 MnO_2)	74
銅	76
1. 硝酸法	78
2. 鹽酸-醋酸法	80
鉬	82
在一份稱樣中測定鉬和鎢	85
鎳	87
在一份稱樣中測定鎳和鈷	90
汞	91
鉛	93
硫	97
銻	100
1. 比色法測定	100
2. 碘量法測定	105
磷	107
鉻	111
鋅	112
1. 氟碘量法測定	112
2. 亞鐵氰化鉀滴定法測定	116
3. 濁度法測定	118
КПЛ-2 新型比色計	122
附錄 I 黑色與有色金屬礦石化學分析中的容許平均偶然誤差	126
附錄 II 元素的原子量 (1949 年)	129

野外化學分析法

波波夫 著

地質出版社

1955•北京

本書係根據蘇聯國立地質書籍出版社 (Госгеоиздат) 1953 年於莫斯科出版的“野外化學分析法”(Половые методы химического анализа)一書第二版譯出。作者是蘇聯波波夫(М.А. Попов)。

全書約拾萬餘字，可供化學分析人員參考。本書由水志良同志翻譯，水志良、王如珍及康一襄同志校訂，地質部編譯出版室張予廉同志覆校。

書號0142

野外化學分析法

100 千字

著 者	波	波	夫
譯 者	水	志	良
出版者	地	質	出版社

北京安定門外六鋪炕

北京市書刊出版業營業許可證出字第零伍零號

發行者 新 華 書 店

印刷者 北京市救濟分會印刷廠

廣安門內教子胡同甲三十二號

印數(京) 1-- 4,000册 一九五五年四月北京第一版

定價(8) 0.76 元 一九五五年五月第一次印刷

開本 31"×43" $\frac{1}{16}$ 印張 5 $\frac{1}{4}$

目 錄

原編者再版前言	5
原序	6
概 論	7
設備、器皿、物料及試劑	7
一般操作	12
分析前試樣的準備	12
稱樣的稱取	13
被測定元素的轉入溶液	14
元素的分離	16
比色前溶液的準備及比色	17
滴定前溶液的準備及滴定	18
分析結果計算	19
1. 比色測定法	19
2. 容量測定法	20
按乾燥物質稱樣計算滴定度	21
按另一滴定溶液計算溶液滴定度	21
測定的速度與準確度；誤差的來源	21
稱樣的合理使用	23
水份的測定	23
專 論	25
鋁	25
鉬	31
鉍	35
鎢	39
碳酸鹽中的二氧化碳、氧化鈣、氧化鎂及不溶性殘渣	46
鐵	50
1. 溶於鹽酸的鐵的測定	52
2. 鐵總量的測定	54

含硫化物的硫大於 0.1% 的礦石中鐵的測定	56
3. 亞鐵的測定	57
錫	59
鈷	62
1. 應用氟鹽時鈷的測定	62
2. 應用氧化鋅時鈷的測定	66
錳	68
1. 比色法測定	68
2. 容量法測定	71
3. 活性氧的測定 (換算成 MnO_2)	74
銅	76
1. 硝酸法	78
2. 鹽酸-醋酸法	80
鋁	82
在一份稱樣中測定鋁和鎢	85
鎳	87
在一份稱樣中測定鎳和鈷	90
汞	91
鉛	93
硫	97
銻	100
1. 比色法測定	100
2. 碘量法測定	105
磷	107
鉻	111
鋅	112
1. 氟碘量法測定	112
2. 亞鐵氰化鉀滴定法測定	116
3. 濁度法測定	118
КПД-2 新型比色計	122
附錄 I 黑色與有色金屬礦石化學分析中的容許平均偶然誤差	126
附錄 II 元素的原子量 (1949 年)	129

原編者再版前言

波波夫(М. А. Попов)所著“野外化學分析法”一書的再版，是為了滿足化驗室，尤其是野外化驗室對礦物原料快速分析方面書籍的不斷增長的需要。

由全蘇礦物原料科學研究所(ВИМС)化學分析實驗室及地質局所屬的許多化驗室積累起來的經驗證明：波波夫所提出的許多方法，在一定條件下，是能夠滿足全蘇礦產儲量委員會的要求的。

