

矿物原料

第 6 輯

地質部矿物原料研究所編



234

地質出版社

奇物异料

第 6 辑

内部资料 注意保存

地质出版社

1960·北京

矿物原料

第 6 期

| | |
|-----|----------------------|
| 編者 | 地質部矿物原料研究所 |
| 出版者 | 地質出版社 |
| | 北京西四羊市大街地質部內 |
| | 北京市書刊出版業營業許可証出字第010号 |
| 发行者 | 地質出版社 |
| 經售者 | 地質出版社 |
| 印刷者 | 國家統計局印刷厂 |

| | |
|----------------------------|--------------|
| 印数(京) 1—3000册 | 1960年2月北京第1版 |
| 开本 787×1092 $\frac{1}{16}$ | 1960年2月第1次印刷 |
| 字数144,000 | 印张 5 |
| 定价(10) 0.80元 | |

前 言

随着全民找矿运动及工业遍地开花形势的发展，矿物原料的化验工作也形成了日益普及的趋势。在各级党委的关怀与支持下，为了适应中小型企业对矿产品的迫切需要以及地方普遍建立实验室的要求，全国各实验室创造了若干简易快速的，易于为群众所掌握的化验方法，并且就地取材，制成了若干实验室装备的代用品。实践证明，应用这些方法和设备进行矿石化验工作，也能得到符合要求的結果。特别是在普查勘探小型矿产中，应用这些方法，更能收到及时和节约的效果。1958年地质部全国化验鉴定工作现场会议总结了这方面的经验。本專輯选择了其中具有普遍意义的若干经验，加以汇编，分三册出版（矿物原料第五、六、七册）。

各实验室在1959年的大跃进中必将继续贯彻土洋结合的方针。在各级党委的领导和帮助下，运用这些经验时，定会加以补充和发展，使之更趋完善。

本專輯封面承地质部许杰副部长题字，谨示谢意。

编 者

目 录

前言

乙二胺四乙酸 - 过氧化氢比色法

- 测定铁 辽宁省矿物原料研究所 (5)
- 银试剂比色法测定矿石中的汞 湖北省地质局中心实验室 (11)
- 微量汞的简易快速比色法 贵州省地质局实验室 (17)
- 矿石中砷的快速测定 广东省地质局实验室 (20)
- ### 酸溶 - 硫氰酸钾比色法测定多金
- 属矿石中锡 湖北省地质局中心实验室 (22)
- 关于目视电光比色的应用 湖南省地质局实验室 (24)
- 容量法测定锡的一些改进 广东省地质局实验室 (25)
- 次磷酸盐法测定含铜矿石中锡 湖北省地质局中心实验室 (27)
- 不除铁作铝矿石中总铝的快速测定 陕西省地质局实验室 (30)
- 明矾矿中硫酸根硫的测定 湖北省地质局中心实验室 (34)
- ### 用国产 581 型光电比色计比色法测
- 定磷灰石中高含量五氧化二磷 湖南省地质局实验室 (36)
- 不分离阳离子和钾钠同时测定的
- 火焰光度法 湖北省地质局中心实验室 (39)
- ### 磷酸溶矿法测定铝矿中黄铁矿形
- 式硫的快速相分析 陕西省地质局实验室 (45)
- 锡矿合理分析 江西省地质局中心实验室 (52)
- 矿石中微量钨的光度法测定 地质部南京中心实验室 (57)
- 矿石中金的比色测定 云南省地质局实验室 (63)
- 容量法测定铍 广东省地质局实验室 (66)
- 方波极谱在矿物原料分析中的应用 地质部南京中心实验室 (68)
- 应用接触波测定铝 地质部南京中心实验室 (75)
- 钒的极谱测定 地质部南京中心实验室 (80)
- 锆的极谱测定 地质部南京中心实验室 (86)
- 光谱相板简易制造法 陕西省地质局实验室 (90)
- 天然水金属元素光谱半定量方法 广东省地质局实验室 (92)

乙二胺四乙酸 - 过氧化氢比色法测定铁

辽宁矿物原料研究所

I. 提 要

铁的比色测定一般都采用磺基水杨酸法，此方法确是一个比较可靠的方法。在一般含铁量较小的矿石中都能应用。但磺基水杨酸价格较高，且在试剂之用量上也较多，因此在测定铁的成本上还不能完全符合省的要求。

为了使测定铁的成本减低，我们试验了乙二胺四乙酸-过氧化氢比色法。根据文献记载，乙二胺四乙酸能和很多金属阳离子相结合。当加入过氧化氢后，只有铁能和过氧化氢产生颜色，此颜色与铁的含量成正比，可用以比色。因此，乙二胺四乙酸不但起了阻止干扰的作用，同时也起了显色剂的作用。

