

操作方法,可参考地質和識 1957年第6期。

在磨制光面時,必須使光面光滑。如果在磨制中不加以精磨精打光,那麼當另一面磨薄後,礦物中的透明物體由於磨薄而透光,因此,就會使光面在透明的光線下顯示得不光,或光面不平行。

在翻片時,新的載玻璃片上的樹膠量要少,不能超過礦物面的面積,只能和礦物面相等,如果樹膠過多,不僅把整個礦物粘了,而且會在礦物範圍以外把兩塊載玻璃相粘起來。這樣就會使我們無法把載玻璃分開,即使分開了,片子的質量也不能保證的。新的載玻璃片上的加拿大樹膠只能稍為烘烤,絕不能烘烤過久,否則翻片時,就可能兩塊載玻璃片都會脫落,因此,在這一工作中磨制者須要特別細心和掌握樹膠的烘烤程度。

銅的簡易快速測定法

方以規 整理

301 隊檢驗室在原有氨法定銅的基礎上,試驗了在氨性溶液中分離鐵以後,觀察銅氨絡離子藍色的深淺,來了解銅品位高低情況。1956 年 3 月曾試驗過 1797 個品位在 0.1% 左右的礦樣,結果完全沒有錯誤者佔 98.10%; 將實際品位 0.10% 以上(最高在 0.13%) 誤認為 0.10% 以下者佔 0.9%; 將實際品位 0.10% 以下(最低為 0.06%) 誤認為 0.1% 以上者佔 1%。從試驗情況看出此法可保證質量,滿足地質要求。該室在 1956 年 4 月即將此法投入生產後,析效率提高一倍,藥品材料的消耗節約了一半。如在野外能解決礦樣加工問題,則這一方法可以迅速而及時地配合野外普查與勘探工作。

快速分析定銅法的操作手續如下:

稱取銅礦樣 0.5 克於 300—400 毫升燒杯內,以少量水潤濕,蓋上表皿,加入濃鹽酸 4 毫升及濃硝酸 2 毫升,置於電熱板上低溫溶解,待作用完全以後,加高溫蒸至近干約剩一毫升為止,取下,加入熱的 (80—90°C) 25% NH_4OH 10 毫升,趁熱加入氨水至鐵沉澱為止,即用定性濾紙過濾,然後以此銅氨絡離子濾液的藍色深淺,與事先作好的含銅量在 0.10% 的標準液的藍色比較,確定含銅品位的高低。

註: ① 為了使所獲結果準確,在與標準液比較時,其控制的體積和其他條件應一致。

(2) 試劑均可用工業純。

礦石

微量鉍的比色測定,最常用的方法是碘鉍法、硫脲法及打薩宗法。硫脲法的靈敏度較低,而打薩宗法操作較繁復。因此碘化鉍法雖然是較老的方法,但在鉍的比色測定中還佔據着重要的地位。

鉍的碘化鉍法是基于在酸性溶液中碘化物與鉍組成黃色 $[\text{BiI}_4]^-$ 絡合物。此法最早系 Stone (1) 提出,起先藉濁度法測定,後經改用比色法進行,Sproull 及 Cottler (2); Wiegand、Lann 及 Kalich (3) 等對此法進行了較詳細的研究,並分別提出用亞硫酸、次亞磷酸作為還原劑以還原析出的碘。Haddock (4)、Giacchino (5) 等為提高靈敏度並消除有色離子的干擾,建議用戊醇與乙酸乙酯的混合溶劑抽提。

由於碘-亞鉍酸與碘鉍絡合物的顏色相仿,因此鉍干擾鉍的測定。為此 McChesney (6) 建議在不同酸度下分別測定鉍和鉍,進行校正。Файнберг (7) 則提出在鹽酸溶液中进行鉍的比色; 這樣雖消除了鉍的干擾,但靈敏度降低。