根據地質部的決議，本書著者在不久前故去的李西采同志(В. И. Лисицын)(全蘇礦物原料科學研究所化學分析實驗室領導者)的積極參加下，對在這些方法的應用過程中所積累起來的經驗作了批判性的研究和綜合。

為了符合讀者的願望及本書著者關於運用藍斯科依(Г. А. Ланской)КПЛ-2型輕便比色計的必要性的意見，所以我們在本書的末尾插入了該比色計及其用法的簡單說明。

波波夫所提出的方法並沒有給分析化學帶來任何新的原理。著者無可爭辯的功績在於：他批判地研究了這些業已為大家所熟知的方法，並廣泛地運用了半微量化學分析的技術，以致簡化了這些方法和加速了這些方法的操作過程。與一般的常量化學分析相比較，著者成功地降低了試劑的消耗量5倍到20倍，並在保持必要的準確度下縮短了時間數倍。

在各地實驗室工作人員的緊密合作下，全蘇礦物原料科學研究所全體化學分析人員在李西采同志領導下進行了巨大的工作，這才使地質系統內的各化驗室能勝利地運用了快速分析法。

校閱原稿的工作本來應該由李西采同志親自來進行，但由於他的早死，這一項工作不得不由他的同事們來完成。

奇托夫(В. И. Титов)

原 序

本書第一版原定作為普查隊與固定隊的野外化驗室之用。其中所述的一些快速化學分析法曾使各地質局化驗室工作人員感到興趣，紛紛要求把這些方法運用到各中心化驗室去。

但是，把這些方法運用到大量工作中去的第一批嘗試，却沒能經常保證測定結果有足够的可靠性。此外，在分析礦物成分比以前更為複雜的新礦床樣品時，各個方法的弱點就暴露出來了。所有這一切都大大地降低了快速分析法的價值，並妨害了把它們運用到各中心化驗室的大宗分析工作中去。

在最近一年中，曾做了一些補充工作，其基本目的在於詳細研究和改進先前提出的一些方法。一方面，在這些方法中引入許多修正和補充，這些修正和補充使這些方法在廣泛運用方面消除了許多障礙；另一方面，也製定了一些新的方法，如銻及鋅的碘量法測定以及鈷、鎳等的比色法測定。

測定結果不可靠的和不符合全蘇礦產儲量委員會要求的一些方法，本版未予列入。

這些快速法遠沒有達於完善，因此作者衷心地希望同志們根據這些方法在實際工作中的情況，提出自己的意見或者希望。

最後，作者謹向改進這些快速分析法和把它們運用到化驗室的大宗分析工作中去的所有同志，特別是在這件工作上關懷備至和化了很多精力的已故全蘇礦物原料研究所化學分析實驗室領導者李西采同志表示衷心的感激。

波 波 夫

概 論

設備、器皿、物料及試劑

本書所述的礦物原料分析法所需的設備與物料，為任何一個實驗室所容易具備。

在野外，可用最高負荷為 1 克的普通藥秤稱量。如要得到更準確的結果，則用分析天平。加熱用儀器為巴爾捷耳 (Бартель) 式汽油噴燈或汽爐。

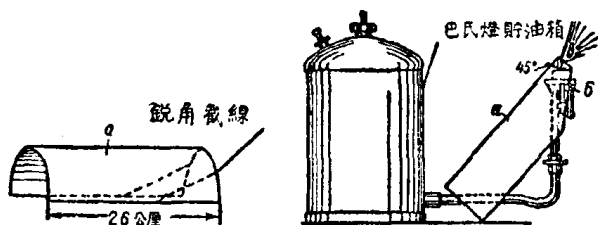


圖 1. 巴爾捷耳燈上的伊萬年 (А. К. Иванян) 附件

*巴爾捷耳燈只能以純粹的航空汽油作為燃料^①。如果用普通汽油，巴爾捷耳燈就要冒煙，燃燒溫度不高，而且會很快熄滅。產生這些現象的原因是普通汽油的着火點高，燈頭受熱不夠，以及由此而產生的汽油的不完全燃燒。