根据文献记载，当铬和钴含量较高时，将影响测定。铬的干扰可借呈氯化物状态蒸发去除之。钴的干扰则可于加入氢氧化铵后加入氰化物消除之。

乙二胺四乙酸的用量必须足够，不然当加入氢氧化铵后，金属的氢氧化物沉淀将析出。氢氧化铵的用量亦必须足够，如溶液的 pH 低于 10 时，加入过氧化氢后将不产生应有的颜色，而使溶液呈黄色。如过氧化氢用量不足，也不能使显色趋向完全。

根据文献记载，用乙二胺四乙酸比色法测定铁最适宜于 520m μ ，进行比色。

本法可应用于石灰石，菱铁矿，硅酸盐等含铁量不太高的矿石中。矿样经分离硅胶后，抽取相当于 0.1 克的滤液于 50 毫升容量瓶中，加入足够量的乙二胺四乙酸，然后加氢氧化铵和过氧化氢，用水稀释和摇匀后进行比色。

II. 试 剂

1. 乙二胺四乙酸溶液 4%，称取 4 克乙二胺四乙酸溶于 100 毫升水中，过滤后使用。
2. 氢氧化铵，比重 0.89；
3. 过氧化氢，30%；
4. Fe₂O₃ 标准溶液，1 毫升 = 100 微克 Fe₂O₃。

III. 标准曲线的绘制

于 50 毫升容量瓶中，分别加入 1 毫升 = 100 微克的 Fe₂O₃ 标准溶液 1、2、5、10、15、20、25 毫升，用水稀释至 25 毫升加入 4% 乙二胺四乙酸溶液 10 毫升（如菱铁矿，则加 15 毫升），摇匀后，加入氢氧化铵 4 毫升和 30% 过氧化氢 4 毫升，用水稀释至刻度，摇匀后，用日制 A Rago 比色计，530m μ 或用苏联制 ФЭК-М 型比色计，绿色滤光镜，2 厘米厚比色杯进行比色。

IV. 手續

(适用于石灰石, 菱铁矿)

称取矿样 1 克于白金坩埚中, 加入无水碳酸钠 1 克, 用細玻璃棒攪匀后, 进行融熔, 融熔物用鹽酸浸取, 于电热板上蒸发至湿鹽, 加入浓鹽酸 20 毫升, 于 70°C 水浴中加入 1% 动物膠 10 毫升, 使硅酸析出, 析出的硅酸用中速濾紙过滤, 濾液收集于 250 毫升容量瓶中, 备作鉄、鋁、鈣、鎂之用。

抽取濾除硅酸后的濾液 25 毫升, (相当于 0.1 克) 于 50 毫升容量瓶中, 加入 1% 乙二胺四乙酸溶液 10--15 毫升 (石灰石加 10 毫升, 菱铁矿加 15 毫升) 搖匀后, 加入氢氧化铵 5 毫升和 30% 过氧化氢 4 毫升, 用水稀釋至刻度, 搖匀后, 与曲綫一样进行比色。

V. 試驗

甲、标准曲綫繪制的試驗 于 50 毫升容量瓶中分別加入 1 毫升 = 100 微克, Fe_2O_3 的标准溶液。0, 1, 2, 5, 10, 15, 20, 25 毫升, 按上述曲綫的手續进行測定。

所得結果如表 1:

表 1

| Fe_2O_3 标准液微克数 | 消光系数 |
|------------------|-------|
| 0 | 0.002 |
| 100 | 0.021 |
| 200 | 0.040 |
| 500 | 0.098 |
| 1000 | 0.194 |
| 1500 | 0.291 |
| 2000 | 0.391 |
| 2500 | 0.488 |

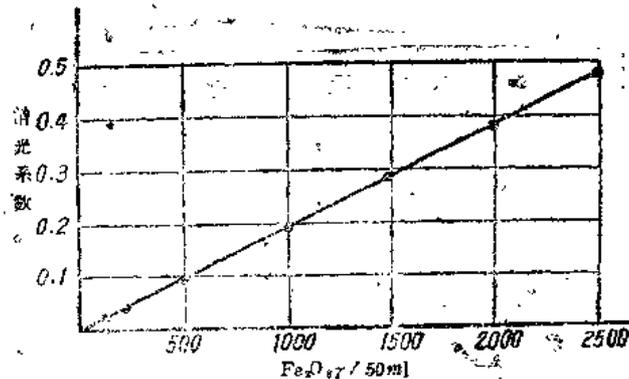


图 1

由上表得知, 用乙二胺四乙酸-过氧化氢进行比色鉄时, 所得曲綫能成一直綫, 符合比尔定律, 且 Fe_2O_3 之含量达 2500 微克时, 亦能和溶液顏色之强度成正比。

