

矿物原料分析

方法試驗報告

第四卷

地質部南京中心實驗室

1958.12

前 言

在党的“鼓足干劲、力争上游、多快好省地建设社会主义”建设总路线的光辉照耀下，全国地质事业在“全党全民办地质”的方针下，1958年有了飞跃的发展，作为地质事业的“眼睛”——实验工作也紧随着地质工作的发展起了它应有的作用。

这本册子是我室在1958年大跃进中科学研究工作的一部分报告，其中绝大部分是矿物原料中稀有、分散元素的分析方法。对这方面的工作，在过去虽然也作了某些研究，但从生产上来看，1958年稀散元素分析方法的需要是更加繁多和迫切；因而大跃进期间，稀散元素分析方法的研究就成为分析工作中的重要课题之一。

由于我们经验不足，水平不高，再加上我们的工作粗糙，不可避免报告中还存在不妥当甚至错误之处，希兄弟单位给以指正。

目 录

化学分析

一、火焰光度法测定锂	1
二、火焰光度法测定铷	17
三、火焰光度法测定铯和钙	23
四、矿石中微量钡的光度法测定	41

极 谱 分 析

一、应用接触波测定钨	47
二、钒的极谱测定	52
三、锆的极谱测定	59
四、方波极谱在矿物原料分析中的应用	64
五、电流滴定法测定银	72
六、铈的极谱测定	78
七、铈、铈同时极谱测定	84
八、铈的极谱测定	90

光 谱 分 析

一、光谱定量分析	95
(一) 稀土元素与钡的混合物的光谱定量分析	99
(二) 纯稀土元素中稀土杂质的光谱定量分析	115
(三) 矿石中少量锆的光谱定量分析	118
(四) 明矾矿中铈的光谱定量分析	122
(五) 矿石中镓的光谱定量分析	125
(六) 铅铋矿中镓的光谱分析	125
二、光谱半定量分析	131
(一) 矿物、岩石、金属量测量样品及水样的光谱半定量全分析及多项分析	135
(二) 矿石与矿物的光谱半定量简项分析	142
(三) 钨族元素的半定量分析法	145
(四) 稀土元素的半定量分析法	148
(五) 型硅中微量杂质元素的光谱测定法	150
(六) 提炼金属锆过程中锆的光谱半定量分析	162
三、技术革新	168
(一) ИСП-23 型摄谱仪上的自动控制装置	168
(二) 恒温洗相装置	

火焰光度法測定鋰

楊翼華

我室在1957年初曾試驗過火焰光度法測定鋰的分法⁽¹⁾，这个方法比冶金工業部地質研究所的“增量”法⁽²⁾，複雜很多。冶金工業部地質研究所的方法是樣品用苛性鉀或苛性鈉熔融，用水提取，分取數份溶液，用“增量”法進行測定。这个方法的优点是矿樣的分解過程比氫氟酸分解法縮短，同時不經過複雜的分离手續。但考慮到應用“增量”法時，每一個樣品要分取數份溶液進行測定，計算結果又要逐個作圖，在大批分析中不方便，因此我們嘗試用苛性鉀分解樣品后的水提取液，以直接法進行測定。

直接法的主要問題是硅酸鹽和鋁酸鹽的干擾問題。在H. C. Полуэтов等⁽³⁾的報告中，指出大量的硅和鋁對測定沒有影響，其他一些文獻⁽¹⁾⁽²⁾也說鋁沒有影響，但我們試驗的結果，硅酸鹽和鋁酸鹽都會使氫氧化鉀空白溶液的讀數降低很多，鋰與硅或鋁同時存在時，讀數的降低差不多等于空白讀數的降低。用3%氫氧化鈉代替氫氧化鉀試驗，也有類似現象，但因鈉的空白讀數比鉀小很多，硅和鋁對空白讀數的降低也比較小。因為在氫氧化鈉溶液中硅和鋁的影響比較小，同時氫氧化鈉熔融的效果比氫氧化鉀好，故我們採取氫氧化鈉熔融的方法。用氫氧化鈉熔融時，在標準溶液與試液中同樣加入相當量的鉀，以消除鉀的影響。

在試驗鹼熔融方法的同時，還做了酸分解法的試驗。矿樣用氫氟酸和硫酸分解后，濾去不溶殘渣就直接進行測定。鉀的影響，可以在標準溶液與試液中加入相當量鉀的方法加以消除。鈣和鎂對測定也有影響，特別是鎂的影響很嚴重，但加入硫酸和鋁，就可以有效的消除鉀和鎂的影響。用酸分解的過程要比鹼熔融長，但手續還較簡單，而結果的準確性却比鹼分解法好。

儀 器

Zetts III 火焰光度計

鋰濾光片波長 670 mμ

用鋼筒儲存的壓縮空氣噴霧，鋼筒儲存的乙炔作燃料。

在這個報告中的所有試驗都是在遮蔽電池時調零檢流計的靈點，壓縮空氣的壓力為 0.4 大氣壓，乙炔壓力為 24 毫米水柱高。

試 驗

一、鹼分解法的試驗

很多文獻都指出鉀和鈣對鋰的測定有干擾⁽¹⁾⁽²⁾⁽³⁾，但在以氫氧化鉀為溶劑的情況下，

鉀的影响就不存在。对于鈣的干扰，我們的試驗結果也正如文献^{(2)、(3)}所說的一樣，大部份鈣成碳酸盐沉淀，留在溶液中的少量鈣不影响測定。但鋇的干扰还是存在的。