伊萬年 (阿爾明尼亞地質局實驗室) 提出了一個十分簡單的附件。加上了它，巴爾捷耳燈就可以不用航空汽油，而用普通汽油作為燃料了。附件就是一張面積為 26×16.5 公分，沿長邊彎曲的槽形鐵

① *表示這一段是原編者補充的。

片（圖 1）。彎曲鐵片 a 與燈管 b 成 45° ，這樣，鐵皮就能蓋住燈口 c 的一半。把靠着燈頭的鐵皮尖端截掉，以使燈管堵塞時，不需移動鐵片就能刷清燈管。

改變彎曲鐵片對燈口 c 上孔隙的位置時，就能調整火焰的強度。當冒煙的火焰從燈口出來時，它即離開鐵皮而和空氣混合。這時火焰會發出像噴燈聲一樣的響聲。假如去掉巴爾捷耳燈燈頭上部的金屬網，那末，燃燒的情況就會變好。

由於伊萬年提出的附件裝置提高了火焰的溫度，所以也就加速了試樣的灼燒和熔融。除此之外，這個附件還能消除火焰中的油煙，使白金器皿免受損壞，並且能防止燈管的阻塞*。

分解試樣的儀器有如下幾種：鐵 坩 堝——高 30 公厘，上部直徑 24 公厘，下部直徑 16 公厘；瓷蒸發皿——直徑 30—60 公厘；№1 及 №2 瓷坩堝；試管—— 150×14 公厘，以及燒杯——15—60 毫升（也可以用 50 毫升和 100 毫升的燒杯）。測定汞時，要有長 140—200 公厘、內徑 3—4 公厘、管子末端為球形（直徑為 15 公厘）的蒸餾玻管（圖 2， a ）。

比色時，用長 170×11 公厘、內徑相同的、由一色玻璃製成的玻管。試管的玻璃是否為一色可用相等於 10 毫升的蒸餾水柱來檢查。玻璃本身的顏色必須很近於無色。用吸液管注 10 毫升水於每一個試管，並從其中選出一套同一水面的試管，其最大誤差不能超過平均水面 ± 1.5 公厘。

用帶有刻度的 10 毫升吸液管或滴管來進行試管的分度。每隔 2.5—5 毫升作一刻度。

假如要得到最令人滿意的準確刻度的話，那末，就要運用精密校正過的吸液管來計量容積，在試管上則用蠟筆劃上細小的線條。如試管放在沸水浴中，那就用金剛石來劃記號。

試管不能長久盛有腐蝕玻璃的溶液（如鹼溶液、氟鹽溶液等）。

作度量用的器皿有：50—100 毫升容量瓶、滴管、微量吸液管、

微量滴管及長 150×14 公厘、相當於 5 和 10 毫升的帶有刻度的容量試管。

準確量取各種體積的液體時，用 50 毫升或 100 毫升的普通滴管，每三、四個滴管固定於一管架上。

當準確度要求較不高，而且量取的液體容積又不大時，可用下列各種吸液管：

(a) 容量為 0.5 毫升、每隔 0.1 毫升有一刻度的吸液管。0.1 毫升的液體，其柱高應約為 20 公厘；吸液管的總長為 180 公厘；

(б) 容量為 1.0 毫升、每隔 0.1—0.2 毫升有一刻度的吸液管。刻度標長約 100 公厘，管長 180 公厘；

(в) 容量為 2.0 毫升、每隔 0.2 毫升有一刻度的吸液管；

(г) 容量為 5.0 毫升、每隔 0.5 毫升有一刻度的吸液管。刻度標長 120—150 公厘；

(д) 容量為 1 毫升、帶有球狀頭的無刻度的近似量酸管（圖 2，e）。

上述這些吸液管都是用普通玻璃做成的。

小至 0.1—0.2 毫升的分度是用微量吸液管注蒸餾水於管中來進行的。進行分度時，應把各吸液管的口連接起來，稍稍傾側微量吸液管，把一定量的水移注於吸液管，此後用金剛石筆或小鋸作上必要的記號。