我們試圖將碘化鉍法用來測定複雜礦物——鉛礦(黑鉛和白鉛)與錫礦(砂錫和脈錫)中作為雜質存在的微量鉍。此時礦樣中存在多量的鉛、錫,有些則更存在相當量的鉍、銅、鉛等,這些元素可能給測定帶來困難。為了加快測定速度,我們並不希望進行較多的分離。因鑑于鉍的最好的溶劑是硝酸,因此我們試驗了硝酸溶液中測定的條件,干擾元素的影响以及方法的重現性和準確度。

試劑及儀器

硝酸 A. R. 濃的及 1:4 溶液。

鹽酸 A. R. 濃。

碘化鉍 5% 溶液 將 5g. A. R. 碘化鉍溶于 95ml 水中。

亞硫酸稀溶液 將 1 體積含 5—6% H_2SO_3 的試劑溶液用 9 體積水稀釋。

鉍標準溶液 將 0.2321g. $\text{Bi}(\text{NO}_3)_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ (A. R.) 溶于 50ml 1:10 HNO_3 中,稀釋至一升。此溶液每毫升含鉍 0.100 μg 。

納氏比色管 (100ml) 由於光电比色計在黃色區域的靈敏度尚不及目視法,因此用納氏比色管進行比色,在每次加入試劑後可用一頭帶環的玻璃棒攪勻。

中微量铋的比色测定—碘化钾法

地質矿物研究所 戎關鏞

实 验

一、测定条件

在这方面共进行了下面这些项目的试验。

1. 酸 度

测定时一般用硫酸酸性，Sproull及Gettle (2) 使用 5N 溶液，Wiegand、Lam 及 Kalich (3) 使用 0.8N，McChesne (6) 则使用 3.6N。但据 Файнберг 及其他作者意见，如矿样中含较多量的铅，用 H_2SO_4 分解矿样会导致铋的损失（硫酸铅对铋的吸附）。因此虽然硫酸分解矿样有可能将铅分离出去，但利少弊多，根据我们所用的硝酸酸性，相当量的铅不致析出碘化铅沉淀，对测定无干扰，因此在一定情况下，分离铅是不必要的。另一个问题是在硫酸酸性中铋的干扰严重。

Файнберг (7) 为消除铋的干扰而提出在盐酸溶液中比色，这样使矿样从分解到测定，要增加一些手续。

硝酸对铋矿的溶解能力很好，锡及钨在用硝酸分解时可以分离，硫酸铅在硝酸中溶解度很大，以及如下面将要谈到的，在硝酸溶液中铋不干扰，铜和铅也能存在相当量，因此在硝酸中进行测定有很大优点。

按照下面将要提到的比色条件而改变在 100ml 中 1:4 HNO_3 的用量从 10—60 ml，对 50 μg 铋的颜色并无影响。因考虑到多量的硝酸会增强溶液的氧化性，且并无必要；而过低的酸度可能会导致铋的水解；因此选择了在 100ml 中有 20 ml 1:4 HNO_3 的酸度，约为 0.6N。

2. 碘化钾用量

据报告 Sproull 及 Gettle (2) 在 100ml 比色液中使用 16.8ml 1.7% 的碘化钾（达 28%），而 Wiegand 等 (3) 则发现当铋含量为 30—300 μg 时，低于 1% 碘化钾颜色强度未能达到最大。

我们应用下面提到的比色条件，对 50 μg 铋改变

5% 碘化钾用量从 5—35ml，发现少于 15ml 时颜色未达到最大，而 15ml 以上颜色无差别，此点与 Wiegand 等氏的结果相符，为此选择碘化钾用量为 20ml。

3. 还原剂的选择

在铋的碘化钾法中曾被使用的还原剂很多，计有亚硫酸或亚硫酸钠、次亚磷酸、次亚磷酸十亚硫酸、抗坏血酸、硫脲、硫代硫酸钠、二氯化锡等。

Sproull 及 Gettle (2) 使用亚硫酸，亚硫酸由亚硫酸钠加硫酸而得，它的还原作用迅速。但 Wiegand (3) 及 Haddock (4) 等发现过量的亚硫酸与碘组成 $I(HSO_2)$ 黄色化合物，出现空白，因此改用了 H_3PO_2 。但 H_3PO_2 的还原作用很慢，尤其在硝酸溶液中和有较多量氧化性物质存在时，很难在几分钟内完成。