我們在試驗中发现硅酸盐和鋁会大大的降低氢氧化鉀空白溶液的讀数，与鋇一起存在时，讀数的降低几乎等于空白讀数的降低。这种讀数降低的现象又与仪器的使用情况有关系，用刚洗淨的噴霧系統工作，这种降低的现象最显著，用硷性溶液噴霧一段時間后，讀数降低的现象就慢慢減少。試驗結果见表一所示。

表一、在3%氢氧化鉀溶液中干扰物的試驗

試驗物 (P.P.M.)		Li ₂ O (mg)			讀 数	
		加入量	測得量	誤 差	以 1 mg Li ₂ O 讀 数 600 調节 光圈	以 10 mg Li ₂ O 讀 数 550 調节 光圈
		0	0		278	72
		0.1	0.1		315	
		0.2	0.2		350	
		10	10			550
Al ₂ O ₃ (AlCl ₃ · 6H ₂ O)	2500	0	-0.21	-0.21	200	
	750	0	-0.10	-0.10	240	
	2500	0.1	-0.11	-0.21	235	
	2500	0.2	-0.02	-0.22	270	
	2500	0	-0.33	-0.33		49
	750	0	-0.12	-0.12		64
	2500	10	9.40	-0.60		530
	1500	10	9.66	-0.34		539
	750	10	9.86	-0.14		545
SiO ₂ (Na ₂ SiO ₃ · 9H ₂ O)	2500	0	-0.19	-0.19	205	
	750	0	-0.10	-0.10	240	
	2500	0.1	-0.10	-0.20	240	
	2500	0.2	-0.01	-0.21	275	
	2500	0	-0.30	-0.30		51
	750	0	-0.10	-0.10		65
	2500	10	9.40	-0.60		530
	1500	10	9.56	-0.44		535
	750	10	9.76	-0.24		542
Ca O (CaCl ₂ · H ₂ O)	700*	0	-0.07	-0.07		
	700*	10	10	0		
	500*	10	10	0		
	200*	10	10	0		
	100	10	10	0		
	50	10	10	0		
Sr O (SrCl ₂ · 6H ₂ O)	200*	0	0.38	+0.38		
	400*	10	10.70	+0.70		
	200*	10	11.40	+1.40		
	100	10	11.54	+1.54		
	50	10	11.40	+1.40		

* 在3%KOH溶液中有碳酸盐沉淀，經過滤后再进行測定。鈣的沉淀析出很快，但鋇要放置很久才有沉淀出現。

表二、在3%氫氧化鈉溶液中干扰物的試驗

試驗物 (P.P.M.)	H ₂ O (mg)			讀 數		
	加入量	測得量	誤 差	以 1 mgLi ₂ O 讀 數550 調節光圈	以 10 mgLi ₂ O 讀 數550 調節光圈	
	0	0		140	20	
	10	10			550	
Al ₂ O ₃ (AlCl ₃ · 6H ₂ O)	2500	0	-0.07	100		
	750	0	0.05	120		
	2500	0	0		20	
	750	0	0		20	
	2500	10	9.80	-0.20		543
	1500	10	9.86	-0.14		545
	750	10	9.94	-0.06		548
SiO ₂ (Na ₂ SiO ₃ · 9H ₂ O)	2500	0	-0.06	114		
	750	0	-0.04	122		
	2500	0	-0.02		19	
	750	0	-0.02		19	
	2500	10	9.88	-0.12		546
	1500	10	9.86	-0.14		545
	750	10	10.00	0		550
SO ₃ [(NH ₄) ₂ S O ₃]	3000	0	-0.04			
	3000	10	10			
P ₂ O ₅ (NH ₄ H ₂ PO ₄)	2000	0	0			
	2000	10	10			
CaO (CaCl ₂ · H ₂ O)	50	0	-0.01			
	50	10*	10			
	200*	0	-0.01			
	200*	10	10			
	500*	0	-0.01			
	500*	10	10			
Sr ₂ O (SrCl ₂ · 6H ₂ O)	50	0	0.36	+0.36		
	50	10	11	+1		
	200	10	13.6	+3.6		
	500*	0	> 2	+>2		
	500*	10	> 17	+>7		
K ₂ O (KOH)		0	0	110	21	
	500	0	0.05	132		
	1000	0	0.07	142		
	2000	0	0.12	164		
	3000	0	0.15	177		
	1000	1	1.07	575		
	2000	1	1.11	590		
	3000	1	1.14	605		
	1000	10	10		550	
	2000	10	10.20	+0.20		555
3000	10	10.20	+0.20		555	

* 在氫氧化鈉溶液中有碳酸鹽沉淀，干過濾后再進行測定。

在3%氢氧化钠溶液中，铝和硅也会使空白读数降低，但比在氢氧化钾溶液中小得多。用氢氧化钠作熔剂时，钾稍有影响，如在标准溶液和试液中都加入2000 P.P.M. 氧化钾，便可以消除钾的影响。从表二的试验结果可以看出，氧化铝在750—2500 P.P.M. 范围内，对锂的影响相差不大；同时相同数量的氧化铝与氧化硅，对测定的影响都是一样。考虑到一般岩石用硷熔融后在滤液中铝和硅的总量总是很大，我们在标准溶液中加入1500 P.P.M. 氧化铝，如以0.25克矿样计算，将相当于60%的含量，这样是能够消除影响的。在氢氧化钠溶液中，加入3000 P.P.M. 氧化钾，这时铝和硅的量从750—2500 P.P.M. 对锂的影响亦是相差不大的（见表三）。

