

矿物原料

第 5 輯

地質部矿物原料研究所編

地質出版社

22974
8.326
~~12574.5~~
~~855~~
124
42-5
1

矿物原料

第 5 輯

地质出版社

1959·北京

47921. 1-152
305.2
2-152
1-152
1-152
1-152

矿物原料

第 5 輯

編 者 地質部矿物原料研究所

出版者 地 質 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許可證出字第 050 号

发 行 者 新 华 書 店

印刷者 地 質 出 版 社 印 刷 厂

北京安定門外六鋪炕 40 号

印数(京)1—3,600册

1959年 8 月北京第 1 版

开本787×1092¹/₁₆

1959年 8 月第 1 次印刷

字数68,000

印张3¹/₈

定价(10)0.44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，制成了若干实验室设备的代用品。实践证明，应用这些方法和设备进行矿石化验工作，也能得到质量合乎要求的结果。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，加以彙編，分三輯出版（矿物原料第5、6、7輯）。

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許傑副部长题字，谨示谢意。

編 者

目 录

前 言

几种化学分析土设备介绍.....	江西省地質局中心實驗室(5)
用自来水代替蒸餾水及瓷茶具代替玻璃燒杯的試驗.....	河南省地質局實驗室(10)
应用石灰混合熔剂对难溶性鉄矿的分解.....	地質部矿物原料研究所(13)
比重法測定鉄矿中的鉄.....	地質部南京中心實驗室(16)
鉄矿石中鉄的測定——比重法.....	四川省地質局中心實驗室(19)
鉄的測定——鋁片还原直接滴定法.....	江西省地質局中心實驗室(21)
測定黄鉄矿中全硫的野外方法.....	貴州省地質局實驗室(23)
硼砂矿中氧化硼的半定量及快速定量法.....	青海省地質局實驗室(25)
鉀鎂鹽中鉀的半定量及快速定量法.....	青海省地質局實驗室(28)
煤焦簡易分析法.....	云南省地質局實驗室(30)
煤炭主要項目的野外分析法.....	广西僮族自治区地質局實驗室(33)
燃燒法測定煤中全硫.....	江西省地質局中心實驗室(37)
煤中揮发份的野外分析法.....	湖南省地質局實驗室(40)
半熔法測定鉄矿中二氧化硅.....	山东省地質局實驗室(41)
鉄矿中氧化鈣和氧化鎂的快速測定.....	山东省地質局實驗室(42)
測定石灰石純度的簡易方法.....	四川省地質局中心實驗室(44)
使用普通鉛筆心代替鉑絲进行矿石中变价元素珠球試驗.....	湖南省地質局實驗室(45)
几种矿物的野外簡易定性分析法.....	河南省地質局實驗室(47)

几种化学分析土設備介紹

江西省地質局中心實驗室

一、用糕餅店里的馬尾篩代替篩分矿样的銅篩，从而加速了矿样加工的速度，并保證了質量。

二、碎样工具的代用品：用中葯店里的鉄研槽，鉄臼鉢附杆（见图1），篩子等为碎样工具，若沒有上述三样工具，可用釜头二只，以一只为鉄鑽垫，圍以厚紙、木板或矮竹篾以防跳，用另一只作錘，錘碎压碎。銅鉄样則用剪刀或錘刀鏟磨。

三、土高溫爐：將預在磚瓦厂用粘土燒制成的有盖的碗狀或方形体，置于熾热的木炭爐的中心，待燒至紅热后，再將盛有沉淀的瓷坩堝放入其中，进行高溫灼燒，如此灼燒之溫度一般能达到 $700-800^{\circ}\text{C}$ 。用木箱鼓风时，其溫度可达 $800-900^{\circ}\text{C}$ 。



图 1. 鉄研槽和鉄臼鉢

一般可根据灼热的顏色来区别溫度的高低：

1. 淡紅色灼燒的溫度約为 500°C 左右；
2. 深紅色灼燒的溫度約为 700°C 左右；
3. 鮮紅色灼燒的溫度約为 950°C 左右；
4. 黃色灼燒的溫度約为 1100°C 左右。

四、土燃燒管爐：小泥炭爐兩边凿兩洞，穿入燃燒管，即可以做土燃燒管爐用。此爐若不裝瓷管，而以20毫升的小坩堝套在50毫升的坩堝中，直接放入爐中，同样可以达到測定的目的。高溫爐爐溫的測定可以 $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ 的熔点

