

矿物原料

第 2 輯

(地質部第一屆實驗室工作會議專輯之一)

地質出版社

矿 物 原 料

第 2 輯

地 質 出 版 社

1959. 北京

矿物原料
第2輯

編者 矿物原料研究所

出版者 地质出版社
北京宣武門外永光寺西街3号

北京市書刊出版業營業登記證出字第050号

發行者 新华书店

印刷者 地质出版社印刷厂

印数(京) 1—2,800册 1959年4月北京第1版

开本 31"×45" $\frac{1}{16}$ 1959年4月第1次印刷

字数 630,000 印張28 $\frac{1}{4}$

定价(10) 5.65元

目 录

(一) 化学及物理化学分析部分

前言	(6)
十类矿种主要元素的普查分析	地質部蘭州中心實驗室
硅钼酸八羟基噻啉法测定二氧化硅	中国科学院应用化学研究所 (30)
硅钼酸噻啉容量法测定二氧化硅	地質部蘭州中心實驗室 (40)
磷灰石中测定二氧化碳采用波波夫法的試驗报告	地質部云南省地質局實驗室 (48)
粘土中少量鈣的火焰光度法测定	地質部矿物原料研究所化学分析室 (51)
鋁土矿中鈣的極譜测定	地質部陝西省地質局實驗室 (57)
矿石中鋁的 EDTA 容量法测定	地質部張家口中心實驗室 (61)
矿石中不分离鉄的鋁的 EDTA 絡合剂容量法快速测定	地質部南京中心實驗室 (70)
岩石中鉄和鋁的極譜测定	地質部陝西省地質局實驗室 (76)
用联苯胺容量法测定煤及硫化矿中硫的試驗	地質部蘭州中心實驗室 (87)
以陽 1 号树脂离子交换分离鉀和鈉(摘要)	中国科学院应用化学研究所 (5)
明矾矿中鉀的重量法测定	地質部南京中心實驗室 (96)
离子交换树脂分离磷钼鋁黄比色法测定錳矿中磷	地質部广西省地質局實驗室 (100)
錳矿中除錳对测定鈣和鎂的影响	地質部矿物原料研究所化学分析研究室 (105)
磷酸溶矿后矿石中全鉄含量的测定	地質部矿物原料研究所化学分析研究室 (110)
矿石中錳的極强测定	地質部南京中心實驗室 (113)
测定水中碘离子的方法試驗	地質部矿物原料研究所化学分析研究室 (119)
煤中碳氫快速测定法	地質部武汉中心實驗室 (122)
重鉻酸鉀容量法测定鎳的試驗报告	地質部云南省地質局實驗室 (126)
EDTA 测定矿石中的鎳	地質部武汉中心實驗室 (132)
乙二胺四醋酸鈉比色法测定鈷	地質部矿物原料研究所化学分析研究室 (136)
鋅、鈷、鎳矿中銅的测定	地質部矿物原料研究所化学分析研究室 (143)
矿石中微量錫的比色测定	中国科学院应用化学研究所 (150)
錫的二硫酚光电比色测定	中国科学院应用化学研究所 (158)
錫矿中鉍的比色测定	地質部南京中心實驗室 (163)
含銀矿石中鉛的 EDTA 容量法测定	地質部南京中心實驗室 (168)
鉛鋅矿中鉛鋅的同时極譜测定	地質部南京中心實驗室 (175)