表三、在3%氢氧化钠和3000 P.P.M. 氧化钾溶液中铝和硅酸盐的影响

試驗物 (P.P.M.)	LiO ₂ (mg)			讀 數	
	加入量	測得量	誤 差	以 1 mg Li ₂ O 液 數 550 調節光圈	以 10 mg Li ₂ O 讀 數 550 調節光圈
	0	0		155	
Al ₂ O ₃ (AlCl ₃ · 6H ₂ O)	2500	0	-0.04	138	
	1500	0	-0.03	142	
	750	0	-0.02	145	
	2500	1	0.95	530	
	1500	1	0.97	535	
	750	1	0.98	540	
	2500	10	9.86		545
	1500	10	9.88		546
	750	10	9.88		546
SiO ₂ (Na ₂ SiO ₃ · 9H ₂ O)	2500	0	-0.04	138	
	1500	0	-0.03	141	
	750	0	-0.03	143	
	2500	10	9.86		545
	1500	10	9.88		546
	750	10	9.88		546

相当大量的硫酸根和磷酸根对测定是没有影响的。但铯的影响很严重，氢氧化钠试剂本身所含的碳酸根杂质，不容易使铯完全沉淀。J. J. Diamond⁽⁶⁾谈到大量的硅酸盐会使99%的铯不能激发。我们试验的结果，也证明硅酸钠对铯的激发有很强的抑制作用，但比不上铝的抑制作用。在试验中500 P.P.M. 的氧化铝，能完全消除50 P.P.M. 氧化铯的干扰，结果见表四。因为矿样中铝的含量有时很低，为了完全消除铯的影响，所以在样品中加入500 P.P.M. 氧化铝。

在矿样分析的试验中，所得结果偏低。在样品中加入标准锂，亦不能全部收回（见表五、表六）。结果偏低的原因主要是氢氧化物沉淀的吸附，铁含量较高的样品，结果低得亦较显著。另外矿样分解不好也会使结果变低。在试验中发现3克氢氧化钠常常不易使0.5克样品分解得很好，特别是含铝高的样品，对于难熔的样品，最好是称取0.25克样品，用3克氢氧化钠熔融，同时熔融温度应在700°左右。用镍坩埚熔融要比银坩埚好。

表四、鋁和硅的存在对消除鋇的干扰試驗

試 驗 物 (P.P.M.)			加 入 LiO	測 得 LiO	誤 差
SrO	Al ₂ O ₃	SiO ₂	(mg)	(mg)	(mg)
25	250		0	9.92	+0.02
50	500		0	0	0
100	500		0	0.62	+0.02
50	500		1	1	0
50	500		10	10.06	+0.06
25		500	0	0.05	+0.05
50		500	0	0.11	+0.11
50		1000	0	0.09	+0.09
50			0	0.41	+0.41

表五、矿样分析結果 (熔融法)

矿 样 名 称	編 号	Li ₂ O %			
		第 一 份	第 二 份	第 三 份	平 均
岩 石	1	0.005	0.008		0.007
岩 石	2	0	0.003	0	0.001
黏 土	3	0.018	0.009	0.009	0.012
鋁 土	4	0.033	0.030	0.032	0.032
明 矾	5	0.008	0	0	0.003
锂 云 母	6	0.726	0.728	0.712	0.723
锂 云 母	7	0.890	0.920	0.888	0.899
香 花 石	8	0.264	0.261		0.263
香 花 石	9	0.093	0.095		0.094

表六、矿样中加入标准锂的分析結果 (熔融法)

矿 样 名 称	編 号	矿 样 中 Li ₂ O %	标 准 氧 化 锂 (mg)		
			加 入 量	回 收 量	誤 差
岩 石	1	0.007	1	0.94	-0.06
岩 石	1	0.007	10	9.85	-0.15
岩 石	2	0.001	1	0.93	-0.07
岩 石	2	0.001	10	9.76	-0.24
黏 土	3	0.012	1	0.96	-0.04
黏 土	3	0.012	10	9.95	-0.05
鋁 土	4	0.032	1	0.95	-0.05
鋁 土	4	0.032	10	9.61	-0.39
明 矾	5	0.003	1	0.94	-0.06
明 矾	5	0.003	10	9.94	-0.06

试剂:

1. 标准锂溶液: (1) 1 毫升 \Leftrightarrow 1 毫克 Li_2O : 称取 2.4734 克在 $110^{\circ}C$ 烘 2 小时的 G. R. 碳酸锂于 400 毫升烧杯中, 加入 200 毫升水, 慢慢加入尽可能少量的盐酸使其溶解, 煮沸除去二氧化碳, 冷却, 移入 1000 毫升容量瓶中加水稀释至刻度。

(2) 1 毫升 \Leftrightarrow 0.1 毫克 Li_2O : 吸取 100 毫升溶液 (1) 于 1000 毫升容量瓶中, 加水稀释至刻度。

2. 氯化铝溶液, 1 毫升 \Leftrightarrow 10 毫克 Al_2O_3 : 称取 4.74 克氯化铝 $AlCl_3 \cdot 6H_2O$ 溶于水, 再稀释至 100 毫升。