Haddock 曾用 $H_2SO_3 + H_3PO_2$ 作为还原剂，他先加入稍过量的 H_2SO_3 ，然后加几毫升 30% H_3PO_2 ，但我们发现在硝酸溶液中会析出硫。

Giacomino (5) 使用抗坏血酸，但仍须先用亚硫酸还原。

二氯化锡作为还原剂可能会引入相当多量的锡，因为矿样中常含很多可被亚锡还原的物质。硫脲会改变比色溶液的色度，铁存在时的色度与没有铁存在时不同。

用代硫酸钠滴定释出的碘并不是好方法。因为过量的试剂不能存在，否则将析出硫，而为了防止空气氧化，还得加入其他还原剂。

我们用亚硫酸作为还原剂，限制它的过量；用淀粉作指示剂，当全部释出的碘被还原后，再过量一定量，由于过量很少，空白是很小的。当与 Wiegand 氏所用的方法 (1:1 H_2HSO_4 6 ml, KI (5%) 20 ml, H_3PO_2 (1:4, 20 ml) 比较时，存在 0.5ml 过量的 1:9 H_2IO_3 稀溶液，与 Wiegand 方法并无差别，1 ml 过量仅相当于 1 μg 铋，而 2 ml 过量则相当于 3—4 μg ，（这个试验中用 H_2SO_3 还原的试液中，未加铋而与加铋的 Wiegand 方法的试液比较，颜色容易辨别）。由此可见只要限制过量，亚硫酸还是较好的还原剂，我们选择过量为 1 ml，这样由于空气氧化而导致过量的亚硫酸的继续消耗，影响极微，可以忽略。

4. 稳定性及灵敏度

标准铋溶液配制的比色液曾经放置 10 小时以上

并没有改变,因此标准系列至少在 10 小时内可以应用。但由矿样发色而得到的溶液,由于矿样中杂质的接触氧化,仅能放置 10 分钟至半小时,若碘又重新析出,仍可再加少许 H_2SO_3 还原。

在 100ml 纳氏管中, $1\mu\text{g Bi}$ 有与空白显然可别的黄色,因此低至 $1\mu\text{g Bi}$ 可以被检出。

5. 比色条件

在上述试验下,确定如下比色条件:

将含有 20ml 1:4 HNO_3 铋含量在 1—50 μg 的试液,放在 100ml 比色管中,将其稀释至 60—70ml,加入 20ml, 5% KI 溶液,混匀,从滴定管中滴加亚硫酸稀溶液至碘的黄色消失(或当铋含量多时加入 5—10 滴 0.2% 淀粉溶液作为指示剂,滴至 I_2 淀粉蓝色消褪),每加一次均须用玻棒搅匀,然后过量 1ml,以蒸馏水稀释至刻度,即可进行比色。

用铋标准溶液配制标准系列,在试样少时也可用滴定比色法。在光电比色计中在 450m μ 波长测定消光度也可。

二、干扰元素影响试验

作为我们测定对象的矿样一般含铋、锡、铜、铅、锑、铁等较多,铁能析出碘,锑是最可能的干扰元素,铜与铅能成碘化物沉淀,铋与锡则为矿物之主要成分,因此对这几个元素在标准铋溶液中进行加入试验,发现至少 20 μg 铁、4 μg 铋、2 μg 铅、2 μg 锑和 1 μg 锡无干扰,铜的量不能超过 0.5mg。由此可见当所取的矿样的量为 1g 并用 $\frac{1}{2}$ 等分进行测定时,相当于 10% 的铁、2% 的铋、1% 的铅、1% 的锑,0.5% 的锡及 0.25% 的铜,对结果无影响,酌量减少称样则允许存在的量当可相应提高。在某一锡矿样中加入标准铜与锑溶液后进行分析得到的结果则如表一,在较多量铜时析出碘化亚铜沉淀。