乙、乙二胺四乙酸用量之試驗 由于石灰石, 菱铁矿中氧化鈣和氧化鎂的含量不同, 因此所用絡合剂的量亦需不同。为了要使本法适合于石灰石, 菱铁矿等中鉄的測定, 因此就試驗了不同量乙二胺四乙酸对測定是否有影响的試驗。

于不同量鉄的标准溶液中, 加入不同量的乙二胺四乙酸, 然后按曲綫一样进行显色和比色。

所得結果如表 2:

由表 2 中得知 E. D. T. A. 用量之多少对測定沒有影响一般測定石灰石中鉄时, 接 0.1 克矿样計算, 可加 4% E. D. T. A. 10 毫升, 測定菱铁矿中鉄时, 可加 4% E. D.

表 2

| Fe ₂ O ₃ 微克数 | 消光系数 | 1% E. D. T. A. 毫升数 | | |
|---------------------------------------|------|-----------------------|-------|-------|
| | | 5 | 10 | 15 |
| 200 γ | | 0.036 | 0.040 | 0.043 |
| 500 γ | | 0.093 | 0.097 | 0.098 |
| 1000 γ | | 0.190 | 0.194 | 0.194 |
| 2000 γ | | 0.387 | 0.391 | 0.391 |

T. A. 15 毫升，所用标准曲线也加入相同量的 E. D. T. A.

丙、氢氧化铵用量的试验 在进行绘制标准曲线时，我们在 50 毫升容量瓶中加入一毫升浓氢氧化铵，但进行矿样分析时，试液为盐酸溶液，需消耗氢氧化铵 1—15 毫升，因此我们进行了假如氧化铵量不十分一致，对测定是否有影响的试验。

于 Fe₂O₃ 标准液中，加入 10 毫升 4% 乙二胺四乙酸，分别加入 3，4，5 毫升浓氢氧化铵，然后加入 4 毫升 30% 过氧化氢后，进行比色。

所得结果如表 3：

表 3

| Fe ₂ O ₃ 标准液微克数 | 加入 NH ₄ OH 毫升数 | 消光系数 |
|---------------------------------------|---------------------------|-------|
| 1000 | 3 | 0.194 |
| 1000 | 4 | 0.194 |
| 1000 | 5 | 0.196 |

由表 3 得知，当溶液中氢氧化铵量在 3，4，5 毫升时所得消光系数都为一致，因此我们在绘制标准曲线时加入氢氧化铵 4 毫升，而测定矿样时加入氢氧化铵 5 毫升。

丁、干扰试验

(一) 于不同量 Fe₂O₃ 标准溶液中，分别加入下列各种不同量的元素，然后加入 10 毫升 4% E. D. T. A. 溶液，浓氢氧化铵 4 毫升和 30% 过氧化氢 4 毫升，用水稀释至刻度后和曲线一样进行比色。

所得结果如表 4：

表 4

| Fe ₂ O ₃ 标准液 微克数 | 不加干扰 消光系数 | 加入 CaO 毫克数 | 加入 MgO 毫克数 | 加入 TiO ₂ 毫克数 | 加入 Al ₂ O ₃ 毫克数 | 消光系数 |
|-------------------------------------------|--------------|---------------|---------------|----------------------------|------------------------------------------|-------|
| 200 | 0.040 | 50 | 2.0 | 0.1 | 1.0 | 0.042 |
| 500 | 0.097 | 50 | 2.0 | 0.1 | 1.0 | 0.098 |
| 1000 | 0.194 | 50 | 2.0 | 0.1 | 1.0 | 0.194 |
| 2000 | 0.391 | 50 | 2.0 | 0.1 | 1.0 | 0.387 |

从表 4 得知，在 Fe₂O₃ 标准液中，加入大量 CaO，和一定量 MgO，TiO₂，和 Al₂O₃ 后对测定没有干扰。

(二) 于不同量 Fe_2O_3 的标准溶液中, 加入大量的 MgO 标准液, 然后加入 4% E.D.T.A. 溶液 15 毫升, 浓氢氧化铵 4 毫升和 30% 过氧化氢 4 毫升用水稀释至刻度后和曲线一样进行比色。

所得结果如表 5:

表 5

| Fe_2O_3 标准液微克数 | 不加入 MgO 时之消光系数 | 加入 MgO 毫克数 | 消光系数 |
|------------------|------------------|--------------|-------|
| 200 | 0.040 | 50 | 0.041 |
| 500 | 0.097 | 50 | 0.102 |
| 1000 | 0.194 | 50 | 0.198 |
| 2000 | 0.391 | 50 | 0.392 |