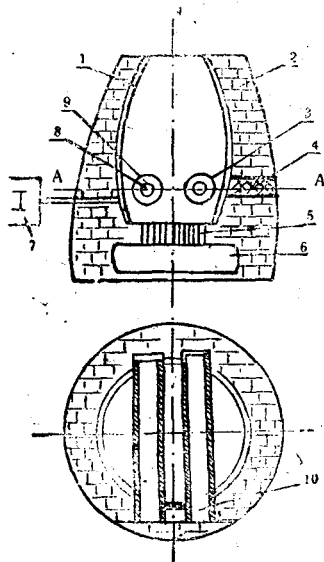


图 2. 土高溫爐示意图

- 1—耐火泥挂里； 2—普通磚石；
- 3—直徑12公厘/公厘鋼管； 4—加煤口；
- 5—用磚砌的爐条； 6—去灰門；
- 7—風箱； 8—插高溫計的孔；
- 9—揮發物排除孔； 10—試樣进出口

判断。

五、几种簡單烘箱（構造见图4、5、6）

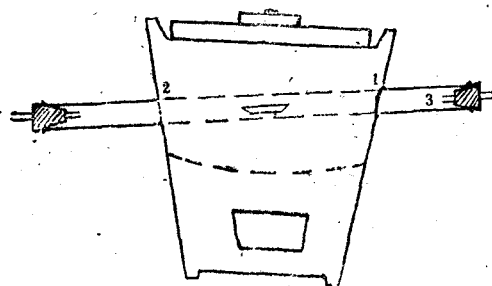


图 3. 土燃燒管爐示意图

說明：此法与下面方法基本相同，不过在制造时较为便利，直接用两个大小不等的旧鋅皮桶制作烘箱外壳，稍为加工即可利用。

說明：使用时將3盖打开，按上一支玻璃管，价錢也不太貴，控制容易簡單。

說明：1. 篾制家用的烘籠或木炭箕，四周用报纸貼住，下面放置火爐，可代替烘箱。

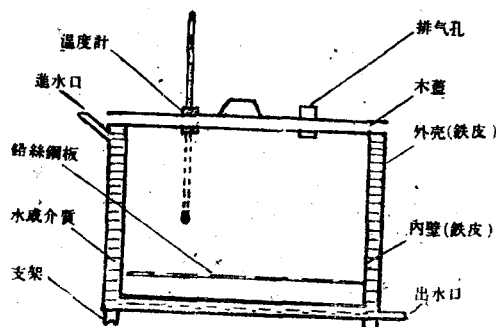


图 4

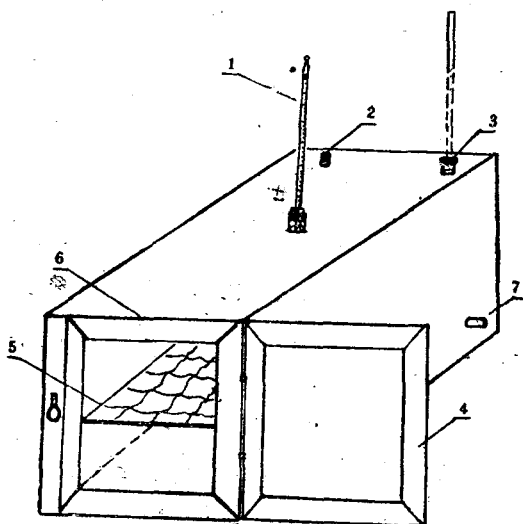


图 5

1—溫度計；2—排气口；3—夹层中加水或介質；4—烘箱門；5—鉄絲網；6—烘箱壁；7—放水（或介質）口

2. 需要烘干的东西放在烘籠上面，底部墊上1—2張报纸，上面再蓋上1—2張报纸。

3. 火爐內的火种不可太大以免燒掉。

六、砂浴：用白鉄皮制成。

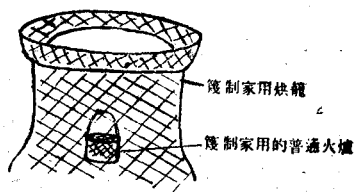


图 6

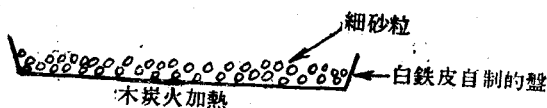


图 7

