

# 礦石中鉍的極譜測定法

B.I. 素切萬諾夫 H.B. 什曼科娃

## 概 論

鉍的電化學性質對鉍的極譜測定是很有利的。鉍的標準電極電位和標準氧化還原電位等於  $-0.336$  和  $+1.22$  伏特。當電位趨近於  $-0.50$  伏特 (HKS) 時，鉍離子在滴汞電極上可逆還原。鉍的半波電位幾乎與基本電解質 (底液) 的成份無關。

在一切溶液中的鉍極譜波就是隨着溶液中鉍濃度的減少而又有所變化的很顯著的波階。

可直接用極譜測定出的鉍的最大濃度等於  $2-4$  毫克/毫升或  $1-2 \cdot 10^{-5}$  克分子/立升。根據這些資料似乎可以作出這樣一個結論，即鉍的極譜測定並不是一件困難的事。但是這個結論只有對於純的鉍鹽溶液才是正確的。

鉍屬於硫族元素之列，它在地殼中的平均含量為  $10^{-6}-1 \cdot 10^{-5}\%$ 。

由於礦石中鉍與其它絕大多數的隱蔽元素 (鐵、銅、鉛等) 比較起來含量較少，因而鉍的極譜測定法是很難制定的。

在我們所見到的文獻中僅有三篇文章具有在某些礦石中用極譜測定法測定鉍的實際指導意義。[例如恩恩林，德列耶爾和阿布拉哈姆制定了在不含鐵的鋅合金中，鉍與鎘的共同測定法。最近沙也金和格列金提出了在金屬鎘中用極譜測定鉍的方法。施特魯布的文章中敘述了在進行各種元素 (其中包括鉍) 極譜分析時排除氧化鐵的有害影響的方法。作者提議在酸性介質中用鹽酸氫氣來還原干擾測定的鐵 (III)。

施特魯布的實驗我們沒有能夠獲得成功。鐵 (III) 離子不能完全被鹽酸氫氣還原是因為當電流計具有很高靈敏度時，極譜分析不能進行所致。

在制定礦物原料中鉍的極譜分析法時，最大的困難是如何消除大量鐵的影響。根據我們現有的資料，將鐵從溶液中沉澱成氫氧化物是不可能的，因為在這種情況下沉澱會掩蓋一部分鉍。解決這個問題最好的方法是將鐵結成穩定而又能很好溶解的絡合物，此時鐵 (III) 的還原半波電位就是鉍的還原電位。

我們開始進行此項測定時，往往容易把主要的注意力都集中在尋找絡合物形成劑上，此絡合物形成劑在結合大量鐵的同時 (在  $50$  毫升溶液中，有  $500$  毫克的鐵)，也能在極譜分析上呈不活躍性，也就是形成不了固定的極譜波。

經過試驗證明可作為絡合物形成劑的物質有：具有良好效果的濃草酸溶液，磺基代水楊酸溶液，檸檬酸溶液，焦磷

酸鈉溶液和酒石酸溶液以及適合於鉍極譜測定的氟化物。氟化物溶液對於鉍的極譜測定是很有利的，這是因為此氟化物溶液與鉍的其它鹵化物相反，氟化鉍能很好地溶解於水中，並且鐵 (III) 在此溶液中沉澱成穩定的絡合物，此絡合物的溶解度在弱鹼性介質中等於  $3.5 \times 10^{-3}$  克/立升。

鉍的極譜測定無論在純的氟化鉀溶液中或在用氟化鉀沉澱氧化鐵以後的濾液中都出現了很顯明的鉍的還原波；鐵並沒有起任何妨礙作用。

表 1 中指出了鉍極譜波的高度與“氟化物底液”濃度的關係，此氟化物底液即為用幾滴氫水調整 PH 至  $8-10$  以及每  $50$  毫升中含  $2$  克硫化鈉的氟化鉀溶液。

氟化物底液的濃度對鉍極譜波的高度的影響  
( $10$  毫升氟化鉀溶液中含  $1.0$  毫克鉍， $0.4$  克硫化鈉；  
PH=9-9.5;  $T^{\circ}=18.5^{\circ}$ ;  $S=1/2$ )