由上表得知, 当矿样中含有大量 MgO 时可用此法进行铁的测定。

(三) 铬, 钴, 干扰试验: 于 FeO_3 标准溶液中, 加入不同量的铬和钴, 然后进行显色和比色。

所得结果如表 6:

表 6

| Fe_2O_3 标准液微克数 | 加入 Cr_2O_3 微克数 | 加入 Co 微克数 | 消光系数 |
|------------------|------------------|-------------|-------|
| 1000 | 0 | 0 | 0.194 |
| 1000 | 100 | | 0.193 |
| 1000 | 200 | | 0.196 |
| 1000 | 300 | | 0.200 |
| 1000 | 500 | | 0.265 |
| 1000 | | 20 | 0.197 |
| 1000 | | 40 | 0.198 |
| 1000 | | 60 | 0.202 |
| 1000 | | 80 | 0.202 |

从表 6 得知, Cr_2O_3 在 200 微克以内对测定无显著影响, 超过 300 微克后由于铬本身之颜色将影响铁的测定, 使结果偏高, 钴的影响较大, 一般在 40 微克以内还不显著, 超过 60 微克将使结果偏高。

戊、稳定度试验 将 Fe_2O_3 标准液显色后, 分别在 4 小时以内进行比色几次, 试验其稳定情况。

所得结果如表 7

表 7

| Fe_2O_3 标准液 微克数 | 消光系数 | | | |
|----------------------|-------|-------|--------|--------|
| | 10 分钟 | 60 分钟 | 180 分钟 | 240 分钟 |
| 1000 | 0.194 | 0.196 | 0.191 | 0.190 |
| 1500 | 0.291 | 0.291 | 0.288 | 0.283 |

从上表得知，当溶液放置时间过长后，将稍有偏低现象，一般在3小时以内比色对结果无影响。

己、矿样试验 我们用石灰石和菱铁矿进行了试验。按操作手续进行了几个测定。所得结果如表8

表8

| 矿样号 | 消光系数 | % | 平均% | 其他方法结果% |
|-----------------|-------|------|------|-----------------------------|
| 部管理样品 (石灰石) | 0.152 | 0.77 | 0.77 | 0.74 |
| | 0.150 | 0.77 | | |
| 井 65 (石灰石) | 0.043 | 0.22 | 0.22 | 0.23 (磷基小极量法) |
| | 0.043 | 0.22 | | |
| 井 119 (石灰石) | 0.247 | 1.28 | 1.27 | 1.31 ($K_2Cr_2O_7$ 容量法) |
| | 0.242 | 1.25 | | |
| 井 2006 (菱铁矿) | 0.338 | 1.76 | 1.75 | 1.77 ($K_2Cr_2O_7$ 容量法) |
| | 0.333 | 1.73 | | |
| 井 1903 (菱铁矿) | 0.242 | 1.25 | 1.23 | 1.37 ($K_2Cr_2O_7$ 容量法) |
| | 0.242 | 1.25 | | |

由上表得知，此法所得结果之重现性甚好，与其他方法结果对照也能符合质量要求，因此可用于一般矿石中低含量铁的测定。

庚、回收率试验 为了要明确此法之准确度因此进行了回收率的试验。

在矿样中加入一定量的 Fe_2O_3 标准溶液。然后按手续一样进行测定。

测定结果如表9

表9

| 矿样号 | 用本法所得结果 | 加入 Fe_2O_3 毫克数 | 减去矿样结果所得 Fe_2O_3 毫克数 | 回收率 |
|-----------------|---------|------------------|------------------------|--------|
| 部管理样品 (石灰石) | 0.77% | 504 | 500 | 99.2% |
| | | 504 | 500 | |
| 井 1903 (菱铁矿) | 1.25% | 1008 | 1010 | 100.2% |
| | | 1008 | 1010 | |

由上表得知，用此法所得之回收情况良好，因此本法之准确度甚佳。

VI. 结 论

1,乙二胺四乙酸-过氧化氢比色法测定铁可应用于石灰石,菱铁矿和一般含铁量较低

的矿石中。

2. 测定石灰石，菱铁矿中铁时，也可用盐酸分解矿样，抽取部分溶液后进行比色。
3. 乙二胺四乙酸的用量多少对测定无影响，但必需足够，避免氢氧化物沉淀析出，测定石灰石时加入 4 % F. D. T. A. 10 毫升，测定菱铁矿时加入 4 % F. D. T. A. 15 毫升。
4. 绘制标准曲线时加入氢氧化铵 4 毫升，测定矿样时应加入氢氧化铵 5 毫升。
5. 本法在 3 小时以内，较稳定，时间过长后稍有偏低现象。
6. Cr_2O_3 超过 300 微克时对本法有干扰，钴超过 60 微克时，将使结果偏高。