說明：1. 白鉄皮盤的大小應該根据泥爐的大小而定之，形狀圓的方的都可以。

2. 热源由木炭或片柴都可以。

七、鉄三角架：用較粗的鉄絲扭制成。

八、天平的代用品：

1. 用老米厘等改制的公分称：預先精确的称取1克、0、5、0、25……克小銅片作为标准砝碼，并用包香烟的錫紙包妥备用。在使用老厘等（即金銀店使用的老厘等）时，即用上述的銅片砝碼校正之。

2. 公分称的正确用法：

(1) 公分称的裝置（见图 8）

(2) 使用方法:

- a. 首先將称錘放在起碼星上，然后校正螺絲，使称杆的末端对准大头針。
- b. 称取矿样时，仍应使称杆末端对准大头針，不得有偏高或偏低的現象。

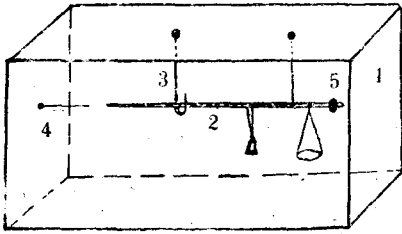


图 8. 公分称裝置示意图

1—木質玻璃箱約 $30 \times 15 \times 10$ 公尺；2—公分称；3—細鉄絲鈎，用作制止公分称的旋轉；4—大头針或鉄絲；5—校正零点的螺絲

九、制取蒸餾水的簡易方法:

1. 用空气冷却法制造蒸餾水的裝置 (见图 9)

說明：(1) 此方法裝制簡單，管理便当，化錢不多（做一只可容15斤水之鉄皮壺約三元多），每天可出蒸餾水20,000毫升左右。

(2) 鉄皮壺旁边帶一支管，支管中間是用橡皮管連接的玻璃管，用以看壺內的液面，壺口用双孔橡皮塞（或軟木塞）蓋紧，一孔裝蒸氣导管，一孔裝長頸玻璃漏斗，用以加水，并可作安全管用（以免蒸气压过大而使其他部分脫出）。

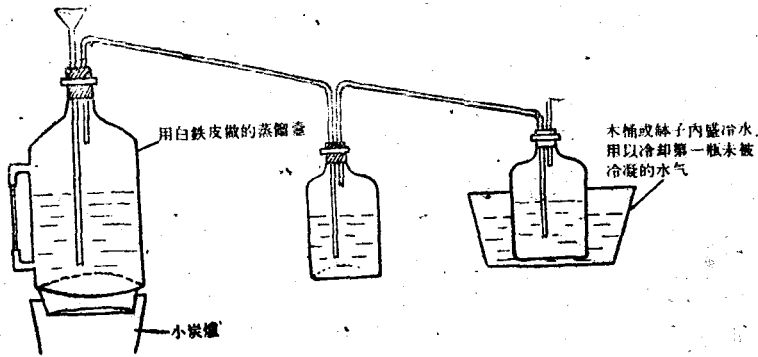


图 9

2. 用水冷却法制造蒸餾水的裝置 (见图10)