3. 氢氧化钾溶液, 1 毫升 \Leftrightarrow 40 毫克 K_2O : 4.76 克氢氧化钾, 溶解于水, 再稀释至 100 毫升。

4. 氢氧化钠溶液, 6%: 6 克氢氧化钠, 溶解于水, 稀释至 100 毫升。

标准曲线:

1. 在 100 毫升容量瓶中, 分别量取 0、1、2、3、4、5、6、7、8、9、10、11、12、13、14、15 毫升标准溶液 (1), 加入 5 毫升氢氧化钾溶液, 50 毫升 6% 氢氧化钠溶液, 在摇动下, 慢慢加入 15 毫升氯化铝溶液, 然后加水稀释至刻度, 摇匀。

以 100 P. P. M. 氧化锂的标准溶液调节光圈, 使读数为 550, 然后测定每份标准溶液的读数。所得曲线如图一。

2. 分别量取 0、1、2、4、6、8、10、12、14、16 毫升标准溶液 (2) 于 100 毫升容量瓶中, 加入 5 毫升氢氧化钾溶液, 50 毫升 6% 氢氧化钠溶液, 15 毫升氯化铝溶液, 然后加水稀释至刻度, 摇匀。

以 10 P. P. M. 氧化锂的标准溶液调节光圈为 550, 然后测定每份标准溶液读数。所得曲线如图二。

分析手续:

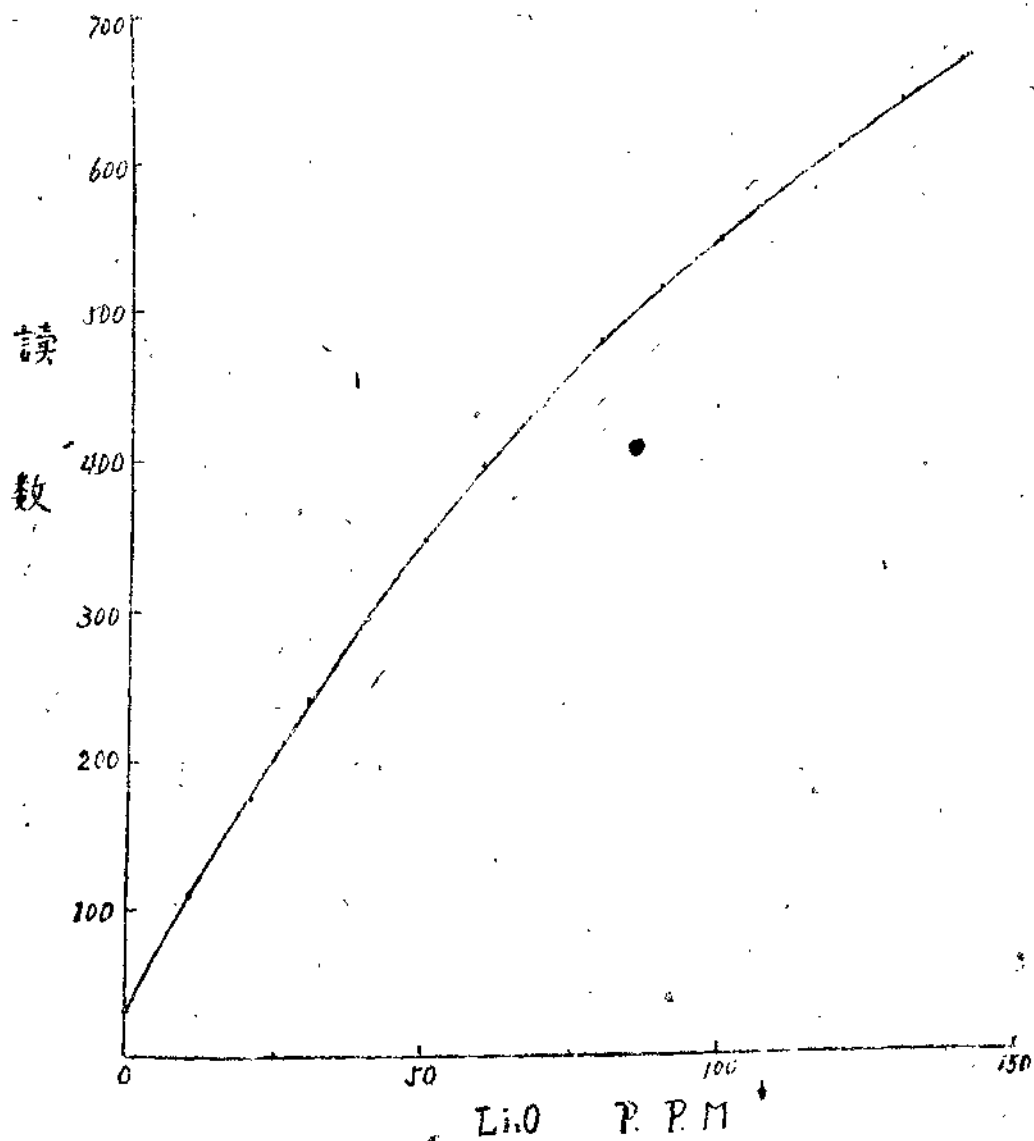
称取 0.2500 克矿样于镍坩埚或银坩埚中, 用无水乙醇润湿, 加入 3 克氢氧化钠, 加坩埚盖, 在小电炉或马弗炉内熔融。开始时温度要低些, 待熔体稳定后, 升高温度至 $600-700^{\circ}C$, 熔融约 15 分钟。熔融时常常摇动坩埚。冷却后, 将坩埚放在 250 毫升烧杯中, 用沸水浸取。待熔融物完全溶解后, 洗净坩埚, 加水稀释至 60—70 毫升, 加入 5 毫升氢氧化钾溶液, 在不断搅拌下煮沸 15 分钟。冷却, 移入 100 毫升容量瓶中, 加 5 毫升氯化铝溶液, 加水稀释至刻度, 摇匀, 干过滤。滤液根据锂的含量, 用 10 P. P. M. 或 100 P. P. M. 氧化锂的标准溶液调节光圈, 然后测定其读数。与矿样分析同时进行的空白试验, 应加入 15 毫升氯化铝。

