

中，用呈硫氰吡啶絡合物的氟化鉀也能沉澱銅。所取得的容積很大的淡綠色的沉澱，很容易過濾和洗滌。試驗證明，此種沉澱甚至在含銅量超過含鉍量 1000 倍時，鉍也不與其共沉澱。

分析步驟

稱取礦石 0.5—2.0 克放入耐熱廣口圓錐燒瓶中，加 10—20 毫升硝酸（比重 1.40）。待激烈反映停止後加 5—10 毫升鹽酸（比重 1.19）並在沙浴上蒸發至糖漿狀態，然後再在水浴上蒸發乾。用鹽酸重複處理 2—3 次，每次都應蒸發乾。冷卻後再加 2—3 毫升的鹽酸，並用 5% 的鹽酸溶液洗滌燒瓶壁，同時加熱至鹽類溶解時為止，俟其冷卻後再往燒杯內注入 25 毫升 30% 的氟化鉀溶液，3 毫升吡啶和 1 毫升飽和的硫氰化鉀溶液。用濾紙（白帶）過濾澄清的沉澱並用含有 3% 的氟化鉀，0.2% 的吡啶，和幾滴吡啶的溶液洗滌之。拋去洗滌了的沉澱。將濾液和洗滌液收集於 250—300 毫升的燒杯中，並檢查銅是否完全沉澱了；為了使銅完全沉澱還應向溶液中再加 1—2 滴飽和的氟化鉀溶液。根據沉澱溶液所生成的淡綠色就可以知道銅還沒有完全沉澱下來。

鐵和銅沉澱後在溶液中用硫化鈉在氫介質內沉澱鉍。如果在稱樣時予定鉍的含量要少於 0.002 克（0.02%），那麼為了把硫化鉍完全沉澱下來，須往溶液內予先加入 0.005 克呈氯化鉍作為共沉劑。

為了沉澱硫化鉍，用氫溶液將溶液鹼化，根據酚酞指示劑直到淡玫瑰色為止，然後再注入 4—5 毫升 10% 的硫化鈉，仔細攪拌之，蓋上表面皿並放在通風櫥內於不沸的水浴上加熱 15—30 分鐘，至硫化物沉澱完全凝聚為止。

熱溶液應當很快地用濾紙（紅帶）將其過濾。為避免發生氧化起見，最好使濾紙上的沉澱始終都放在母液或洗滌液中。在濾紙上用洗滌液洗滌沉澱 8—10 次，該洗滌液是由 10 毫升 10% 的硫化鈉溶液和 10 毫升 30% 的氟化鉀溶液配成，然後再用水稀釋至 500 毫升。

在濾紙上用熱的稀硝酸（1:2）溶解洗滌過的硫化物沉澱。濾紙用熱水洗滌 5—6 次。將濾液和洗液蒸發干，首先在沙浴上蒸發，然後再放到水浴上蒸發。用 1—2 毫升鹽酸潤濕干的殘渣，再將其蒸發干，然後再將試樣用 1—2 毫升鹽酸潤濕，加熱並用很少量的熱水將其轉入 25—50 毫升的量瓶中。在量瓶用氫水中和酸溶液，至酚酞顯淡玫瑰色為止。加 20 或適當地加 10 毫升 30% 的氟化鉀溶液，1 克硫化鈉，然後用稀釋至刻度。仔細攪和之並按上述那樣進行極譜測定。

根據標準溶液制定的分度曲線表來計算鉍的含量。在表 6 中可以比較出含鉍礦石中鉍的極譜測定結果與人工的含銅礦石中鉍的極譜測定結果。在分解 1 克樣品時，往其中加入 100 毫克銅，即相當於含銅 10%。

人工加入 10% 銅的礦石中鉍的極譜測定結果 表 6

所得到的鉍 (%)		
沒有加銅	加銅 10%	誤差
0.133	0.131	-0.002
0.124	0.125	+0.001
0.087	0.075	-0.012
0.078	0.067	-0.011
0.056	0.052	-0.004
0.044	0.046	+0.002

從表 6 中可以看出所提出來的在含銅礦石中鉍的極譜測定法，會得到良好的結果。

註：（1）IKS 表示測量鉍和 H 承電極電位的符號

（2）此試劑的分子式為 N#N-C(=O)-CH2-SH—噻嗪

（3）過濾可以過濾鉍入量瓶後所澄清的濾液等部分來代替。

（4）必需的試劑見原書 180 和 183 頁。

參考文獻從略

陳遠盤摘譯自「礦物原料的化學分析和物理化學分析」一書
王洛甲校

井壁管接手的墩製

·殷德義·

224 隊朱發秀同志建議將 $\phi 146$ 廢岩心管墩成井壁管接手，其方法簡單，質量合乎要求。

墩製時，將岩心管加熱到約 800°C 左右時置於墩管具中（如圖），以錘擊打，即墩成所需井壁管接手的外形，然後兩端車上絲扣便成。

整個墩管具係利用鑽探用起重機上的廢零件裝成，心瓦及心瓦套和所墩的井壁管接手規格一樣，僅是將心瓦下部磨平。