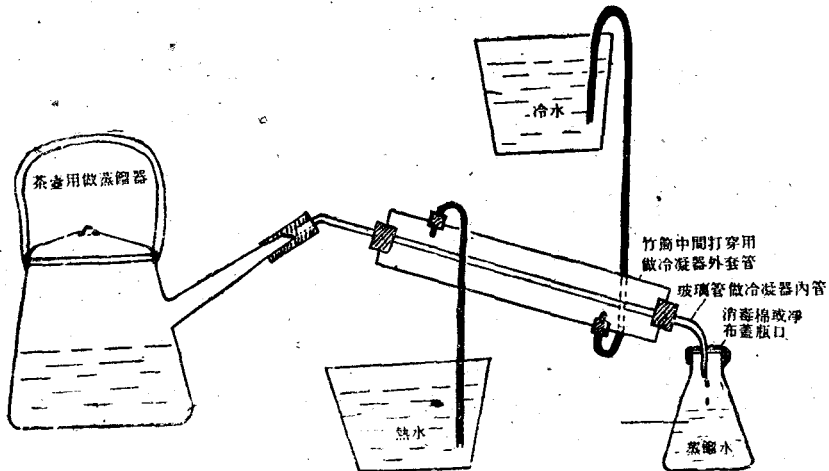


图 10

說明：(1) 最好用銅茶壺，壺口小时可直接用橡皮管連接，壺口大时可用橡皮塞或軟木

塞連接。

(2) 此法設備簡單，但冷凝水用量大，且冷凝管之塞頭處若不嚴密就易漏水，影響蒸餾水質量。如果改用上法，用空氣冷凝則可免除以上缺點。

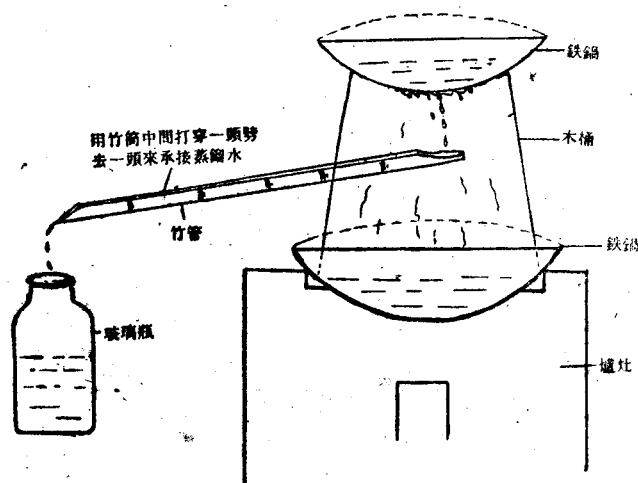


圖 11

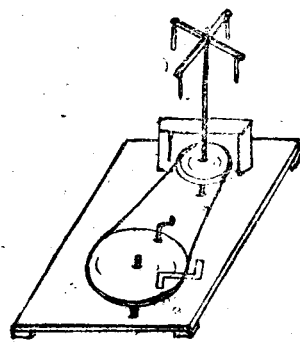


圖 12

1—底座(木板制成); 2—木輪; 3—輪帶; 4—手搖柄; 5—小木輪; 6—細竹筒(离心管)

3. 蒸酒式裝置 (見圖11)

說明：此法模仿農村蒸酒之方法，其中設備全部可用土產。

十、用竹筒及木片制成的离心机 (見圖12)