应用导数极谱在铜矿中测定铜	地質部南京中心實驗室(185)
极谱测定砷的方法試驗	地質部沈陽中心實驗室(192)
使砷成砷酸鉍并利利用磷酸鉍作聚集剂对多金屬矿中砷的分离及測定	地質部南京中心實驗室(198)
比色法測定矿石中的鋁	地質部沈陽中心實驗室(202)
鋁矿中微量錳的分离和測定	中国科学院应用化学研究所(216)
鈣、鋁、錳紙色譜的分离与檢定	中国科学院化学研究所(225)
用抗坏血酸还原的比色法測定硒	地質部南京中心實驗室(226)
砷的比色法測定	地質部南京中心實驗室(237)
火焰光度法測定矿石中的鋇	冶金工業部地質研究所(244)
鋇的火焰光度法測定	地質部南京中心實驗室(250)
矿石中微量鋇的比色測定	地質部南京中心實驗室(261)
氟鋇酸鋇重量法測定鋇	冶金工業部地質研究所(269)
金屬鋇直接还原容量法測定鈦矿中的二氧化鈦	地質部重慶中心實驗室(275)
鈦鉄矿中鈦的快速測定	地質部矿物原料研究所化学分析研究室(282)
重砂中鋇的測定	地質部沈陽中心實驗室(288)
錫矿中鋇的比色測定——茜素S法	中国科学院应用化学研究所(298)
磷苯二酚紫測定鋇	全苏地質研究所 Ю. Н. 克尼波維奇等(301)
磷苯二酚紫比色法測定鋇	地質部矿物原料研究所化学分析研究室(305)
磷苯二酚紫比色法測定鋇的研究	地質部陝西省地質局實驗室(313)
鋇(鉛)間接極譜測定	地質部矿物原料研究所化学分析研究室(322)
在矿石中用結晶甲基紫比色法測定鉍	全苏地質研究所(326)
多金屬矿石中鉍的極譜測定法	冶金工業部地質研究所(328)
含銅的鉛鋅矿中微量鉍的極譜測定法	地質部矿物原料研究所化学分析研究室(337)
極譜法測定鉍	全苏地質研究所(342)
矿石中鉍的比色測定	地質部矿物原料研究所化学分析研究室(344)
8-羥基喹啉比色法測定鉍	地質部矿物原料研究所化学分析研究室(350)
矿石中鉍的極譜測定	地質部矿物原料研究所化学分析研究室(362)
鉍、鉍与硅、錳、鋁、鈣、鈦分离的新方法	中国科学院应用化学研究所(369)
黑稀金矿中鈾的極譜測定	中国科学院应用化学研究所(375)
磷鉍鐳矿中鈾的極譜滴定研究(摘要)	中国科学院应用化学研究所(381)
旋轉鉍電極測定矿石中的鉍	中国科学院应用化学研究所(382)
極譜法和碘量法測定金銀合粒中的鉍	中国科学院应用化学研究所(390)
对二甲氨基苯基蒽比色法測定鉍	地質部蘭州中心實驗室(397)

(二) 光谱分析部分

石英岩中鈣、鎂、鋁、鉄的光譜定量分析法	地質部矿物原料研究所化学分析研究室(400)
型砂中三氧化二鉄、三氧化二鋁、氧化鎂、氧化鈣的光譜測定	

.....	地質部陝西省地質局實驗室(410)
矿石矿物中鉛的光譜定量分析.....	地質部南京中心實驗室(416)
矿石与矿物中錳与鋁的光譜定量.....	冶金工業部地質研究所(424)
矿石中鎳的光譜測定.....	地質部矿物原料研究所化学分析研究室(430)
火花溶液法測定水中銀的光譜定量分析方法.....	地質部沈陽中心實驗室(436)
矿石中鈦、鉍、鉬、鉍、錫、鎢、鎳、鉭、鈦光譜定量分析法...	
.....	冶金工業部有色金屬研究院(440)

前 言

为了推广几年来地質部門中實驗室工作的經驗，提高實驗室工作的水平，以便使这方面的工作更好地适应地質事業大躍進的需要，地質部于一九五八年四月間召开了第一届全国實驗室工作會議。参加會議的有来自国内外的学者們，来自地質部各中心實驗室，省局實驗室以及勘探队實驗組的代表們。許多科学研究机关、工業部門以及有关的院校也都派遣代表参加了这次會議。苏联地質保矿部也应邀派遣了代表团来参加这次會議。参加會議的总人数是 437 人。

参与會議的各部門代表及国内外学者們共作了 167 篇論文报告和經驗介紹。其中属于矿石分析工作方面的 107 篇，属于岩矿鑑定方面的 45 篇，属于技术加工工作方面的 15 篇。从这些报告中可以看出，我国地質部門以及其他若干部門的實驗室工作者，在党和政府的正确领导下，通过大規模的生产实践，已經取得了不少的經驗，并有若干創造性的工作成果。这些經驗和成果得到傳播以后，將使地質部門的實驗室工作大大地向前躍進一步。

为了更加广泛地傳播这些技术知識，特將會議的一些文件分兩期在“矿物原料”專輯上集中發表。“矿物原料”第二輯刊載关于化学分析和光譜分析方面的一些文件；第三輯刊載岩矿鑑定及技术加工方面的一些文件。部分文件由于已在其他刊物上發表或已計劃用其他方式發表，故未編入本專輯中。

十类矿种主要元素的普查分析

陈济梓、郭嘉祥、丘会鸿、程忠炎

(地質部蘭州中心實驗室)