0.5 毫升的刻度用容量為 5—10 毫升、每隔 0.1 毫升有一刻度的小量杯進行。進行分度時，用吸液管從小量杯中吸取一定量的蒸餾水，並在吸液管上作上記號（可用蠟筆），

工作時用下面幾種儀器：

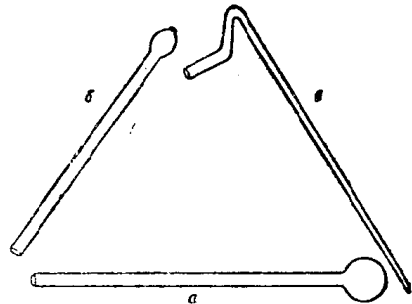


圖 2. 分析用特種玻璃儀器
a—蒸餾管；б—帶有球狀頭的量酸管；
в—洗滌用鈎形管

(a) 蒸餾時作洗滌試管用的勾形管 (圖 2, a) ;

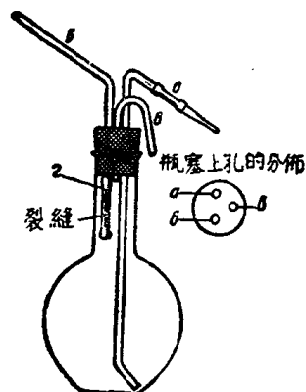


圖 3. 帶封閉塞的洗瓶
a—輸液管; 6—鼓入空氣的管子;
c—排除多餘空氣的管子;
1—橡皮活門

(6) 帶封閉塞的 250—300 毫升 左右的洗瓶 (圖 3)。從洗瓶出來的水流, 其直徑應不超過 1 公厘;

(B) 帶有小杵的玻棒;

(r) 儲存氟鹽溶液用的、容量為 150—200 毫升的、塗有石蠟的玻瓶。如更要堅固一些, 則瓶底的石蠟層厚度應為 1 公分許。

*欲使玻璃免受氟化物的腐蝕, 更方便的是利用內部塗有薄層塑料的器皿 (此法由全蘇礦物原料科學研究所工作者藍斯科依提出)。這一層塑料是透明的, 它十分可靠地保護着玻璃, 有了它, 器皿就可用熱水洗滌。

塑料的百分組成如下:

塑料油	20.0
丁烷基醋酸鹽	46.0
丙烷基乙二醇	2.5
甲苯	14.0
石腦油溶劑	11.0
純松節油(淨化過的)	6.5

把由上述物質配成的塑料注入瓶中, 小心地轉動, 以使塑料塗於玻璃器皿的內表面上, 倒出多餘的塑料, 並倒轉瓶子使其乾燥。塑料要經過 48 小時後才能完全乾燥*。

所用的濾紙的直徑為 5—6 公分。過濾鹼溶液時, 要先用氫氧化鈉溶液處理濾紙。處理過程如下: 把 100—150 張濾紙, 成 5—10 張一疊放在燒杯中, 注入 1 % 氫氧化鈉熱溶液。加熱溶液至沸後, 倒出生成的暗褐色液體。用蒸餾水稍微洗一下濾紙, 然後重複處理, 直到得到的鹼性溶液呈淡黃色為止。此後, 用水仔細洗滌濾紙至完全不發生鹼性反應。將洗滌後的濾紙掛在固定於台架上的玻璃管上乾燥。

必須注意，濾紙在鹼性溶液中長久煮沸後將會破壞。

除了濾紙外，還可用濾紙漿過濾。野外化驗室最好用壓製成的乾燥濾紙漿塊。

用濾紙漿塊過濾比一般的濾紙更好一些，儘管它有很大的孔隙，而纖細狀沉澱（如用酸處理後的不溶性鋁矽酸鹽沉澱）的分離操作却能進行得很快（濾紙漿塊的厚度為 0.5—1.5 公分），當然，結晶沉澱那是更不用說了。濾紙漿塊不適用於分離大量的氫氧化物沉澱。