十一、將書夾固定在木條上，以代替滴定架用，安裝方法如圖13所示。

十二、在沒有滴管的情況下，可在有刻度的吸管的上端套上一個橡皮頭或洗耳球（衛生院用）代替滴定管。

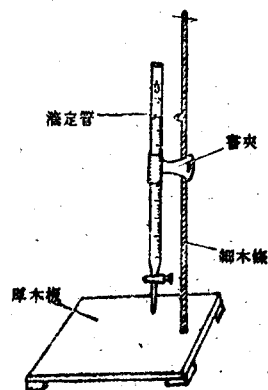


圖 13

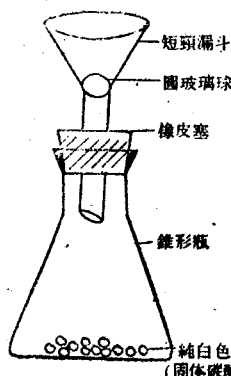


圖 14

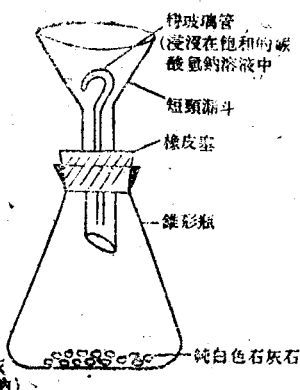


圖 15

十三、磁碗、磁杯、玻璃杯等可代替燒杯：利用一般較細致的磁碗、磁杯及玻璃杯等盛無毒並不需加高溫的溶液，以代替燒杯之用。

十四、小酒杯代替磁坩堝：將欲取用的細致小磁杯在逐漸升高溫度及逐漸降低溫度的條件下，試行灼燒至所需要的高溫後，再正式使用它，以免破裂。

十五、測定亞鐵及錫的簡易裝置（見圖14及15）

說明：1.就使用效果來說，圖14裝置較圖15裝置為佳。就手續簡易來說則圖15較圖14為佳。

2.上述裝置，特別是圖14的裝置。能代替較複雜的啟普氣體發生器的裝置。

3.圖14是根據蘇聯格剎爾漏斗改裝的。

4.溶液冷卻時，嚴防驟冷，應逐漸地冷卻，以免空氣進入錐形瓶內。

十六、雨水過濾後可以代替蒸餾水用。

十七、用焊錫（焊接用的錫）溶於濃鹽酸中而製成二氯化錫。在作用急劇時嚴防煙火進入瓶口以防爆炸。

用自來水代替蒸餾水及瓷茶 盅代替玻璃燒杯的試驗

河南省地質局實驗室

一、用自來水代替蒸餾水应用于鉄、錳、鋁等項目測定的試驗

在我們到矿山进行鉄錳等項目定量分析时，由于蒸餾水不便攜帶，經使用河水进行試驗，所得分析結果均能符合要求，因而考虑到在室內使用自來水代替蒸餾水，以解决蒸餾水供应不足的困难。首先我們进行了自來水的水質全分析，及其金属含量的測定（分为冷水和煮沸过的水兩種情况），发现自來水里鈣、鎂、硫酸根、氯根、硅酸根等离子含量比較多，其他金属离子均屬微量（在百万分之一以下），沸水中杂质含量更少。我們又將自來水代替蒸餾水进行鉄、錳、鉛、鋅、銅等項目的測定試驗，与蒸餾水比較，測得結果还十分滿意（鋅的測定还不一致）目前在室內鉄、錳分析生产已用自來水，鉛、鋅、銅、鎢、鉬分析待繼續进行試驗后使适用于生产。对于自來水的金属含量測定須定期进行，以免受到自來水水質变化而影响分析結果，下面分別列出自來水全分析，金属含量分析，（采用光譜半定量分析法）及应用于鉄、錳等項目測定的試驗，供作参考。

自來水的金属含量光譜半定量分析結果（由百分率換算成P.P.m） 表 1

	編號	鉛	鋅	銅	錳	鉍	鈷	鎳	錳	鈦	鈦	鉄	鋁
已煮沸的水	F9	0.03	0.03	0.01×	0.003	0.003	0.01	0.01	0.003	0.003	0.003	0.003	0.03
冷水	F24	0.08	×	0.02×	0.009	0.003	0.004	0.007	0.002	0.002	0.002	0.002	0.02

自來水的全分析結果（按水質分析法測定，以P.P.m計算） 表 2

	編號	鉀鈉	鈣	鎂	氯根	硫酸根	碳酸氫根	碳酸根	硝酸根	硅酸根	可溶性 SiO ₂	固形物
已煮沸的水	B 108	42.1	16.9	3.6	12.9	19.5	58.2	6.9	6.5	38.0	30.0	118
冷水	B 107	29.6	55.0	15.2	11.2	16.7	262.9	0	7.0	93.7	74.0	238

鉛鋅矿分析結果 表3

編 号	Pb%		誤差(%)
	蒸餾水	自來水	
1	1.47	1.47	+ - 0
2	1.77	1.77	+ - 0
3	1.73	1.73	+ - 0
4	0.93	0.97	+ 0.04
5	0.18	0.18	+ - 0

表4

編 号	Zn%		誤差(%)
	蒸餾水	自來水	
1	0.27	0.34	+ 0.07
2	0.39	0.29	- 0.10
3	0.39	0.39	± 0
4	0.54	0.54	± 0
5	0.32	0.57	+ 0.25

表5

編 号	Cu%		誤差(%)
	蒸餾水	自來水	
1	0.18	0.18	± 0
2	0.91	0.29	- 0.02
3	0.79	0.73	- 0.06
4	0.37	0.35	- 0.02
5	0.58	0.50	- 0.08

鉄矿中鉄の測定 表6

編 号	Fe%		誤差(%)
	蒸餾水	自來水	
1	67.00	67.20	+ 0.20
2	45.80	46.00	+ 0.20
3	20.80	20.70	- 0.10
4	19.20	19.00	- 0.20
5	61.70	61.60	- 0.10