前 言

根据規定，地質工作的普查找矿阶段是不設立化驗機構的；事实上，由于它的流动性很大，固定的化驗組，对它也起不了多大的作用，然而普查队的工作区域，往往距离交通綫很远，而所找到的矿藏，很多又不能用肉眼判定品位，几年来的經驗告訴我們，中心實驗室和省屬實驗室由于交通条件的关系，很难滿足普查队的及时要求。为此，1957年我室派出了三位同志，跟隨普查队做了隨队化驗的嘗試，原定以半定量做銅、鉛、鋅、鎳等四个項目的測定；作为普查队进一步工作的参考，但工作了一段时间以后，有的竟將要或已經赶上了室内的准确程度，如野外測得銅的結果0.13%，1.87%，4.55%，鉛的結果1.18%，0.43%，2.23%，室内的对应結果則分別为：銅0.10%，1.80%，4.56%，鉛1.14%，0.40%，2.12%。这一情况，不但給了普查队一定的帮助，而且也提供了隨队化驗的可能性，我們總結了这一工作，并在原有的基础上做了若干試驗，結果表明，很多元素可以隨队分析，而質量完全可以符合地質部的誤差規定，它的裝置只要一个普通的分析箱，而在必要时再附一个常用藥品箱就够用了。

先进的苏联地質實驗工作者，在这方面已經做了很多工作，并有不少的小册子出版，我們所提供的方法，絕大多数都是學習苏联先进經驗而来的，在方法的选择和改进上曾考虑了快速、准确和适应于野外等三个方面，并曾付出了一定的劳动去研究在野外怎样制备标准溶液。

为了响应党的偉大号召，貫徹勤儉建国和鼓足干劲加速發展地質勘探事業的方針，我們認為应当把这个問題提出来，希望能够获得各方面的批評和建議，使它更符合于普查队的实际需要。

一 般 介 紹

在野外条件下隨队化驗，由于流动性大，除裝置輕便必須做到以外，还应当考虑几个根本性的关键問題，那就是天秤問題、矿样的分解問題和标准溶液問題。下面介紹一下我們解决这几个問題的途徑和方法：

(一)矿样的称取： 为了便于搬运，首先必須肯定的是分析天秤不能携于野外，

M. A. 波波夫曾提出了药用天秤，全苏矿物原料研究所设计的轻便天秤和各式扭力天秤等，B. A. 納查連科等也提出了几种扭力天秤，但是我们没有找到符合于要求的这几种工具，而使用了一种公分手秤（俗称等子），这种公分手秤的最大称量是1克，秤杆上刻有100等分的刻度，每一刻度相当于10毫克，它的灵敏度为10—20毫克，那就是说，对于0.1000克的称样可以称为0.1200克或0.0800克，假如称取的是含铜量为1.00%的矿样的话，由于称量误差的关系最后得到的结果，将是1.20%或0.80%，按质量检查制度的规定，这两个数字都超过误差，因此单从灵敏度去考虑的话，它是不能应用的，但是实践结果证明，由于称量所造成的误差不是那么悬殊，我们曾做了分析天平 and 公分手秤对0.1000克称样的10次比较，和0.2000克称样的5次比较，得到了下表所列的对应数字。

公分手秤(克)	分析天平(E.單盤)(克)	公分手秤(克)	分析天平(E.單盤)(克)
0.10	0.0990	0.10	0.1007
0.10	0.1009	0.10	0.0991
0.10	0.1016	0.20	0.1999
0.10	0.0937	0.20	0.2001
0.10	0.1008	0.20	0.2014
0.10	0.1007	0.20	0.2017
0.10	0.1011	0.20	0.2014
0.10	0.1010		

从以上对应数字可以看出，取样0.10克，最大相差1.6毫克，对于上述含铜1.00%的矿样来说，称量误差只是1.6%，由于称量误差而得的最后结果为1.02%或0.98%。这两个结果数字都是很好的数字，当然还有其他的操作误差，但是无论如何，在正常的操作情况下，不会由于加上这样一个称量误差而导致超差的，多次分析数据的比较也充分的说明了这一点，甚至在高含量的测定情况下也得到了与分析天平完全符合的结果，如三个石灰岩二氧化碳的分析天平的结果为43.29%，34.86%，43.21%，而公分手秤的结果则分别为42.83%，35.24%，43.53%，其中任何一个数字都是符合于质量要求的，因此我们推荐公分手秤的应用。

公分手秤就是中药铺使用小秤的缩影，使用前将秤毫挂起，将秤锤移至零点进行零点的校正，调整好以后，将秤锤移至所需要之重量刻度上，给铝质的秤盘上加入矿样，进行称量，称好后用毛刷将矿样刷入烧杯内作下一步处理。

公分手秤体积小，全部重量不到10克，构造简单，使用方便，每一个仅值人民币一元五角。但是它有一个缺点，就是塑胶质的秤杆在野外的干燥空气中，非常容易弯曲，若能以金属杆去代替它，就可以克服这一缺点。