表 1

鉍的濃度 (毫克/毫升)	氟化鉀的濃度 (克分子/立升)	極譜波的高度 (毫米)	平均誤差 (毫米)
0.100	0.68	40.0	-0.3
0.100	2.94	42.0	+1.7
0.100	3.40	40.0	-0.3
0.100	6.12	39.3	-
平均		40.3	

上表很清晰地表明，氟化鉀的濃度在  $1-6$  克分子/立升的變動範圍內，鉍波的高度與氟化鉀的濃度並無什麼關係。

在  $3N$  氟化鉀溶液中，鉍的濃度與還原擴散電流之間的嚴格比例，可以保持到鉍的濃度在  $50$  毫升中等於  $10$  毫克以下，這種情形對於我們來說礦石中的鉍最好是佔  $1\%$ 。

在  $10^{\circ}-40^{\circ}$  的範圍內來研究溫度對鉍極譜波的高度的影響時，可以計算出一價的鉍離子在氟化物底液中還原擴散電流的平均溫度係數。

$$\alpha = \frac{1}{n \cdot 20} \cdot \frac{\Delta h \cdot 10}{\Delta t} = 1.46\%$$

該數值比用氟化鉀溶液所測得的溫度係數 ( $1.30\%$ ) 稍高一點。

為了鑑別鉍的伴生元素的影響，我們用人工混合物進行了試驗。

鐵對鉍極譜波的有害影響只能表現在鉍被氟化鐵沉澱後的包藏上。表 2 中所載為鉍波的高度與原溶液中鐵含量的關係。從該表中可以看出，在 pH=9 的情況下用氟化物

沉澱鐵試樣中，鐵的含量自 0 到 400 毫克時，對鉍波的高度沒有任何影響，此鉍波的高度在任何情況下都是不變。

鐵對鉍極譜的影響

100 毫升溶液含 2.0 毫克鉍，30 毫升 30% 的氫化鉀，4.0 克硫化鈉和鐵：溶液的 pH 9.0—9.7, t = 18°, s = 1/2

表 2

鉍的濃度 (毫克/毫升)	鐵的濃度 (毫克)	極譜波的高度 (毫米)	絕對誤差 (毫米)
0.020	0.0	25.2	+0.1
0.020	27.6	24.9	-0.2
0.020	82.8	24.3	-0.8
0.020	138.0	25.0	+0.1
0.020	276.0	25.7	+0.6
0.020	414.0	25.3	+0.2
平均		25.1	—

鋁 加入溶液中的鋁，其試樣含量在 50 毫克以下時，用氫化物沉澱以後對鉍波的高度就沒有什麼影響了。

鉛 衆所周知，在氫化鉍底液中被沉澱成爲氫化鉛的鉛，對銅、鋅和錫的極譜測定是沒有影響的。根據我們的試驗，在 10 毫升溶液中有 20 毫克鉛存在時會降低鉍波高度 20—25%。

用氫化物底液所做的試驗，鉛並沒有存在上述那樣的影響。顯然，氫化鉛的沉澱對鉍是沒有什麼包藏作用的。

砷、錒、錳、鋅、鎳和鈷 這些元素在氫化物底液中同樣也是不影響鉍的極譜測定的。

鎳 在氫化物底液中，鎳形成很顯明的波，其半波電位比鉍的半波電位負 0.24 伏特。在這情況下，當鎳的含量與鉍的含量可以相互比擬時，鎳對鉍測定的準確性是沒有影響的。在鎳含量很多的情況下，鉍波的終點與鎳波的起點合併，這時鉍的測定就有困難了。

錫 新配製的錫溶液生成很顯明的雙重波，該雙重波完全把鉍波給掩蓋起來了。

銅 在氫化物底液中甚至只有少量的銅，銅對鉍溶液就會生成很顯明的雙重波，佔百分之幾伏特的該波的第二波階是發生在鉍波之前，當銅和鉍同時存在時，在極譜圖上就會顯出總波。