錳矿中錳の測定 表7

編 号	Mn%		誤差(%)
	蒸餾水	自來水	
1	43.97	44.08	+ 0.11
2	60.15	60.45	+ 0.30
3	20.25	20.10	- 0.15
4	13.51	13.64	+ 0.13
5	24.43	24.47	+ 0.04

鋁土矿中三氧化二鋁の測定① 表8

編 号	蒸餾水結果	自來水結果	誤差(%)
1	75.43	75.37	- 0.06
2	78.34	78.34	0
3	78.58	78.46	- 0.12
4	61.70	61.87	+ 0.17
5	77.99	77.99	0
6	77.64	77.70	+ 0.06
7	76.71	76.83	+ 0.12
8	76.13	76.02	- 0.11
9	75.78	75.67	- 0.11
10	75.55	75.56	+ 0.01
11	39.98	39.95	- 0.03

① 鋁の測定採用E.D.T.A容量法。

二、以瓷茶盅代替玻璃烧杯的試驗

由于目前工农业生产的大跃进,尤其是钢铁工业的飞跃发展,促使了各地化验室也如雨后天春笋般地建立起来。但由于市场玻璃器皿供应的暂时紧张以及携带的不便,因此需要解决玻璃烧杯的供应和携带问题。我们本着以土法为主的精神,作了一些茶盅和美国“名牌”玻璃烧杯的比较试验,各项数据如下:

試驗方法	数 据	牌 名	瓷 盅	Glass Baker	Kimble	Pyrex
在电热板上直接加热至硫酸冒烟			不炸裂	不炸裂	不炸裂	不炸裂
200毫升浓硫酸煮六小时后失量			3.5mg	2.1mg	1.5mg	1.6mg
200毫升6N盐酸煮六小时后失量			10.8mg	4.6mg	2.6mg	2.2mg
200毫升0.5 NNaOH 煮六小时后失量			55mg	250mg	205mg	285mg
200毫升0.5 NNa ₂ CO ₃ 煮六小时后失量			16mg	90mg	55mg	80mg

注: (1) 美国玻璃烧杯的各项数据摘自 HILLEBRAND: "Applied Inorganic Analysis 2nd ed, pp. 19-20 (1955)."

(2) 瓷茶盅的底最好是平的, 否则须在砂浴上加热。

瓷盅耐酸程度虽较次于美国烧杯, 但耐硷程度大大地超过了美国的烧杯, 可以应用于分析中。

应用石灰混合熔剂对難溶性鉄矿的分解

地質部矿物原料研究所

一、前 言

难溶性鉄矿如：鉻鉄矿、十字石、赤鉄矿、鈦鉄矿、錳錳鉄矿等等，过去一般均用硷熔处理特别是鈦鉄矿、鈦鉄矿多用强硷性熔剂进行分解。这种分解形式其最大缺点是会严重地耗損坩堝（瓷坩堝、鎳坩堝）。

同时由于这种耗費，致使一些中小型の専、县、社、队化驗室沒有条件采用。

为了解决这种工作的需要經試驗的結果配制成几种混合熔剂进行点熔、半熔和全熔試驗，效果良好，既節約試剂提高工作效率符合質量要求，更主要的是不易損耗坩堝。对一些新成立的専、县、社、队的中小型化驗室來說是可以供作参考的。

二、石灰混合熔剂之制备及其应用范围

表 1

次序	名 称	配 制 方 法	熔 融	优 点	应 用 范 围	备 注
1	生石灰过氧化 鈉混合熔剂	$\text{CaO}:\text{Na}_2\text{O}_2 = 1:1$ 混合均匀	全 熔	1. 熔点低時間短 2. 极容易提取	鉻鉄矿、赤鉄矿、 鈦鉄矿、錳錳鉄 矿及其他矿种	对于特殊难熔鉄矿 可用 1:2 的 $\text{CaO}:\text{Na}_2\text{O}_2$ 熔融 10—15 分鐘
2	消石灰碳酸鈉 混合熔剂和碳 酸鈣碳酸鈉混 合熔剂	$\text{Ca}(\text{OH})_2$, Na_2CO_3 各一分混 合均匀 CaCO_3 , Na_2CO_3 各一分混合均匀	点 熔	1. 不易損坏坩堝 2. 熔融時間短 3. 熔融物非常疏 松不需提取，直 接可以倒入烧杯	鈦鉄矿、赤鉄 矿等	
3	生石灰高磷 銨碳酸鈉混合 熔剂	CaO , $(\text{NH}_4)_2\text{S}_2\text{O}_8$, Na_2CO_3 各一份混合 均匀	半 熔	1. 熔融時間短 2. 不易損坏坩堝	鈦鉄矿、赤鉄 矿等	