(二)矿样的分解 分解矿样的方法，依其特性的不同，一般分为酸分解法，碱熔融法，硫与碳酸钠熔融法，焦硫酸盐熔融法，铋盐熔融法和结晶碘分解法，但是考虑到野外的应用，只有酸分解法和铋盐熔融法最为方便，而前者由于作用剧烈，不可避免的要放出大量的酸蒸气，在野外帐篷的工作条件下，不但对工作人员的健康有害，而且有时连帐篷

和被褥都会腐蝕损坏，因而在文內所提出的方法中，除非不得已是不用酸分解矿样的。

銨鹽熔融法分解矿样是苏联学者 П. М. 伊薩科夫最先提出的，1957 年全苏有色金属矿冶科学研究所的 А. И. 雅赫等把它应用于分解矿样以極譜法測定銅鉛鋅鎳，同年沈陽中心實驗室重复了 А. И. 雅赫等的工作，他們的工作都說明了氯化銨和硝酸銨的混合熔剂对于矿样特別是有色金屬矿样可以分解完全，我們把它应用于銅鉛鋅的容量測定和鎳的比色測定中，結果尚滿意。

为了制备銨鹽混合熔剂，可將一份氯化銨和一份硝酸銨置于磁皿中混合均匀，慢慢加热使其熔融为止，冷却后磨細使用。分解矿样时，將 5—8 倍量研細的銨鹽混合剂置于干燥的三角瓶中，繼將矿样称入其中，劇烈搖动三角瓶以混勻其內容物，置于 200—250°C 的沙盤上加熱熔融，整个作用時間約需 8 分鐘左右，停止作用后冷却，以其不同的需要將其溶解于一定的溶剂中作成溶液，进行下一步处理。

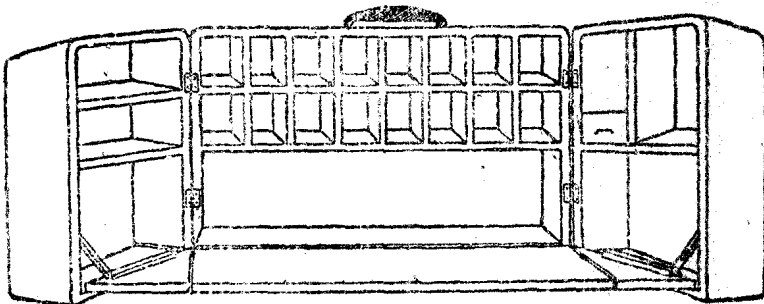
錳矿的分解采用了磷酸，鉻鉄矿的分解采用了加有少量硫酸的磷酸，这两种处理都具有快速、完全和無碍于衛生的优越性。硫黃矿的分解采用了濃氫氧化鈉抽提以溴氧化的办法，較之古典的二硫化碳抽提法既省時間又簡單，石灰岩、白云岩的分解只用标准稀酸，也是被認為快速法的一种，在所提出的十項測定中，只有鉄矿和磷矿分別用了鹽酸和硝酸，因為我們沒有查到更好的办法。

(三)一般試剂和标准試剂的配备 在一般試剂的装备上，我們的原則是可用可不用的不用，可用固体的不用液体，定量攜帶，尽量減輕重量。

标准試剂如滴定鉄用的重鉻酸鉀溶液，是这样准备的：称取重結晶并在 150°C 烘干的 $K_2Cr_2O_7$ 1.0977 克，小心地裝入洗淨烘干的小玻管中，熔融密封管口。使用前敲碎玻管將重鉻酸鉀溶于水中，并冲稀至 250ml 量瓶之刻度处，此一溶液 1ml = 5mgFe。鈣鎂的标准可以制成 1ml = 10mg 的氧化鈣或氧化鎂，裝入 20ml 的安瓶中，使用前鋸破安瓶，冲稀至需要的濃度，其他各項标准都可以采取这两种办法选择使用，指示剂可用眼藥滴瓶盛裝。

在一定条件下，可以用煮沸过的飲水代替蒸餾水。如銅、鉛、鋅、錳、鉻、鎳、鉄的測定，只要每次測定都帶上水的空白，就可使用，惟試剂的配制必須使用蒸餾水。

(四)速測箱及其使用 速測箱可以根据普查对象而設計，文献中介绍的种类和形式很多，如 П. М. 伊薩科夫的野外袖珍化学實驗箱，B. M. 吉麦里發尔勃等的野外定磷分析設備箱，B. A. 納查連科等的簡裝實驗箱和一般介绍的点滴分析箱等；为了随队分析的目的，我們認為 B. A. 納查連科所推荐的一种型式比較适用，但是他們所提出的藥品用滴瓶裝起来的办法是有缺点的，我們學習了这些装备的办法，并做了若干适宜于野外速測目的修改，这里介紹它在使