计算:

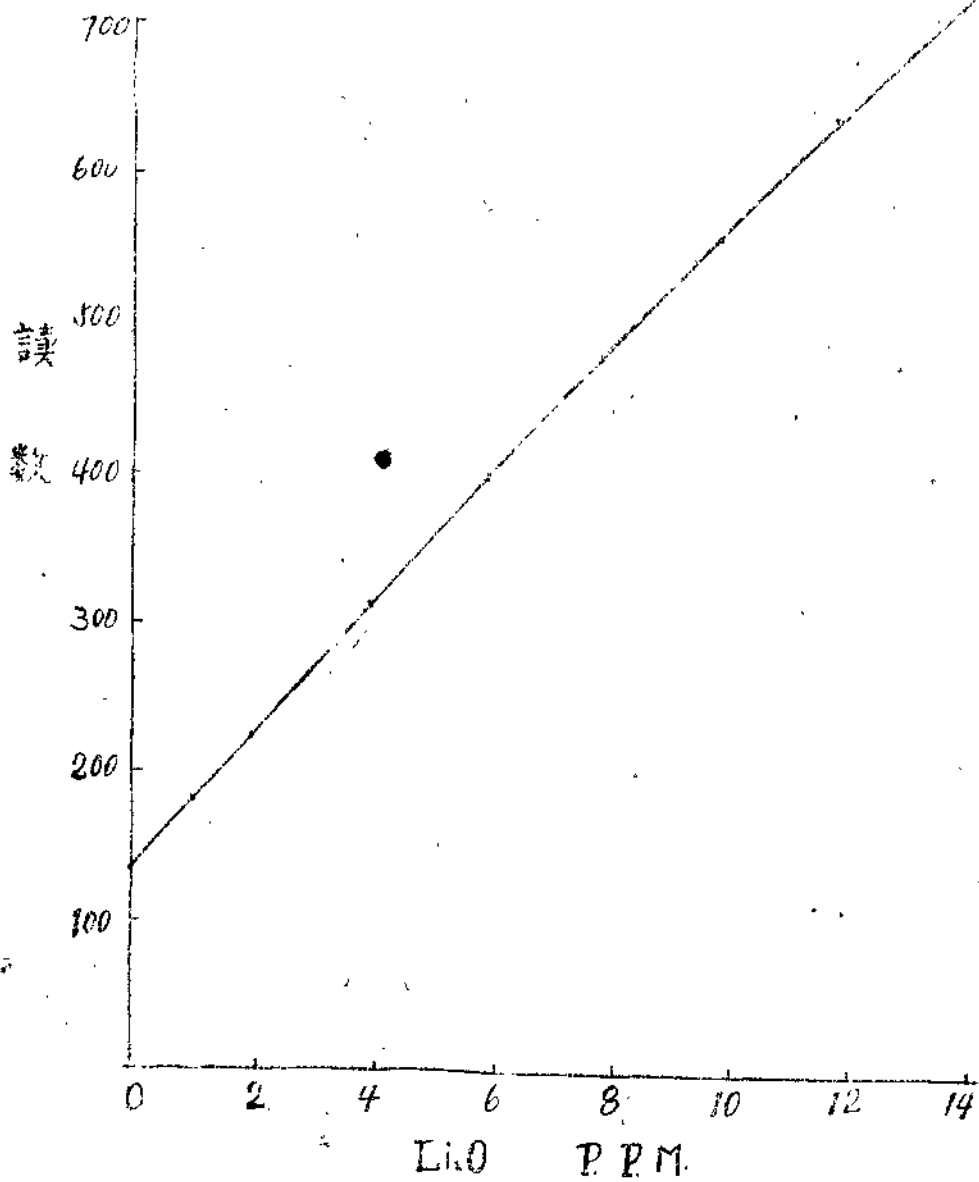
$$Li_2O\% = \frac{W}{G \times 1000} \times 100$$

W——在标准曲线上查得的氧化锂量 (毫克)

G——样品重量 (克)



图一 锂标准曲线
 溶液中含有 3% NaOH, 0.2% K₂O, 0.15% Al₂O₃



图二 锂标准曲线

溶液中含有 3% NaOH, 0.2% K₂O, 0.15% Al₂O₃

二、酸分解法的試驗

用酸分解樣品的方法，由於吸附的影響，往往得到偏低的結果，結果的重視性也較差，同時從文獻中⁽¹⁾、⁽²⁾ 以及在鹼性溶液中試驗的結果來看，鐵、鋁、鎂、錳、鈉及常見的陰離子對測定沒有影響，鉀和鈣的影響也不很大，因此有可能用簡單的“緩沖”法來消除干擾。於是就決定根據用氫氟酸和硫酸分解樣品後直接測定的方案進行試驗。