参 考 文 献

Peter F. Lott and K. L. Cheng:

Spectrophotometric determination of iron in clay and Limestone, Anal. Chem 1777.
december 1957

銀試劑比色法測定礦石中的汞

湖北省地質局中心實驗室

Bobtelsky Eisenstadt 等人擬定了汞的比濁滴定法：在 $\text{pH}=7$ 時以銀試劑 (Dimethy- amino-benzglidene-thodamine) 滴定二價汞，並對 21 種離子作干擾試驗，我們在此基礎上擬定了汞的比色條件，在檸檬酸存在下當 $\text{pH}=7-8$ 時，汞與銀試劑生成黃橙色的化合物，顏色強度與汞的含量 (140 微克/100 毫升以下) 成比例關係，Pb, Zn, Cu(II), Co, Ni, Fe(II) (20 毫克以下) 對汞的測定沒有影響，Au (4 微克以上) Ag (4 微克以上) 存在時，增強顏色深度。

用於礦石分析時，為了防止汞化物的揮發 (3) 我們建議採用容量瓶在低溫 (95—100°C 最佳) 水浴中，分解礦樣。

I. 試驗部分

儀器：Ф.Э.К-M 光電比色計，綠色濾光片，1 厘米比色池。

特殊試劑：銀試劑：(Dimethy-amino-benzglidene-thodamine) 稱取 0.0332 克銀試劑溶解在 60 毫升丙酮溶液，用乙醇稀釋到 500 毫升。

標準汞溶液 I

稱取 0.6765 克純氯化汞溶于 1000 毫升水中，此溶液每毫升，含汞 0.5 毫克。

汞標準溶液 II

吸取汞標準溶液 I 20 毫升置于 1000 毫升容量瓶中，用水稀釋到刻度此溶液每毫升含汞 10 微克。

1. 汞的顯色情況 在含汞的標準溶液中加入檸檬酸溶液，並以氫氧化鈉、硝酸調節溶液的 pH 值，分別更動各項因素進行下述試驗：

(1) 銀試劑——汞顏色的穩定性。

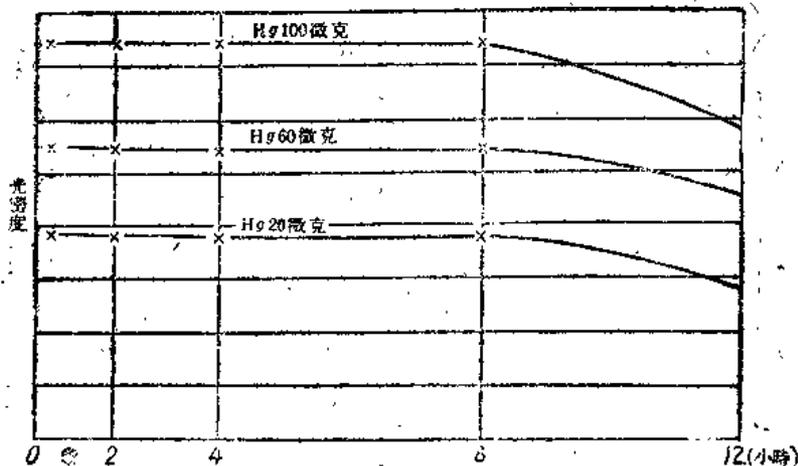


圖 1. 銀試劑——汞顏色的穩定性 (溶液總體積為 100 毫升，其中含有 20% 檸檬酸 20 毫升，0.0664%，銀試劑 8 毫升， pH 值 7—8)。

图1说明银试剂——汞在显色后即达到完全，在8小时以内无显著变化，8小时以后显色渐渐减弱。

(2) 银试剂浓度对显色的影响。

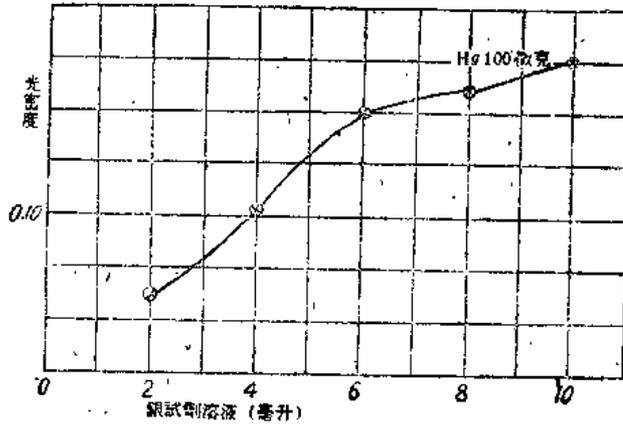


图2. 银试剂的浓度对显色的影响 (溶液总体积100毫升, 其中含有20%柠檬酸20%毫升, pH值7—8)。

图2说明了银试剂溶液的光密度随银试剂浓度之增长而增长, 但当银试剂溶液达到6毫升时, 其光密度的变化即趋缓慢, 因此我们在以后试验, 均选用每100毫升试验溶液含8毫升0.0664%银试剂浓度。