速測箱外形

用时的外形，詳細介紹請參閱祁連山地質隊化驗站野外快速分析总结。

速測箱的内容应滿足于綜合普查的需要，惟应有一兩項主要目的，下面介紹以鉻鉄矿和鎳矿为主的速測箱的装备。

試 剂

編 号	試 剂 名 称	規 格	携 帶 量
1	磷酸	二級	47500克
2	硫酸	二級	1000克
3	硝酸銀	一級	25克
4	过硫酸铵	一級	700克
5	氯化鈉	二級	250克
6	硫酸亞鉄铵	二級	250克
7	重鉻酸鉀	二級	20×1.0977克(玻管封裝)25克
8	苯代氨基苯甲酸	二級	2克
9	鉍鹽混合剂	二級	500克
10	酒石酸鉀鈉		100克
11	氫氧化鈉		250克
12	硫氰酸鉍		10克
13	氟化鉍		150克
14	鹽酸	二級	500克
15	二甲基乙二肼肼	一級	10克
16	$\text{NiSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$	一級	20×0.0476克(玻管封裝)
17	氫氧化鉍		500克
18	碘化鉀		100克
19	淀粉		5克
20	鉄標化鉀		25克
21	硫代硫酸鈉		10克
22	电解銅絲		6克
23	硫酸鉄		2克
24	濾紙	定性 5893 42号	各一綫
25	檸檬酸		15克
26	氟化亞錫		10克
27	矽钨酸	一級	10个玻管封裝單位
28	二苯胺磺酸鈉	一級	5克
29	标准鈣溶液	1ml=10mgCaO	5×10ml(玻管封裝)
30	标准鎂溶液	1ml=10mgMgO	5×10ml(玻管封裝)
31	鉍鹽混合剂	二級	50克
32	鉻黑T		5个玻管封裝單位
33	紫脲酸鉍		2克
34	硝酸鉄		50克
35	鉍酸鉍		100克
36	动物膠		2克
37	鉻鉄矿标准矿样		三种含量的各5克
38	鎳矿标准矿样		三种含量的各5克
39	銅矿标准矿样		三种含量的各5克

續表

編 号	試 剂 名 称	規 格	携 帶 量
40	鉛鋅矿标准矿样		三種含量的各 5 克
41	鉄矿标准矿样		三種含量的各 5 克
42	錳矿标准矿样		三種含量的各 5 克
43	石灰岩标准矿样		三種含量的各 5 克
44	磷矿标准矿样		三種含量的各 5 克
45	甲酸	二級	500克
46	氯化銅	二級	50克
47	氯化錳	二級	50克
	氯化鋁	一級	10×0.7965克
48	金屬鉛	一級	20×0.1克
49	亞硫酸鈉	二級	5克
50	溴水		飽和安瓿瓶裝
51	溴酚藍指示剂		裝入眼藥滴瓶
52	硝酸	二級	500克

上列各种藥品，可以滿足于鉻鉄矿、鉄矿、錳矿、鎳矿、銅矿、鉛鋅矿、石灰岩、白云岩、磷矿等主要項目的野外測定，携帶量可以按矿目的去調整，比較大量的液体酸鹼可以單裝一个小箱子，蒸餾水以橡膠袋或小一些的内胎裝灌。

器 皿

編号	器皿名称	規 格	携 帶 量	編号	器皿名称	規 格	携 帶 量
1	公分手秤	称量1克 感量1/100克	2	10	量瓶	250毫升	2
2	瑪瑙研鉢		1	11	液瓶	100毫升	2
3	煤油爐		1	12	漏斗		2
4	滴定管	10毫升	2	13	刻度試管	20毫升	10
5	盤子秤	称量50克	1(可用小台秤代替)	14	試管	1毫升	1
6	三角瓶	100毫升	10		試管	5毫升	1
7	燒杯	200毫升	5		試管	10毫升	1
	燒杯	300毫升	5	15	量筒	100毫升	1
8	洗瓶	150毫升	1	16	滴瓶	20毫升	2
9	表面皿	9公分	5	17	簡易烘箱		1
				18	玻棒		5

上列装备，除煤油爐而外，都可以裝入速測箱中。

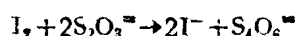
若普查目的明确，器皿和試剂的装备量可以大大減少，那就显得更为輕便了。

主要元素的測定

銅

(鉍鹽分解矿样碘量法)