試驗結果說明大量的鹽酸、硝酸和硫酸，都會使讀數降低，但在試液和標準溶液中酸的量是很容易控制一致的，其影響亦很易克服。為了樣品的分解方便起見，選擇0.4%硫酸和1%硝酸（以體積計）的條件，除了這些酸量的試驗外，其餘所有試驗都是在上述條件下進行的。

鉀的影響並不嚴重，當沒有鋰存在時，普通岩石中鉀的含量的影響，可以忽略，但有鋰存在時，影響要大得多。氧化鉀的含量在700—2000 P.P.M. 之間，對鋰的影響相差不大，因此在標準溶液和試液中加入1000 P.P.M. 氧化鉀，可以使鉀的影響變為很小。

鈣的影響也不很大，在試驗溶液中硫酸根和鋁同時存在時，鈣的影響幾乎能完全消除，這是因為大量的鋁和硫酸根的存在，幾乎能全部抑制鈣的激發。對於這種現象，Д. Н. Иванов⁽³⁾ 曾經有了比較詳細的說明。錒的影響很嚴重，根據鋁和硫酸根對鈣的激發抑制作用的启发，我們經過試驗證明鋁和硫酸根的存在，同樣能有效地消除錒的影響。在礦樣分析時，為了保證有足夠的鋁和硫酸根以消除鈣和錒的干擾，在試液中加入1000 P.P.M. 的氧化鋁，以及維持溶液中硫酸濃度為0.4%。

鐵有一部分輻射通過鋰的濾光片，但影響很小，可以忽略。銅、鎂、錳、磷酸根和氯，對測定都無影響。

試驗結果見表七、表八、表九及表十所示。

表七、酸的影響試驗

試驗物 (100 毫升中濃酸的毫升數)	加入 Li ₂ O (mg)	測得 Li ₂ O (mg)	誤差 Li ₂ O (mg)
H ₂ SO ₄	0.1	10	0
	0.2	10	-0.14
	0.4	10	-0.24
	0.5	10	-0.30
HCl	0.5	10	-0.14
	1.0	10	-0.30
	1.5	10	-0.52
	2.0	10	-0.60
HNO ₃	0.5	10	-0.14
	1.0	10	-0.30
	1.5	10	-0.60
	2.0	10	-0.60

表八、在 0.4% 磷酸和 1% 硝酸溶液中干扰物的試驗

試驗物 (P.P.M.)	加入 Li ₂ O (mg)	測得 Li ₂ O (mg)	誤差 Li ₂ O (mg)	
Fe ₂ O ₃ (FeCl ₃ · 6H ₂ O)	2000	0	0.05	+0.05
	1000	0	0.02	+0.02
	500	0	0.01	+0.01
	200	0	0	0
	2000	10	10	0
	1000	10	10	0
	500	10	10	0
Al ₂ O ₃ (AlCl ₃ · 6H ₂ O)	2000	0	0	0
	2000	10	10	0
	1000	10	10	0
	500	10	10	0
MgO (MgCl ₂ · 6H ₂ O)	1000	0	0	0
	1000	10	10	0
	500	10	10	0
Mn O (MnSO ₄ · H ₂ O)	500	0	0.01	+0.01
	500	10	10	0
K ₂ O (KCl)	2000	0	0.11	+0.11
	1500	0	0.09	+0.09
	1000	0	0.07	+0.07
	700	0	0.06	+0.06
	400	0	0.04	+0.04
	200	0	0.02	+0.02
	100	0	0.01	+0.01
	2000	1	1.15	+0.15
	1500	1	1.14	+0.14
	1000	1	1.13	+0.13
	700	1	1.11	+0.11
	400	1	1.09	+0.09
	200	1	1.08	+0.08
	100	1	1.06	+0.06
	2000	10	10.44	+0.44
	1500	10	10.44	+0.44
	1000	10	10.44	+0.44
	400	10	10.36	+0.36
	100	10	10.30	+0.30

(接表八)

試 驗 物 (P.P.M.)	加入 Li ₂ O (mg)	測 得 Li ₂ O (mg)	誤 差 Li ₂ O (mg)	
CaO (CaCl ₂ · H ₂ O)	1500	0	0.12	+0.12
	1000	0	0.09	+0.09
	700	0	0.06	+0.06
	500	0	0.05	+0.05
	200	0	0.02	+0.02
	1500	1	1.17	+0.17
	1000	1	1.13	+0.13
	500	1	1.08	+0.08
	200	1	1.03	+0.03
	500	10	10.36	+0.36
	500	10.14	+0.14	
F (NH ₄ F)	1000	0	0	0
	1000	10	10	0
SrO (SrCl ₂ · 6H ₂ O)	50	0	0.42	+0.42
	100	0	0.85	+0.85
	200	0	>1.6	+>1.6
	200	10	14.8	+4.8

表九、鉍的存在对消除鈣和鐳的干扰試驗
(溶液中含有0.4%硫酸, 1%硝酸和1000 P.P.M. K₂O)

試 驗 物 (P.P.M.)			加入 Li ₂ O	測 得 Li ₂ O	誤 差
CaO	SrO	Al ₂ O ₃	(mg)	(mg)	(mg)
1000		0	0	0.07	+0.07
1000		500	0	0.05	+0.05
1000		1000	0	0.03	+0.03
1000		1500	0	0.02	+0.02
1000		2000	0	0.01	+0.01
500		0	0	0.04	+0.04
500		500	0	0.01	+0.01
500		1000	0	0.01	+0.01
500		1500	0	0.01	+0.01
1000		1000	10	10	0
1000		1500	10	10	0
	200	0	0	>1.8	+>1.8
	200	1000	0	0.04	+0.04
	50	0	0	0.42	+0.42
	50	1000	0	0.01	+0.01
500	50	1000	0	0.04	+0.04
500	50	1000	1	1.03	+0.03
500	50	1000	10	10	0
1000	50	1000	0	0.13	+0.13
1000	50	1500	0	0.07	+0.07
500	200	1000	0	0.20	+0.20