点熔熔剂一般在 800°C 左右煨燒 3 分鐘

半“““一般在 650°C 熔融 2—4 分鐘

全“““一般在 680°C 左右熔融 10 分鐘

三、試驗 結果

1. 用生石灰过氧化鈉混合熔剂測定鉻鉄矿中的全鉄，与用过氧化鈉法所測得的结果比

較。

表 2

矿样号	消耗 $K_2Cr_2O_7$ 溶液	Fe% Na_2O_2 法	Fe% 平 均	Fe% CaO, Na_2O_2 法	Fe% 平 均	絕對誤差 %
空 白	0.13			0.09	0.09	
	0.11			0.09		
1	12.71	9.25	9.25	9.44		
	12.64			9.39	9.39	+0.14
	12.59			9.35		
2	11.71			8.79		
	11.81	8.66	8.66	8.86	8.81	+0.15
	11.70			8.78		
3	11.01			8.27		
	11.00	8.17	8.17	8.26	8.27	+0.10
	11.02			8.28		
4	14.59	11.13		10.96		
(銘鉄矿标准)	14.53	10.90	11.01	10.91	10.95	+0.06
	14.63			10.99		

2. 用消石灰碳酸鈉混合熔剂測定鈦鉄矿中的全鉄，与 Na_2O_2 法所得結果比較。

表 3

矿样号	消耗 $K_2Cr_2O_7$ 溶液	Fe% Na_2O_2 法	Fe% 平 均	Fe% $Ca(OH)_2, Na_2CO_3$ 法	Fe% 平 均	絕對誤差
空 白	0.15			0.12	0.11	
	0.10			0.09		
1	19.52			28.54		
	19.47	28.80	28.80	28.47	28.50	-0.30
	19.49			28.50		
2	15.80			23.09		
	15.81	22.80	22.80	23.10	23.14	+0.34
	15.89			23.23		
3	31.62			46.23		
	31.41	46.47	46.47	45.92	46.06	-0.41
	31.49			46.04		
4	32.11			46.94		
	32.03	47.20		46.83	46.97	-0.23
	32.17			47.03		

3. 第三种混合熔剂也是一个很好的半熔混合熔剂但作者沒有作詳細的对照試驗。

四、 操 作 方 法

1. 用生石灰过氧化鈉混合熔剂。称取矿样 0.2 克，置于瓷坩堝中，加入 2 克混合熔剂，混匀，上面再盖一层熔剂。（約 0.5 克）盖好坩堝盖，在馬弗爐或噴灯上熔融，开始用低温，稍后升高温度至 $680^{\circ}C$ 左右，熔十分鐘，取下冷却。熔融物用水提取，過濾，除

去鉻、鎳等有色离子，沉淀用 1:1 热鹽酸溶解。以下按一般鉄的定量方法进行。

2. 用消石灰，碳酸鈉混合熔剂，称取 0.2 克矿样置瓷坩堝中，与 0.2—0.5 克熔剂混合均匀，上面再复盖 0.1 克。放在預热至 750°C 左右的馬弗爐中煅燒三分鐘。（亦可用噴灯煅燒）。取出，冷却，倒入燒杯中，坩堝用毛刷刷淨，加 15 毫升濃鹽酸至燒杯中，加热，如有不溶殘渣，可以加入适量的氟化鈹，使殘渣溶解。以下按一般重鉻酸鉀容量法进行鉄的測定，但为消除氟的影响，在最后滴定前，应加入适量的固体硼酸，否則結果將偏低。

五、小 結

經過試驗用石灰混合熔剂分解鉄矿是可行的熔剂具有經濟和方便的优点，对于它的应用有进一步研究的价值。

参 考 文 献

1. 矿石工业分析 蕭庆祓 編譯
2. П. М. Татарянов 著 鉻鉄矿 中譯本 1954年出版