以氯化鉍和硝酸鉍混合熔剂分解矿样，硫酸抽提，在氟化物存在的氨性溶液中，加入碘化鉀，以硫代硫酸鈉滴定，过程中的反应为：



(一) 試剂

1. 鉍鹽混合熔剂——將等量的氯化鉍和硝酸鉍于磁皿中混合均匀，置烘箱中在 120°C 烘干 20 分鐘，冷后磨細，携于野外使用。

2. 硫酸 1:1

3. 氢氧化鉍 1:1

4. 淀粉溶液 0.5%

5. 氟化氢鉍 二級品

6. 碘化鉀 二級品

7. 标准銅溶液——敲碎一个熔封有 0.1000 克电解銅的小玻管，將其中的銅溶于 10 毫升 1:2 的硝酸中，煮沸以除去氧化氮，移置于 100 毫升的量瓶中，以水冲稀至刻度，此溶液 1 毫升相当于 1 毫克的銅。

8. 硫代硫酸鈉标准溶液——称取 1.5 克一級品硫代硫酸鈉及 0.1 克碳酸鈉，溶于水中，溶解后移入 250 毫升容量瓶中，并冲稀至刻度。

硫代硫酸鈉溶液滴定度的标定：吸取 3 份 10ml 标准銅溶液于燒杯或三角瓶中，加水冲稀至 30ml，在有 Fe^{+++} 存在下加氨水至呈微碱性，繼加約 0.3 克氟化氢鉍和 0.5 克碘化鉀，析出的碘以硫代硫酸鈉滴定至淡黄色以后，加入 3—5 滴淀粉溶液，繼續滴定至藍色消失，計算 1 毫升硫代硫酸鈉相当于毫克銅的滴定度，

$$\text{滴定度} = \frac{\text{所取銅的毫克数}}{\text{硫代硫酸鈉消耗的毫升数}}$$

(二) 測定手續 称取 0.10—0.20 克矿样与 0.5—1.0 克鉍鹽混合熔剂在 100 毫升的三角瓶中混合均匀，盖以表皿，放在預先燒至 $200—250^{\circ}\text{C}$ 的沙盤上熔融，待作用完畢以后，冷却，加入 1:1 硫酸 2 毫升，蒸發至冒 SO_2 烟 2 分鐘，冷却后加水冲稀至 30 毫升左右，用 1:1 氢氧化鉍中和至鉄的开始沉淀，加入 0.3—0.5 克氟化氢鉍，使鉄的颜色完全消失，再加入 0.5 克碘化鉀，析出的碘用硫代硫酸鈉标准溶液滴定，在滴定終点之前加入淀粉溶液，繼續滴定至藍色消失。

$$\text{Cu}\% = \frac{\text{硫代硫酸鈉使用量} \times \text{滴定度}}{\text{矿样重}} \times 100$$

双份测定约需 45 分钟。

(三) 試驗結果:

分析号	含 銅 量 %		相 对 誤 差 %		分析号	含 銅 量 %		相 对 誤 差 %	
	本法結果	極譜結果	实 測 的	容 許 的		本法結果	極譜結果	实 測 的	容 許 的
1	0.34	0.34	0	15	9	1.19	1.19	0	10
	0.34					1.22		3	10
2	0.41	0.40	3	15	10	2.42	2.49	3	10
	0.38		5	15		2.40		4	10
3	0.40	0.43	7	15	11	3.28	3.28	0	7
	0.40		7	15		3.33		2	7
4	0.46	0.48	4	15	12	4.05	3.97	2	7
	0.44		8	15		4.06		2	7
5	0.51	0.51	0	10	13	4.09	4.09	0	7
	0.49		4	10		4.10		0	7
6	0.58	0.60	3	10	14	8.09	8.04	1	7
	0.57		5	10		8.13		1	7
7	0.61	0.60	2	10	15	8.32	8.26	1	7
	0.62		3	10		8.36		1	
8	0.84	0.84	0	10					
	0.83		1	10					

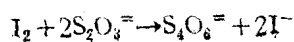
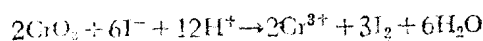
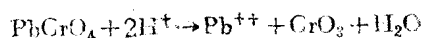
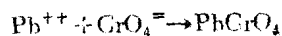
参 考 文 献

1. П. М. 伊薩科夫: 矿石和矿物粉末研磨定性分析法 17—34 頁。
2. А. И. ЛЯХ Е. В. ЛИСИЦИНА И З. Н. ШИСТЕРОВА: ЗАВОДСКАЯ ЛАБОРАТОРИЯ 1:20—23(1957)
3. 沈陽中心實驗室方法試驗報告: 鉍鹽熔矿極譜法測定銅鉛鋅。
4. С. Ю. 法因別爾格: 有色金屬矿石分析第一分冊 57—99 頁。
5. М. А. 波波夫: 野外化学分析法 76—81 頁。
6. В. И. 基多夫: 矿物原料化学分析法 34—37 頁。
7. G. CHARLOT: Quantitative Inorganic Analysis 416—417 頁(1957)。
8. Scott's Standard methods of Chemical Analysis 368—372 頁。