用濾紙漿代替濾紙，可節省濾紙四、五倍。如果考慮到濾紙漿是由碎濾紙製成的，那末，使用它的合理性就更顯而易見了。濾紙漿一般用來過濾水溶液。在特殊情況下，如過濾強鹼、蘇打及酸的溶液時，應用相應的溶液來洗滌濾紙漿。

下面敘述一下關於製備濾紙塊的方法，把數量相當於 10—15 張直徑為 11 公分的濾紙撕成（不用剪刀或小刀）長 3—10 公分，寬不超過 2 公分的小片，把這些小片放在容量為 500 毫升的平底燒瓶中。加入 50—70 毫升水，用橡皮塞蓋住燒瓶，並用力搖動，以使瓶中紙片搗得更小。小紙片互相凝聚成團；這時，水也就滲入了其中還包含有許多未弄碎的大紙片的鬆軟物質中。在這些物質上再加入 70—100 毫升的水，繼續搖動。這一操作一直進行到易流動物質中沒有零星的紙片和緻密的小團為止。製備紙漿的全部過程不超過 2—3 分鐘。

然後取約等於一張直徑為 11 公分的濾紙的紙漿，把它壓成片狀或小立方體，並放到溫度為 60—70° 的烘箱內烘乾。把乾燥的濾紙塊保存於密封的試管內。使用前，把濾紙塊放入 100 毫升的燒杯中與水一起振動攪鬆。

過濾酸性及中性溶液時，紙漿用未經洗滌的濾紙做成；過濾鹼性溶液時，則用先經 1 % 的氫氧化鈉溶液洗滌，後又用水洗滌過的濾紙做成（與上述以鹼處理濾紙時一樣）。

用紙漿過濾時，漏斗（圖 4）應準備如下：用左手手指捫住漏斗管口，灌水到漏斗錐與漏斗管的銜接處。把疏鬆的紙漿團放入漏斗

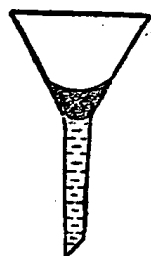


圖4. 裝有紙漿的漏斗

錐，輕輕擣固，使成均勻的一層，但不要把紙漿壓入管中。此後，小心地把手指從漏斗管口移開，以免壓力發生劇烈的變動（不然，紙漿就會進入管中），並使水成滴流出。如漏斗的直徑為5—6公分，則紙漿層不應超過10—15公厘，同時也不能超過小直徑漏斗錐高的 $\frac{1}{4}$ — $\frac{1}{3}$ 。必須注意，不要使裝滿漏斗管的水中存有空氣泡。

在漏斗管大的或漏斗管下部膨大的漏斗中，水柱不能保持。在這種情況下，可在漏斗底上放一小塊稍微揉成團狀的濾紙。如要在大漏斗中加速過濾，而且又要使濾紙漿團不受很急的液體流的破壞，可在濾紙漿團上面加一些容易移動的“液體”紙漿。

分析時，要用合乎標準的試劑。在某些情況下，可用沸騰的飲水來代替蒸餾水，但這種飲水的成分應預先經過檢查，其中是否含有要被測定的或能影響分析結果的元素。不用蒸餾水時，能測定如下幾種元素：鈉、鉍、鎢、鈷、鉬、銅、鉛、鋅、鎳、鉻、鐵及錳（在測定所有這些元素時，必須檢查這些元素在水中的含量）。

配製滴定溶液及色階時用蒸餾水。

一 般 操 作

分析前試樣的準備

預先大致研細並縮減到20—50克的試樣，其顆粒應研細到0.2—0.3公厘。用小指研磨該試樣時，會產生粒狀的感覺^①。把研細了的樣品仔細地在油布上攪和成厚度相同（4—5公厘）的四方體，並用刮子劃上四、五組互相垂直的線，使分成25個相等的部分。用刮子

^① 用小指檢驗後，特別當研細的樣品中含有汞、鉛、銻、鈉及其他重金屬時，手必須用熱水，肥皂和刷子洗淨，以免腐蝕皮膚——原編者。