從以上論述中可得出以下結論：在所試驗過的元素中可以說只有銅、錫和大量的鎳對鉍極譜測定會產生有害的影響。

錫的有害影響很容易在分解樣品時消除，用硝酸很容易將錫轉移成不溶解的形式。

不管銅的含量多寡，在測定時銅總是與鉍生成總波量並會產生誤差較大的結果。鉍的快速測定法（不專先把銅分離）只是在沒有銅存在的情況下才能進行，這一點還必須在不同的情況下用定性試驗來加以驗證。從極譜分析後所殘留下來的溶液中用三氯甲烷提取銅的硫氰吡啶絡合物的方法取

得了完全令人滿意的結果。如果礦石中有銅存在時，應予先將銅分離。按照下列的分析步驟很容易將銅分離成實際上並不溶解的硫氰吡啶絡合物。

在分離混合的氧化鐵以及用重量法測定鉍時，用氫化鉀是很合適的。按照一般的重量法分析步驟是用氫化鉀來結合鐵。在硫氰化物的介質中，用硫化鈉將鉍沉澱爲硫化物。經過分離沉澱後將其溶解於硝酸中，然後再用鉍酸鹽在強鹼介質中來沉澱鉍。

經我們試驗證明用氫化鉀代替氫化鉀是很成功的。在這情況下，不分離不溶解的殘渣，像極譜測定一樣用氫化鉀處理弱酸試樣。把不溶解的殘渣和氫化鐵進行過濾，並在弱鹼溶液中用硫化鈉沉澱鉍。此時，殘留在溶液中的少量鐵就能用氫化物把它穩固地結合起來，經過 1—2 晝夜後硫化鐵才會沉澱，它並不干擾鉍的沉澱。

經試驗證明，試樣中含鋅時也可以用硫化物沉澱成硫化鋅，在此種情況下硫化鋅對於爲量很少的鉍可作爲很好的聚集劑。鋅的存在對鉍酸鉍的重量法測定並無干擾作用。

根據吉列布蘭法和列傑的意見，含鉍礦石的分解須用濃硫酸進行處理。這樣處理時間較長並對直接的極譜測定是不合適的，這是因爲當進行殘留硫酸的中和作用，出現很多鹽所致，而這些鹽則不容易轉入 50 毫升的量瓶中。

在進行分析過程中，我們改變了分解試樣的方法，用硝酸代替硫酸，然後再用鹽酸來代替。用濃鹽酸將試樣蒸乾 2—3 次以除去殘餘的硝酸。用此方法可以得到含鹽最少的試液。

關於所有的鉍是否能完全轉入溶液中的問題可以根據下列情況來判斷，將不溶解的殘渣分離後，用氫酸分解之。在殘渣中不能有一點鉍存在，即用最大靈敏度的電流計在 5 毫升容積中進行測定的話，也不可能發現有鉍存在。這時就可認爲全部鉍已轉入溶液中了。只有在分析砷酸鹽礦石時，留在不溶解殘渣中的鉍才相當於 0.001%。

根據我們所作過的初步試驗結果，可以提出以下三種礦石中鉍的極譜分析方法。

不含銅的岩石中大量鉍(0.1--0.01%)的快速極譜測定法

必需試劑:

1. 硝酸 比重 1.4
2. 鹽酸 比重 1.19
3. 稀鹽酸 (1:10)
4. 25% 的氨溶液
5. 30% 的氫化鉀溶液。400 克氫化鉀溶解於 200—300 毫升水中，加熱至沸，並趁熱過濾。爲了玻璃免受腐蝕，將溶液用氨水中和，用中陽紅做指示劑直到淡玫瑰色爲止，然後再加一公升水。
6. 含鉍 0.001 克/毫升的標準鉍的溶液。
7. 結晶硫化鈉。
8. 甲酚紅或酚酞溶液。0.025 克指示劑溶解於 25 毫升的含水 50% 的酒精中

鈾的重量測定法 (%)	鈾的極譜測定法 (%)	誤 差
0.158	0.160	+0.002
0.360	0.390	+0.030
0.659	0.640	-0.019
0.161	0.160	-0.001
0.358	0.370	+0.012
0.334	0.310	-0.024
	平均誤差	0.015