鉛

(柠檬酸鉍酸鉛法)

矿样以鉍鹽混合熔剂熔融分解, 以水抽提, 在不分离雜質的情况下, 用醋酸控制溶液的酸度 (pH=2—3), 將鉛以鉍酸鉛状态析出, 随后以碘量法測定与鉛相結合的鉍酸, 过程中的反应为:



(一)試劑:

1. 銹鹽混合熔劑——參閱銅的測定
2. 鹽酸 (比重 1.19)
3. 醋酸 (60--80%)
4. 硫酸 1:1
5. 氯化銅溶液 40%
6. 檸檬酸溶液 10%
7. 重鉻酸鉀溶液 10%
8. 碘化鉀 二級品
9. 淀粉溶液 0.5%
10. 氯化鈉 二級品
11. 氯化物溶液——在 50 毫升飽和的氯化鈉溶液中加入 10 毫升水及 7.5 毫升濃鹽酸。
12. 氫氧化鉍
13. 標準鉛溶液——敲碎一個熔封有 0.1000 克一級金屬鉛的小玻管，將其中的鉛溶于 5 毫升 1:2 的硝酸中，移于 100 毫升容量瓶中，并以水稀釋至標綫，此溶液 1 毫升相當于 1 毫克的鉛。

14. 硫代硫酸鈉標準溶液——稱取 0.70 克一級品硫代硫酸鈉溶于水中，溶解後移置于 100 毫升量瓶中，加入 0.1 克碳酸鈉并用水沖稀至標綫處。

硫代硫酸鈉溶液對鉛滴定度之标定：吸取 10 毫升該溶液于燒杯中，加入 5 毫升鹽酸，蒸發至近干，以下操作與下述測定手續相同。

(二)測定手續：稱取礦樣 0.2 克于 100 毫升干燥的三角瓶中，加入 2 克銹鹽混合熔劑，強力搖動使混合均勻，蓋以表面皿，放在預先燒至 200—250°C 的沙盤上熔融，待作用完畢以後，冷卻，加入 15 毫升水，1 毫升濃鹽酸，0.5 克氯化鈉，及 2 滴 1:1 的 H_2SO_4 ，煮沸，趁熱加入 2 毫升 10% 的檸檬酸，5 滴氯化銅溶液，以氨水中性至黃綠色轉變成暗藍色或褐色，繼用醋酸酸化至黃綠色并過量 1 毫升，煮沸，加入 5 毫升煮沸的重鉻酸鉀溶液，繼續煮沸 3 分鐘，放置 1.5 小時，用棉團過濾，沉淀以 1% 的醋酸洗至洗液無色，將漏斗插入原三角瓶中，用洗瓶吹入氯化物溶液 15—30 毫升（視沉淀多少而定）溶解沉淀，再用熱水洗至濾液無色，濾液用水沖稀至原體積的一倍，加入碘化鉀 0.5 克，用標準硫代硫酸鈉溶液滴定至淡黃，加入 0.5% 的淀粉溶液 0.5 毫升，繼續滴定至無色。

$$Pb\% = \frac{\text{硫代硫酸鈉的使用量} \times \text{滴定度}}{\text{礦樣重量}} \times 100$$

雙份測定約需 4 小時

(三)注意事項:

1. 檸檬酸加入量應控制，多量的檸檬酸會使鉍酸鉀沉淀緩慢下來，特別在小含量時，有的竟會不生沉淀。

2. 沉淀時的酸度是沉淀完全與否的關鍵問題，必須嚴格遵守。

3. 0.1%以上的含鉛量，放置 1.5 时可以沉淀完全。

(四)試驗結果:

分析号	含 銅 量 %		相 对 誤 差 %		分析号	含 銅 量 %		相 对 誤 差 %	
	本法結果	極譜結果	实 測 的	容 許 的		本法結果	極譜結果	实 測 的	容 許 的
1	0.04	0.03	25	12	6	3.33	3.34	0	12
2	0.42	0.42	0	12	7	4.35	4.43	2	12
3	0.53	0.58	9	12	8	5.20	5.16	1	12
4	1.68	1.61	4	12	9	8.31	8.28	0.5	6
5	2.83	2.94	4	12	10	15.45	15.30	1	4