表 1 铜和锑在矿样中加入试验结果

矿样“锡 A”重(g)	1.000	1.000	1.000	1.000	1.000
加入铋(mg)	0	5	10	0	0
加入铜(mg)	0	0	0	2	4
取用等分	$\frac{1}{2}$	$\frac{1}{2}$	$\frac{1}{2}$	$\frac{1}{2}$	$\frac{1}{2}$
测得铋(%)	0.013	0.013	0.013	0.013	0.013

当铋矿用硝酸分解后,析出铋酸沉淀,为了解铋酸对铋的吸附,在某铋矿样中加入铋酸钠,然后进行分析,得到结果如表 2 及表 3。

表 2 铋酸对铋的吸附试验

矿样“铋 A”加入 WO_3 (mg)	0	20	20	20	20
得到铋%	0.0043	0.0057	0.0050	0.0046	0.0045

表 3 铋酸对铋的吸附试验

矿样“铋 A”重(g)	0.5553	0.7397	0.9007	1.0174
加入 WO_3 (mg)	20	20	20	20
加入 $\text{Bi}(\mu\text{g})$	50	50	50	50
取用等分	$\frac{1}{2}$	$\frac{1}{2}$	$\frac{1}{2}$	$\frac{1}{2}$
得到 $\text{Bi}(\mu\text{g})$	15	15	18	19
应得 $\text{Bi}(\mu\text{g})$	15	16	17	19
误差(μg)	0	-1	+1	0

可见除个别数据外,铋的存在并不吸附铋也不影响铋的测定。

三、矿石分析手续

称取 0.5—1g 矿样(视矿样中铋含量不同而增减,因为方法很灵敏,当含铜、铅超过允许含量时,宁可少取矿样,以减少干扰元素之量),盛入 250ml 烧杯中,加入 10—15ml 盐酸,在电热板上加热溶解(对于铋铁矿加热时间应稍久,以使铋的分解完全),蒸发至剩 5ml,煮沸 1—2 分钟,加入 5ml 浓硝酸,蒸发至干,再加入 5ml 硝酸,略洗一下表皿及杯壁,再蒸干;然后加入 20ml 浓硝酸,以水洗净表皿及杯壁,加水稀释至约 50—60ml,煮沸 1—2 分钟,冷却,移入 100ml 容量瓶,用蒸馏水稀释至刻度。

从容量瓶中取出 20ml 滤液(当铋含量高时可取出与 5 或 10ml 并加 1:4 HNO_3 补足至 20ml)放入 100ml 纳氏比色管中,如本报告一、5 节进行发色测定。

四、方法的重现性和准确度

我们应用上述方法于江西及湖南某些地区的铋矿及广西和湖南某些地区的锡矿的分析。方法的重现性可以从下列数据看到。

“铋 A” $\text{Bi}\%$ 0.0043, 0.0043, 0.0042, 0.0043,
 “铋 B” $\text{Bi}\%$ 0.13, 0.13, 0.13, 0.13,
 “锡 A” $\text{Bi}\%$ 0.014, 0.015, 0.014,
 “锡 B” $\text{Bi}\%$ 0.0080, 0.0080, 0.0090,

方法的准确度从下面一些试验可以看出。

首先,经酸溶以后的铋矿及锡矿的不溶残渣,经光谱检查,均未发现铋,可见矿样的分解是完全的。

其次,进行了加入试验,数据见表 4。

表 4 加入試驗結果
矿样“錫 A”原結果为 0.0043

矿样重(g)	0.7211	0.5552	0.9237	1.1785
加入 B(μg)	50	50	50	50
取用等分	1/6	1/6	1/6	1/6
得到 B(μg)	17	16	19	21
应得 B(μg)	16	15	18	20
誤差(μg)	+1	+1	+1	+1

註：此处数据比“錫 A”原数据普遍偏高，或由器械上的誤差所致，因为比色管之質量极次，不同时进行的試驗往往略有偏差。

对几个錫矿，則曾經用 $\text{Na}_2\text{CO}_3 + \text{S}$ 熔融的方法將神、錫、錫分离后，用 HNO_3 將硫化錫溶解，然后进行測定，以資比較。結果如表 5。