9. 硫氰化鉀飽和溶液。
10. 蒸餾過的吡啶。
11. 三氯甲烷或四氯化碳 (蒸餾過的)
12. 強雙氧水, 30% 的過氧化氫。

### 分析步驟

稱樣 1.0 克, 放入 300—400 毫升的耐熱廣口圓錐燒瓶中, 用 1—2 毫升水潤濕, 往燒瓶中再加比重為 1.4 的硝酸 10 毫升來進行試驗。在氧化氮停止析出以後, 取下表面皿, 用 2—3 毫升熱水沖洗之, 加 10 毫升比重為 1.19 的鹽酸, 並在沙浴上加熱至到完全乾燥為止。然後再將試樣用 5 毫升鹽酸處理兩次, 直至完全除去硝酸為止。

加完鹽酸以後在水浴上將樣品蒸乾。將乾燥的殘渣用 1—2 毫升鹽酸處理, 用 2—3 毫升稀鹽酸 (1:10) 洗滌燒杯壁和表面皿, 並加熱至鹽溶解時為止。向冷試樣中加 20—25 毫升 30% 的羧化鉀, 加 0.5—0.7 克左右的硫化鈉, 2 滴指示劑, 幾滴 25% 的氨水, 到溶液呈淡玫瑰色為止, 並很好地攪拌之。

如果在加羧化鉀時析出的沉澱是火紅色, 則應該再加一些硫化鈉以便還原鈾; 如果在加羧化鉀時其顏色不變, 則用幾滴鹽酸將溶液酸化並重新再加幾毫升羧化鉀。

將試液與不溶解的以及析出的沉澱一塊倒入 50 毫升的容量瓶中, 在不斷攪拌下用很少量的水洗滌 2—3 次, 並到一定的刻度為止。澄清被攪拌好的溶液, 將透明的溶液注入小燒杯或試管中, 以便進行極譜分析。

在電壓為 0.3 到 0.7 伏特的範圍內, 利用滴汞電極和飽和甘汞電極, 按二目視讀數法來測量極譜波的高度。

鈾的百分比是在羧化物底液中, 每個試樣都含 200—300 毫克鈾的情況下, 根據鈾的標準溶液極譜分析所製訂的分度曲線表來進行測定的。

極譜分析之後, 取 3—5 毫升羧化物試液倒入試管中, 並用 2—3 滴鹽酸使其酸化, 加 1—2 滴雙氧水以便氧化硫及一價的銅。在製得的試液中再加 5 滴吡啶, 2—3 滴硫氰化鉀溶液和 0.5—1.0 毫升三氯甲烷並很好地攪拌之。如試液中有銅存在時, 三氯甲烷層由於銅的硫氰吡啶絡合物作用而顯黃綠色或綠色。

將三氯甲烷層的颜色與空白試驗溶液的颜色加以相互比較。

用這個方法在與毫升試液中可以檢定  $5-8 \cdot 10^{-5}$  克的銅, 當稱樣為 1 克時相當其含量的 0.01%。

當三氯甲烷層呈特別鮮艷的綠色時, 標誌着含有大量的銅, 此時鈾的快速極譜測定就不能進行了。

如表 3 中所得出的結果一樣, 極譜分析的結果與重量法分析的結果相吻合, 平均誤差在 0.015% 左右。

為了對極譜法做出評價, 在分析含鈾量很低 (0.1—0.01%) 的試樣時, 我們利用了光譜定量分析法, 該方法在極譜法出現以前曾為礦石中鈾的唯一快速測定法。

鈾的極譜測定法和光譜測定法都很合適, 其平均誤差在 0.007% 左右, 這就表明了在工作分析時可以應用極譜法。

平行試樣間的平均誤差 (沒有去考慮方法的可能系統誤差) 證明:

1) 當鈾的含量大於 0.1% 時, 其平均誤差等於 0.008%, 即比鈾的平均含量小 4% 左右。

2) 當鈾的含量在 0.1—0.01% 的範圍內時, 平均誤差等於 0.005%, 或等於鈾的平均含量的 5% 左右。

3) 當鈾的含量少於 0.01% 時其平均誤差等於 0.004% 或等於鈾的平均含量的 40—50% 左右。

因此不含銅的礦石中, 鈾的快速極譜測定只能用來分析含鈾量大於 0.01% 的礦石。

當鈾的含量小於 0.01% 時, 必須改變試樣的製備方法, 以便在最後的溶液中蓄有足夠的鈾的濃度來進行極譜測定。

為此可以將從試樣中用羧化鉀沉澱後所製得的濾液, 濃縮至很少的容積。但是這個方法是不好的, 因為在縮小容積時, 已經有 30—50% 的鹽類在溶液中開始沉澱了。

從形成難溶化合物的沉澱溶液中來定量分離鈾, 分離後其溶液為量很少, 這是用極譜法分析鈾的另一種濃縮方法。

為了沉澱一價的鈾, 已知的就有好幾種試劑。最好的試劑為乙硫醇酰氨基基素 (Тионалд)①。根據別爾格和法連科姆夫的意見, 可以在 5% 的氟化物介質中用乙硫醇酰氨基基素進行鈾的沉澱, 但此時無論是干擾重量法測定鈾或比色法測定鈾的每一種元素都還保留在溶液中。想必用乙硫醇酰氨基基素沉澱鈾可以用羧化物溶液來進行。由於乙硫醇酰氨基基素非常缺少, 同時又必須用 5% 的溶液, 加之此試劑的溶液很不穩定, 因此我們不採用此種試劑。

硫化鈉是沉澱鈾最容易得到的試劑。衆所周知, 硫化鈉的溶解度很小 ( $2 \cdot 10^{-3}$  克分子/立升) 能保證鈾在弱鹼溶液中完全沉澱。硫化鈉為一組試劑, 對用極譜測定鈾的情況下, 與其說是一種很好的試劑, 不如說是一種不適用的試劑。因為硫化鈉可以將硫化鈾及其他一些能起附聚劑作用的硫化物一起沉澱下來。

在沉澱鉍時，一般都是用硫化鉍來作附聚劑，在這種情況下不採用鉍，因為它被氫化物給沉澱。在其他的元素中硫化鉍要算是最方便的附聚劑了，在弱鹼介質中用硫化鉍沉澱鉍時硫化鉍生成容量很大的沉澱，此沉澱當溫度在 50—60° 時能很好地凝聚起來。大家都知道，硫化鉍的沉澱可以促進少量硫化銅硫化錳分離，這在極譜分析的實際工作中早已採用。

我們用人造混合物所進行的試驗證明了選擇此種方法的合理性。

### 不含銅的礦石中少量鉍 (<0.01%) 的極譜測定

#### 補充試劑

13. 氫化鉀，10% 的溶液。30 毫升 30% 的氫化鉀用蒸餾水稀釋至 100 毫升。

14. 含金屬鉍 5 毫克/毫升的氫化鉍溶液。

15. 硫化鉍，10% 溶液。10—12 克硫化鉍溶解於 20—25 毫升蒸餾水中，過濾，用水稀釋至 100 毫升。

16. 洗滌液。取 10 毫升硫化鉍和 10 毫升 30% 氫化鉀用蒸餾水稀釋至 500 毫升。

#### 分析步驟

稱取試樣 1.0—2.0 克，放入耐熱廣口圓錐燒瓶中，用 1—2 毫升水潤濕並加 10 毫升硝酸。為清除硝酸再加 10 毫升鹽酸然後開始在沙浴上蒸發至精漿狀再在水浴上蒸發至乾。用鹽酸重複處理三次，每次都應蒸發至乾。冷卻後加 2—3 毫升鹽酸，用 2—3 毫升稀鹽酸 (1:10) 洗滌表皿及燒瓶壁，加熱至鹽類溶解時為止。冷卻後向燒杯中加 20—25 毫升 30% 的氫化鉀，0.2—0.3 克硫化鉍，2 滴指示劑並加氨水至淡玫瑰色為止。