(3) 柠檬酸浓度对显色的影响。

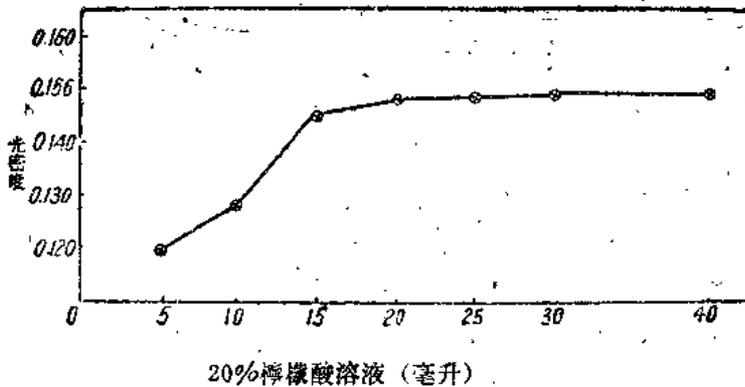


图3. 柠檬酸浓度对显色的影响, (溶液总体积100毫升, 含有汞100微克, 0.0664%银试剂8毫升, pH7—8值)

图3说明20%柠檬酸溶液超过20毫升对汞的显色并无影响, 本文的试验结果, 当有20%柠檬酸溶液20毫升足以消除样品中一般杂质的影响。

(4) pH值变动对显色的影响。

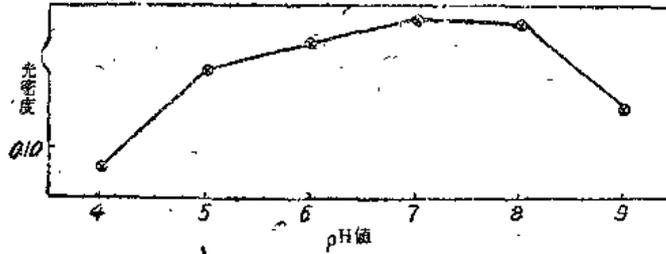


图 4. pH值变化对显色的影响, (溶液总体积为100毫升, 其中含汞100微克, 20%檸檬酸20毫升, 0.0664銀試剂 8 毫升)

图 4 說明当pH值变动时, 溶液的光密度随之有变动, 为了获得良好的重现性, 必須控制溶液中的pH值。(最好pH值在7—8之間), 我們的試驗在檸檬酸存在下以氫氧化鈉及硝酸調节 pH值不难达到这一目的, 在檸檬酸存在下, 企图改变溶液 pH值时, 必須大量的酸和碱, 根据Bobtelok^V和Einstatei的工作, 当pH值在6以下时, 銀試剂本身在溶液中析出沉淀, 使光密度减小, 我們的試驗也証实了这一点, 当 pH值在6以下时, 溶液即产生混濁。

(5) 动物膠浓度对銀試剂——汞顏色的影响。

我們試驗証明, 加入0.5%动物膠1—2滴, 对溶液顏色的稳定性起一个保护作用, 不加入动物膠时, 銀試剂——汞將析出紅色沉淀, 使光密度减小, 若动物膠量过多, 則使溶液中Si析出而混濁, 使溶液光密度增高。

(6) 对比耳定律的遵循情况:

手續: 取含汞0、20、40、60、80、100、120、140微克的标准溶液, 加20毫升, 20%

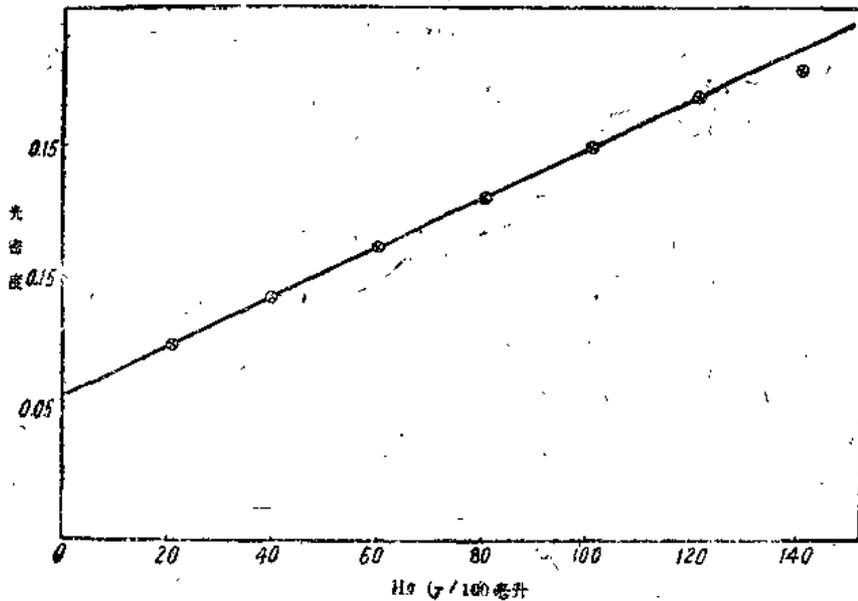


图 5. 汞浓度与光密度的关系, 溶液总体积100毫升, 其中含有20%檸檬酸20毫升, 0.0664%銀試剂 8 毫升, (綠色濾光片, 1厘米比色池)。

檸檬酸溶液及1—2滴酚酞指示剂, 用50%氫氧化鈉溶液中和至紅色, 再用1%硝酸滴至

剛褪色，保持溶液 pH 值，用水稀釋到50毫升，準確的加入銀試劑 8 毫升，搖勻，半小時後，用Ф.Э.К.比色計，1 厘米比色池，綠色濾光片，測定有色溶液之光密度。用試劑空白作參比溶液。

圖 5 說明有檸檬酸存在時，以氫氧化鈉、硝酸調節溶液 pH 值 7—8 銀試劑——汞 (Hg 含量在 140 微克/100 毫升以下) 的顯色反應符合於比耳定律。

2. 其他元素干擾試驗 取汞標準溶液 100 微克，分別不同加入 Fe(III)Ni, Co, Cu(I) Pb, Zn, Ag, Au 溶液。

Fe(III)Ni, Co, Cu(I) Pb, Zn, Ag, Au 對汞測定的影響 表 1

| 加入 Hg 微克 | Fe(II) | | 誤差 | Ni | | 誤差 | Co | | 誤差 | Cu(I) | | 誤差 |
|----------|--------------|----------|-----|----------|----------|----|----------|----------|----|----------|----------|----|
| | 加入 Fe(II) 毫克 | 測得 Hg 微克 | | 加入 Ni 毫克 | 測得 Hg 微克 | | 加入 Co 微克 | 測得 Hg 微克 | | 加入 Cu 毫克 | 測得 Hg 微克 | |
| 0 | 15 | 0 | 0 | | | | | | | | | |
| 0 | 20 | 8 | +8 | | | | | | | | | |
| 0 | 25 | 25 | +25 | 200 | 0 | 0 | 500 | 0 | 0 | | | |
| 100 | 5 | 100 | 0 | 120 | 120 | +2 | 300 | 100 | 0 | 0.5 | 100 | 0 |
| 100 | 10 | 99 | -1 | 200 | 101 | +1 | 500 | 100 | 0 | 1 | 100 | 0 |
| 100 | 15 | 101 | +1 | | | | | | | | | |
| 100 | 20 | 111 | +11 | | | | | | | | | |
| 100 | 25 | 140 | +40 | | | | | | | | | |

| 加入 Hg 微克 | Pb | | 誤差 | Zn | | 誤差 | Ag | | 誤差 | Au | | 誤差 |
|----------|----------|----------|----|----------|----------|----|----------|----------|-----|----------|----------|-----|
| | 加入 Pb 毫克 | 測得 Hg 微克 | | 加入 Zn 毫克 | 測得 Hg 微克 | | 加入 Ag 微克 | 測得 Hg 微克 | | 加入 Au 微克 | 測得 Hg 微克 | |
| 0 | 10 | 0 | 0 | 5 | 0 | 0 | | | | | | |
| 100 | 1 | 98 | -2 | 2 | 100 | 0 | 2 | 100 | 0 | 2 | 101 | +1 |
| 100 | 2 | 99 | -7 | 5 | 100 | 0 | 4 | 103 | +3 | 4 | 103 | +3 |
| 100 | 4 | 98 | -2 | 10 | 98 | -2 | 7 | 102 | +2 | 7 | 104 | +4 |
| 100 | 7 | 100 | 0 | | | | 10 | 105 | +6 | 10 | 113 | +8 |
| 100 | 10 | 98 | -2 | | | | 20 | 113 | +13 | 20 | 115 | +15 |

由表 1 可知，當有 20 毫升 20% 檸檬酸溶液存在時 Fe(III) 在 20 毫克以下，Ni 在 200 微克以下，Co 在 500 微克以下，Cu(I) 在 2 毫克以下，Pb 在 10 毫克以下，Zn 在 10 毫克以下，Ag 在 4 微克以下，Au 在 4 微克以下對 Hg 的測定均無影響，Ag 與 Au 雖與銀試劑生成似與汞相似的顏色，但一般礦產分析中不常遇到 4 微克以上的銀、金。