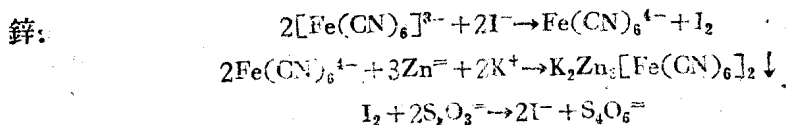
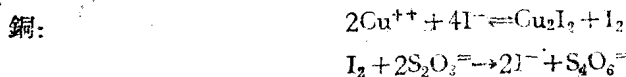
参考文献

1. 索切瓦諾夫: 鉛矿石中定鉛的方法 16—23 頁。
2. M. A. 波波夫: 野外化学分析法 93—96 頁
3. 地質部华东地質局化驗室: 方法試驗报告 2 卷 1 期 1—7 頁。
4. C. Ю. 法因別尔格: 有色金屬矿石分析第一分册 117—132 頁。
5. 地質部中南地質局中心实驗室: 方法試驗报告: 含鉛鉛鋅矿中鉛的鉍鉍酸鉛法測定。
6. 地質部蘭州中心实驗室: 金屬矿石化学分析 37—38 頁。
7. 參閱銅測定中參考資料 1—2。

鋅 和 銅

(碘量法共同測定銅和鋅)

銅和鋅的測定都是在弱酸性溶液中进行的，銅以碘量法測定，測定銅之后濾去碘化亞銅沉淀，以碘量法測定鋅，過程中的反应为:



(一)試劑:

1. 鉍鹽混合溶劑——參閱銅的測定。
2. 硫酸: 1:1
3. 氫氧化鉍: 1:1
4. NH_4HF_2 二級品
5. 碘化鉀 二級品
6. 淀粉溶液 0.5%

7. 铁氰化钾 5%

8. 硫代硫酸钠标准溶液——配制和标定与铜的测定中相同，对锌的滴定度为对铜的滴定度乘以因数 1.5676。

9. 滤纸 Whatman 42 号。

(二) 测定手续:

铜: 称取 0.2 克矿样, 置于 100 毫升干燥的三角瓶中, 加入 1 克左右的续盐混合熔剂, 强力振摇, 使其混合均匀, 盖以表皿, 放在预先烧至 200—250°C 的沙盘上熔融, 待作用完毕后, 冷却, 加入 2 毫升 1:1 硫酸, 蒸发至冒白烟 2 分钟, 冷后用水稀至体积约 30 毫升, 以 1:1 NH_4OH 中和至 $\text{Fe}(\text{OH})_3$ 出现, 加入 0.5 克 NH_4HF_2 , 使铁溶解并使高铁的颜色消失, 加入 0.5 克 KI 和 1 毫升淀粉溶液, 用标准硫代硫酸钠滴定至蓝色消失, 含量计算与铜的单独测定一样。

锌: 往滴定铜以后的溶液中加入少许纸浆, 煮沸数分钟, 趁热过滤, 用热水洗涤沉淀三次, 待滤液冷后加入 0.5 克碘化钾和少许淀粉溶液, 加入 2 毫升铁氰化钾, 用 $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 滴定至现淡蓝色, 重新加入铁氰化钾, 继续用硫代硫酸钠滴定至转变为黄绿色。

双份测定约需 1.5 小时,

$$\text{Zn}\% = \frac{\text{硫代硫酸钠使用量} \times \text{对铜的滴定度} \times 1.5676}{\text{矿样重量}} \times 100$$

(三) 注意事项:

1. 称样为 0.2 克时本法适用于锌的含量在 1.00% 以上, 若锌的含量在 1.00% 以下, 可称样 0.5—1.00 克。

2. 在滴定铜近终点时, 若有必要可加入 1 克左右的 NH_4CNS 使生成 CuCNS , 这样不但铜的终点明显, 而且由于 CuCNS 的溶解度小, 不致影响锌的测定。

(四) 试验结果:

分析号	本法结果 %		极谱结果 %		相对误差 %		允许相对误差 %	
	Cu	Zn	Cu	Zn	Cu	Zn	Cu	Zn
1	0.27	14.19	0.30	14.36	1	1	15	6
	0.26	14.19	〃	〃	1	1	15	6
	0.24	14.49	〃	〃	2	1	15	6
	0.25	14.44	〃	〃	2	1	15	6
2	0.46	0.94	0.44	1.10	5	15	15	15
	—	0.97	〃	〃	—	12	15	15
3	0.69	2.71	0.64	2.39	8	13	10	15
	0.64	2.68	〃	〃	—	9	10	15
4	0.06	3.60	—	3.45	—	4	15	15
	0.06	3.48	—	〃	—	1	15	15
5	—	13.54	—	14.36	—	6	—	6

参考文献

1. 同铜的测定中参考资料 1—2。