如果加氫化鉀時析出的沉澱是淡火紅色，還必須加硫化鉍，以便還原鉍，如果顏色仍不改變，那麼用幾滴鹽酸將溶液酸化，然後再加幾毫升氫化鉀。

溶液用白帶濾紙過濾於 100—150 毫升的燒杯中。用 10% 的氫化鉀溶液洗滌沉澱 3—4 次；此時濾液的容積不能超過 40—50 毫升。

加 1 毫升氫化鉍溶液於濾液中，攪拌後用 4—5 毫升 10% 的硫化鉍沉澱硫化物。仔細攪拌後，為了凝聚沉澱，將溶液在未沸的水浴上放置 15—20 分鐘。用紅帶濾紙過濾沉澱，用洗滌液洗滌 2—3 次。

在濾紙上用幾滴熱稀硝酸 (2:1) 溶解沉澱，並用熱水洗滌之。在水浴上將硝酸溶液蒸發至乾。

冷卻後將殘渣溶解於幾滴稀鹽酸 (1:1) 中，逐漸加熱直至鹽類溶解為止；澄清後，從燒杯內加 3 毫升 30% 的氫化鉀，約 0.05 克硫化鉍，一滴指示劑和幾滴氨水直至呈玫瑰色為止。將溶液用 1—2 毫升水沖入帶有刻度的試管中，以備在作極譜分析時一般不使溶液的容積超過 5—7 毫升。記錄溶液的

容積標準刻度為 0.05 毫升。

經過仔細地攪和後，將溶液澄清並在電壓為 0.3 至 0.7 伏特時，用滴汞電極和飽和甘汞電極按二目視讀數法進行極譜法進行極譜分析。在不含銅的情況下，鉍的含量是在每個試樣都含有 1—2 毫克鉍的情況下所進行的鉍的標準溶液的極譜試驗的基礎上製訂的分度曲線表來進行測定的。

人造混合物中鉍的測定結果載於表 4 內。

酸分解前具有鉍礦染的脈石中的鉍的測定結果載於表 5。

從表 4 和表 5 可以看出所得到的鉍含量之間的相互吻合完全令人滿意。因此所提出的鉍極譜測定法，其靈敏度可提高到千分之一。

人造混合物中一些鉍的測定

表 4

1.0 克 鉍所佔的 (%)	所得到的鉍 (%)	差值 (%)
0.005	0.0049	+0.0005
0.005	0.0061	
0.010	0.0099	+0.0006
0.010	0.0114	
0.020	0.0204	+0.0003
0.020	0.0204	
0.020	0.0192	
0.020	0.0211	

具有少量鉍的脈石的分析

表 5

具有 1 克鉍所佔的 (%)	所得到的鉍 (%)	差值 (%)
0.005	0.0050	0.0000
0.005	0.0046	
0.005	0.0051	
0.005	0.0053	
0.010	0.0107	0.0009
0.010	0.0109	
0.010	0.0109	
0.010	0.0114	0.0001
0.020	0.0208	
0.020	0.0195	
0.020	0.0195	
0.020	0.0199	

### 含銅礦石中鉍的極譜測定

上述情況說明了除鐵以外尚有應當預先分離的銅是干擾鉍極譜測定的主要元素。

根據分析程序，硫氰吡啶法是分離銅的最好的方法。

當然，不是有鉍鹽時，在中和或含吡啶的弱鹼性介質

中，用呈硫脲吡啶絡合物的氫化鉀也能沉澱銅。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。用鹽酸重復處理 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% 的氫化鉀溶液，3 毫升吡啶和 1 毫升飽和的硫脲氫化鉀溶液。用濾紙（白帶）過濾澄清的沉澱並用含有 3% 的氫化鉀，0.2% 的氫化鉀，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 滴飽和的氫化鉀溶液。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% 的氫化鉀溶液配成，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% 的氫化鉀溶液，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) IIR3 表示測量鉍和 H 承電極電位的符號



(3) 過濾可以過濾個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 160 和 163 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

· 殷德堯 ·

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  $800^{\circ}\text{C}$  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。