表十、合成样品试验

加入物 (P.P.M.)									测得Li ₂ O 误差Li ₂ O	
Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	CaO	MgO	MnO	P ₂ O ₅	K ₂ O	SrO	Li ₂ O	(P.P.M.)	(P.P.M.)
1500	1600	1000	500	200	100	1500		0	0.5	+0.5
1500	1000	1000	500	200	100	1500		10	10.3	+0.3
1500	1000	1000	500	200	100	1500		10	10.3	+0.3
1500	1000	1000	500	200	100	1500		100	98.6	-1.4
1500	1000	1000	500	200	100	1500		100	98.6	-1.4
1000	1000	500				1000	50	0	0.6	+0.6
1000	1000	500				1000	50	10	10.4	+0.4
1000	1000	500				1000	50	100	10	0

酸分解法的主要问题是矿样能否被氢氟酸和硫酸分解完全。在我们分析的9个样品中，除了铝土矿外，其余8个矿样都能完全分解。在波诺马列夫著的《矿物岩石化学分析法》⁽⁵⁾中说到锂辉石不能被氢氟酸和硫酸所分解，但这种岩石我们找不到样品试验。

矿样分析结果的重现性很好，与砷分解法的结果也很接近，锂云母的结果比砷熔法高，这是因为样品中含有较多的铁，砷分解法的结果可能因为吸附而变低。在矿样中加入标准锂的回收情况也很好。同时和比色法结果亦是较符合的（见表十一、表十二及表十三）。

表十一、矿样分析结果（酸分解法）

矿样名称	编号	酸分解法结果 Li ₂ O%				平均	砷熔法结果 Li ₂ O%	酸法与砷法结果 之差 Li ₂ O%
		第一份	第二份	第三份	平 均			
岩 石	1	0.005	0.005		0.005	0.007	-0.002	
岩 石	2	0.012	0.011		0.012	0.001	+0.011	
黏 土	3	0.012	0.011		0.012	0.012	0	
铝 土	4	0.031	0.030		0.031	0.032	-0.001	
明 矾	5	0.007	0.007		0.007	0.003	+0.004	
锂 云 母	6	0.734	0.749	0.734	0.739	0.723	+0.016	
锂 云 母	7	0.927	0.946	0.935	0.936	0.899	+0.037	
香 花 石	8	0.265	0.262		0.264	0.263	+0.001	
香 花 石	9	0.110	0.108		0.109	0.094	+0.015	

表十二、在矿样中加入标准锂的分析结果（酸分解法）

矿样名称	编号	矿样中锂含量%	加入 Li ₂ O (mg)	测得 Li ₂ O (mg)	误差 Li ₂ O (mg)
岩 石	1	0.005	10	10	0
岩 石	2	0.012	10	10	0
黏 土	3	0.012	10	10	0
铝 土	4	0.031	10	10.15	+0.15
明 矾	5	0.007	10	10	0
锂 云 母	6	0.739	10	10.14	+0.14
锂 云 母	7	0.936	10	10.23	+0.23

表十三、火焰光度法与比色法結果的比較

編 号	火 焰 光 度 法 $Li_2O\%$		比 色 法*	誤 差 $Li_2O\%$	
	酸 分 解 法	硷 分 解 法		酸 分 解 法	硷 分 解 法
7	0.935	0.899	0.925	+0.010	-0.026
8	0.264	0.263	0.280	-0.016	-0.017
9	0.109	0.094	0.087	+0.022	+0.007

* 比色法数据是汉口中心实验的分析結果。

试剂:

1. 标准锂溶液, (1) 1 毫升 \Leftrightarrow 1 毫克 Li_2O
(2) 1 毫升 \Leftrightarrow 0.1 毫克 Li_2O
2. 氯化钾溶液, 1 毫升 \Leftrightarrow 10 毫克 K_2O ; 1.53 克氯化钾溶于 100 毫升水中。
3. 氯化铝溶液, 1 毫升 \Leftrightarrow 10 毫克 Al_2O_3 ; 4.74 克氯化铝 $AlCl_3 \cdot 6H_2O$ 溶于 100 毫升水中。
4. 硫酸、硝酸混合溶液: 在 50 毫升水中, 加入 4 毫升比重 1.84 硫酸和 10 毫升比重 1.42 的硝酸, 冷却后稀释至 100 毫升。
5. 硫酸溶液, 60%: 在 30 毫升水中, 慢慢加入 60 毫升比重 1.84 硫酸, 冷却后, 稀释至 100 毫升。