3. 礦石中汞的測定

(1) 溶礦溫度對汞測定的影響：我們採用容量瓶在水浴上溶礦，溫度變動進行試驗，結果見表 2。

溫度变动时Hg測定的影响

表 2a

| 編 号 | 加入 Hg 量 (微克) | 50—60°C 測定得 Hg (微克) | 95—100°C (微克) | 誤 差 (微克) |
|-----|--------------|---------------------|---------------|----------|
| 1 | 20 | 20 | 19 | - 1 |
| 2 | 40 | 40 | 39 | - 1 |
| 3 | 60 | 60 | 61 | + 1 |
| 4 | 80 | 81 | 82 | + 1 |
| 5 | 100 | 99 | 98 | - 1 |

表 2b

| 編 号 | 含 Hg % | 50—60°C 測得 Hg % | 电熱板溶矿測定 Hg % | 95—100°C 測得 Hg % |
|-----|--------|-----------------|--------------|------------------|
| 1 | 0.005 | 0.004 | 0.002 | 0.006 |
| 2 | 0.015 | 0.008 | 0.004 | 0.010 |
| 3 | 0.014 | 0.010 | 0.004 | 0.013 |
| 4 | 0.155 | 0.145 | 0.070 | 0.160 |
| 5 | | | | |

表 2 說明即在 95—100°C 的情況下, 用容量瓶溶矿, 可避免汞的化合物揮发, 50°—60°C 时由于溫度低使矿样分解不完全, 使結果偏低, 因此溶矿溫度在 95°—100°C 时最佳, 在水浴上溶矿能达到上述目的。

(2) 矿石分析手續: 称取矿样 0.1—1 克 (含汞量在 40—100 微克范围) 通过干燥小漏斗把矿样放入 50 毫升容量瓶中, 用水湿润, 加入硝酸 2 毫升, 鹽酸 4 毫升, 在水浴上加热分解, (容量瓶上端必須露在水面上, 保持低溫, 水最好少一些) 待矿样分解完毕后,

矿石中測定汞的結果

表 3

| 矿 样 号 | 用本文所述方法測定 Hg (%) | 硝酸鹽鉀容量法測定 Hg (%) |
|-------|------------------|------------------|
| 1 | 0.004 | 0.004 |
| 2 | 0.006 | 0.006 |
| 3 | 0.011 | 0.008 |
| 4 | 0.011 | 0.010 |
| 5 | 0.012 | 0.013 |
| 6 | 0.025 | 0.021 |
| 7 | 0.032 | 0.029 |
| 8 | 0.155 | 0.160 |
| 9 | 0.004 | 0.004 |
| 10 | 0.005 | 0.005 |
| 11 | 0.012 | 0.015 |
| 12 | 0.014 | 0.013 |
| 13 | 0.014 | 0.008 |
| 14 | 0.018 | 0.015 |
| 15 | 0.160 | 0.182 |

(約須30分鐘)加入20%檸檬酸溶液20毫升,用快速濾紙,(9厘米)過濾,用蒸餾水洗容量瓶及濾紙各3次,濾液用三角燒杯或容量瓶承接,濾紙棄去,加入1—2滴酚酞指示劑,用50%氫氧化鈉溶液中和至紅色,再以1%硝酸滴至紅色剛退去,加入銀試劑8毫升,稀至100毫升,搖勻后進行光电比色或目視比色。

礦石分析的回收

表4

| 礦樣號 | 礦樣結果 | 加入汞(微克) | 回收汞(微克) | 誤差(微克) |
|-----|-------|---------|---------|--------|
| 9 | 0.004 | 50 | 60 | +10 |
| 10 | 0.025 | 50 | 40 | -10 |
| 11 | 0.015 | 50 | 50 | ± 0 |
| 12 | 0.013 | 50 | 54 | + 4 |
| 13 | 0.008 | 50 | 45 | - 5 |
| 14 | 0.015 | 50 | 50 | ± 0 |
| 15 | 0.182 | 50 | 50 | ± 0 |

II. 結 語

1. 在含有檸檬酸4%,銀試劑0.039溶液的pH為7—8每升中1.4毫克以下的汞,能獲得良好的結果。

2. 适用于含有0.2%以下汞的礦石。

參 考 文 獻

1. M. Bobtelsky and of Eisenstecita
Anal Chem Acta 77508(1957)
2. 同上 18 534—540 (1958)
3. Scotts Standard Methode of chemical Analysis 580 (1946)
4. Hillehrani Applied Inorganil Analysis 210 (1953)