表 5 $\text{Na}_2\text{CO}_3 + \text{S}$ 熔矿和 HNO_3 熔矿得到結果的比較

矿 样		“錫 A”	“錫 B”	“錫 C”
B ₁ %	酸 法	0.014	0.008	0.007
	碱 法	0.014	0.008	0.007

結 論

本报告提供了在硝酸溶液中用 K^1 法測定錫的比色条件。由于使用硝酸分解矿样，避免了硫酸鉛对錫的吸附。在硝酸溶液中錫并不干扰，因之不必要分离錫，提高了分析速度。

这一方法很灵敏，甚至至少至 $1\mu\text{g}$ 的錫也可以檢出。在使用于錫矿及錫矿中得到的結果証明有良好的重现性和正确度。

本方法有可能使用于其他矿种。最近試驗，当矿样分解后，在醋酸鉍存在下，以鉄为聚集剂，用氫氧化鉍沉淀錫，可以使錫与大量銅和鉛分离，因此提供了鉛錫矿和銅矿中錫的快速測定方法。

参 考 文 献

1. F. B. Stone, J. Soc. C. I., 6, 416, 1887.
2. Reavie C. Spruill and Alexander O. Gottlor, I. E. C., Anal. Ed., 13, 462, 1941.
3. C. J. Wesley Wiegand, George H. Lann and Frank V. Kalich, ibid, 13, 1912, 1941.
4. L. A. Haddock, Analyst, 59, 163, 1934.
5. N. U. Giacomino, I. E. C., Anal. Ed., 17, 456, 1945.
6. Evaro W. Mc Chesney, ibid, 18, 146, 1946.
7. Фаинберг, 有色金屬矿石分析譯本第二册第 91 頁

高揚程送水介紹

· 黃 兴 农 ·

215 勘探队的几項送水工程，由于揚程較高，如采用离心水泵(揚程90公尺)送水时，必須將整个揚程分为几段，这样就需要較多的设备，同时需要的管理和操作人員也多。另外由于离心水泵的送水量很大，往往只需很短的送水時間就可以滿足要求，故设备利用率亦很低，显然是不合經濟原則的。

最近經過該队技术工人的研究，用往复式200/40型泥漿泵代替离心水泵，作高揚程送水获得成功。送水安裝方法如图所示，选择的动力机为匈牙利 II Jmc 130 型 26 馬力柴油机。使用时可以根据实际情况具体决定。計算水泵所需动力可以根据下列公式：

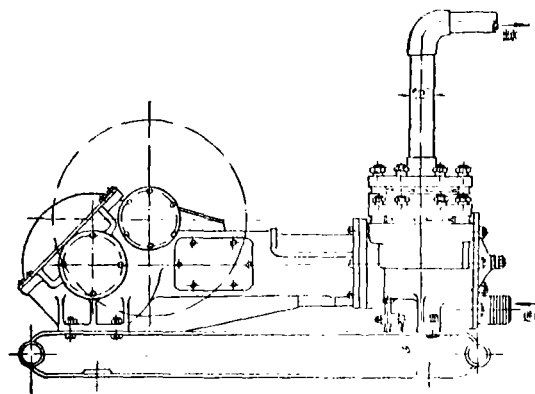


图 1

$$N = \frac{QHr}{60 \times 75 \times \eta (\text{总值})}$$

假如采用 200/40 型水泵来送清水的話，則式中各已知数为： $Q=200$ 升/分； r (比重) = 1； η (总值) = 0.76。另外，我們知道，一个大气压相当于 10 公尺高的水柱压力，若以这种水泵送水，因为水泵具有 40 个大气压，所以水头高度等于 $10 \times 40 = 400$ 公尺高水柱。(若計算总水头，則应加入吸水高度，一般实际最大吸水高度为 6 ~ 7 公尺)。

代入公式，計算实际需要动力：

$$N = \frac{200 \times 400 \times 1}{60 \times 75 \times 0.76} = 23.4 \text{ 馬力}$$

然而，由于水的比重有所不同，加之还有管路摩擦，以及管路換徑和弯头处的阻力損失等，200/40 型水泵实际不可能有 400 公尺的揚程，实际效率可按 80% 計算，所以，只有 320 公尺左右。若送泥漿时，就会要更少一些。