

鉬的簡易快速半定量法

105 隊在學習了湖南檢驗所的微化分析以後，結合本單位的礦種積極展開了試驗。至今已陸續完成了銅鉛鋅錳鉬等項目的簡易快速半定量法，經先後用於生產，已收到了與光譜半定量同等的效果，克服了設備不足的困難。尤其是鉬簡易快速分析方法的改進（由原湖南檢驗所所用的乙原黃酸鹽法改成硫氰化鉬法），不僅減少了不必要的工作量，提前完成了任務，而且對不同含量的鉬樣稱取多少質量，採用何種方法等方面提供了依據。現將鉬的操作方法和適用程度介紹如下：

一、方法原理

六價鉬在酸性溶液中被二氯化錫還原為五價鉬，然後與硫氰化鉀作用生成橙紅色的硫氰化鉬絡合物，比色，由其橙紅色深淺區分其中鉬含量的高低。

二、必需試劑

1. HCl (1.19),
2. HNO₃ (1.42),
3. H₂SO₄ 5% (按體積)
4. 10%的KCNS，稱取 10 克 KCNS 溶于 100 c.c. 水中。
5. 12%SnCl₂，稱取 12 克 SnCl₂·2H₂O 溶于 20 c.c. HCl (1.19) 中用水稀釋到 100 c.c. 備用。

三、測定手續

稱取 0.2—0.5 克樣品置于 25—30 c.c. 磁坩堝中，加鹽酸 2—3 c.c. HNO₃ 5—10 c.c. 于砂浴上低溫溶解完全後，蒸發至乾，加 5% H₂SO₄ 浸出，取下澄清，用膠皮頭吸液管吸試液 1—2 滴于凹形点滴磁板上，加入 10% KCNS 1 滴，加入 12%SnCl₂ 4—5 滴，待高價鐵和高價鉬還原完全為止，然後將

其與已知含量樣品的各色階比較求其大約含量。在小于 0.005% 以下的鉬不再作定量分析。

四、註釋

1. 溶樣時溫度要低。因為礦樣中矽酸鹽的量較高時溫度一高，容易濺出。
2. 稱取礦樣可以不十分精確（曾作了 31 個礦樣試驗），這樣稱樣效率可以提高一倍，但稱取量不得相差懸殊，以防較大的誤差。
3. 此法在每次試驗時應同時作空白試驗。
4. 試驗樣與已知結果的礦樣應在同一條件下進行。
5. 顯色後的時間不能超過 7 分鐘，因生成的 K₃[MoO(CNS)₆]在酸性液中不穩，易退色。
6. 關於干擾元素影響只對銅進行了試驗，大量銅在酸性溶液中加 KCNS 時成 Cu(CNS)₂↓(黑色)，但用 SnCl₂ 還原後成 Cu₂(CNS)₂↓(白色)此在全定量分析上混擾色階，但在此試驗中僅為白色斑點無干擾（曾作了 20 個加入銅的礦樣試驗，無影響）。其他干擾元素未進行全面試驗，但因含量均很少，靈敏度較低預計影響不大。
7. 此法在無干擾元素存在下，可以檢出 0.25 γ 的鉬。

此法曾選出該隊 6 個地區的礦樣 3130 個作試驗，其結果均很滿意。其含量劃分範圍的表示方法為：

- >0.1 以“1”表示
 0.05~0.1 以“2”表示
 >0.005~0.05 以“3”表示
 >0.00~0.005 以“4”表示
 0.00 以“×”表示。

(方以規整理)

表 7

全巷法	0.88	0.92	0.77	0.56	0.60	0.41	0.30	0.22
天井腳抓								
取的：	0.83	0.85	0.77	0.55	0.58	0.47	0.29	0.23
工作面抓								
取的：	0.42	0.66	0.68	0.79	0.55	0.53	0.32	0.31

2. 炮煙中毒問題：到現在為止始終是一個問題，雖則增加了吹風的時間，但炮煙對工人身體健康問題仍有一定程度的影響。如果增加了輕型防毒面具，縱使有一定的效果，對進行工作也是一種負擔。

3. 現在的勞動組織是由地質部門來領導，這是對的，但由於配合得不够好，以致產生了這几种情況：1) 吹風時間不足，影響工人身體的健康。2) 出礦

工人催促採樣工人，結果取樣時間變短，不能保證質量，甚至有時不能進行取樣。3) 抓取工單獨的在坑道中工作，缺少監督，也可能發生質量問題。

三、對今後推廣抓取法的意見

1. 根據以上所述，在適合的地質條件下，可以推廣採用抓取法採樣。

2. 建議在礦車中進行抓取法的試驗，這樣勞動組織上也可以用出礦工兼做抓取工，坑道記錄員進尺，而這兩個人一方面是屬於施工部門領導，另一方面也直接受地質部門的領導與指導。這樣將更為經濟，迅速，可靠。這一點意見僅僅是在分析與總結抓取法取樣工作時發現的，必須有待試驗的證明。