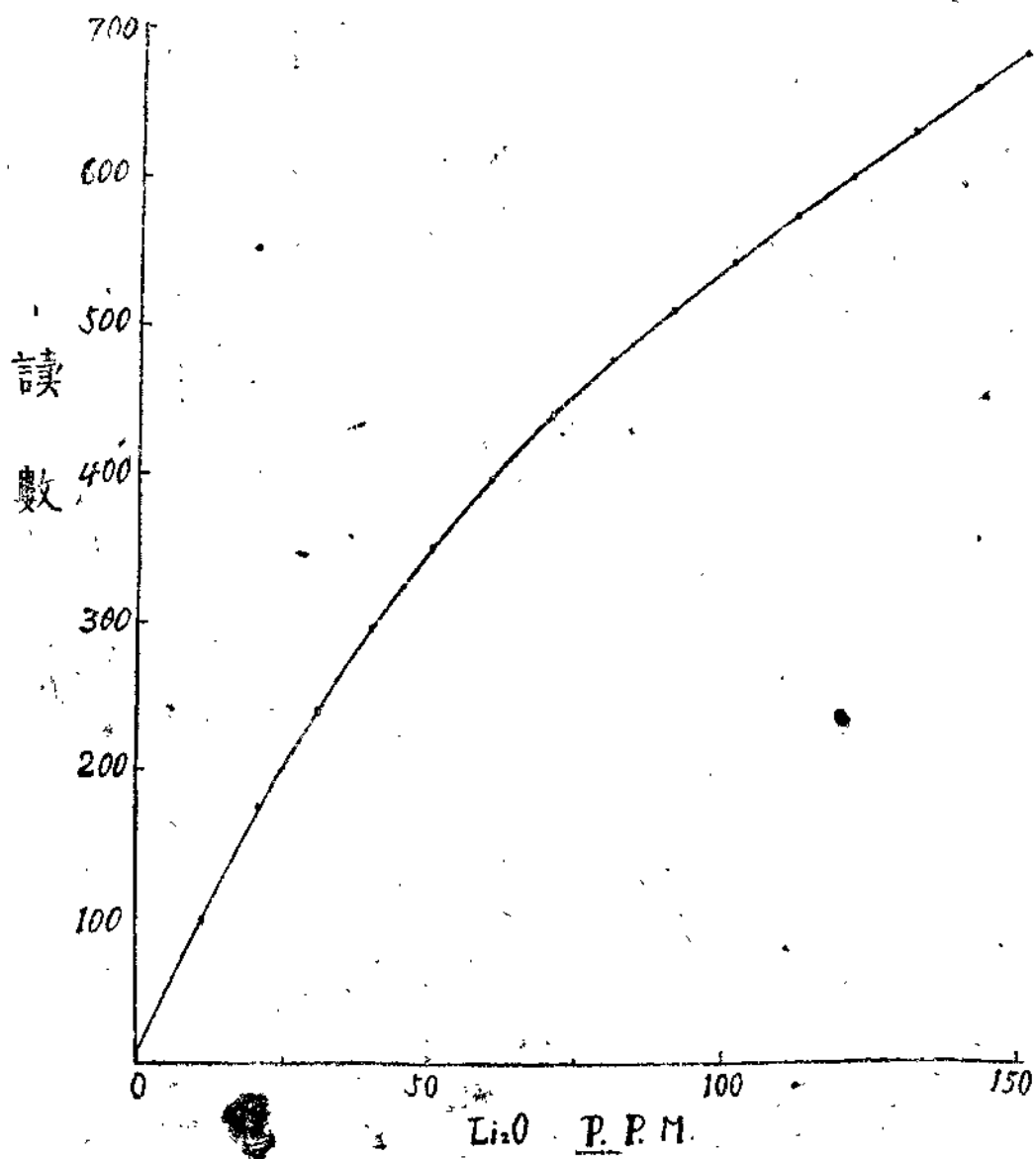
6. 硝酸溶液, 1:1。

标准曲线:

1. 在 100 毫升容量瓶中, 分别量取 0、1、2、3、4、5、6、7、8、9、10、11、12、13、14、15 毫升标准溶液 (1), 加入 10 毫升硫酸、硝酸混合液, 10 毫升氯化钾溶液, 10 毫升氯化铝溶液, 加水稀释至刻度, 摇匀。以 100 P.P.M. Li_2O 的标准溶液调节光圈使讀数为 500, 然后测定每份标准溶液的讀数。所得标准曲线如图三。
2. 在 100 毫升容量瓶中, 分别量取 0、1、2、4、6、8、10、12、14、16 毫升标准溶液 (2), 如上法加入各种试剂, 以 10 P.P.M. Li_2O 的标准溶液调节光圈使讀数为 500, 然后测定每份标准溶液的讀数。所得标准曲线如图四。

分 析 手 續

称取 0.5 克矿样于坩埚中, 用水润湿, 加入 1.0 毫升 60% 硫酸, 5-10 毫升高氯酸加热分解。加热时最好摇动坩埚数次。样品分解完全后, 蒸发至冒三氧化硫白烟十余分钟。冷却, 沿坩埚壁吹入少量水, 再蒸发至冒白烟十余分钟。冷却, 加入 3-4 毫升水和 2.0 毫升 1:1 硝酸, 微热十余分钟使盐类溶解。将溶液和不溶物洗入烧杯中, 加水稀释至 30-40 毫升, 煮沸使盐类完全溶解。冷却, 加入 10 毫升氯化钾溶液和 10 毫升氯化铝溶液, 灌入 100 毫升容量瓶中, 加水稀释至刻度, 摇匀, 干过滤。滤液直接在火焰光度計上测定讀数, 视锂的含量用 100 P.P.M. 或 10 P.P.M. Li_2O 的标准溶液调节光圈。



图三 锂标准曲线
 溶液中含有 1% HNO₃, 0.4% H₂SO₄, 0.1% Al₂O₃