

化驗分析工作的技術成就

冶金部地質研究所化驗室 段兆慶

中國人民取得全國勝利已經十年了，全國人民的社會主義覺悟空前提高，特別從1957年整風運動以來，出現了工農業生產建設、文化教育科學以及一切事業的全面大躍進的形勢。

在舊中國由於帝國主義對我國地下資源的掠奪，統治階級不重視國民經濟的發展，礦石分析的队伍，沒有能夠建立起來。在那些年代里，不僅沒有強大的生產化驗室，就是研究分析化學的試驗室和研究人員也是寥寥無幾，而且儀器設備也比較簡陋，在解放後短短十年中，一支強大的礦石分析力量已經培養出來。

值此我全國人民慶祝偉大建國十周年的極有意義的日子里，我以極興奮的心情將冶金部地質研究所在礦石分析方面所取得的成績介紹一下。

我所成立後化驗室所致力解決的是礦石分析方面具體問題的研究，三年前着重有色金屬和黑色金屬等礦石分析工作，而最近一年來着重解決礦石中稀有及分散元素分析方法的研究，雖然我們在這方面沒有什麼基礎，但由於黨對科學技術的絕對領導，在總路線光輝照耀下，樹立了敢想敢干、破除迷信的共產主義風格，在科學研究工作中大搞群眾運動和批判了資產階級研究思想和研究方法的結果以及學習了國內外的先進經驗，特別是蘇聯的先進經驗，因此在礦石分析方法的研究工作上在短短的幾年中獲得了很大成績，現分述在下面。

一、化學分析方面

有色金屬和黑色金屬礦石中一般元素有很多較成熟的分析方法，因此在這方面進行的工作較少，我們着重在稀有元素分析方法的研究和改進，現已制定了銣、銻、鉍、鉍、鉍、鉍、鉍、鉍、鉍、鉍、鉍、鉍、鉍、鉍、鉍、鉍等分析方法，並改進了一些物相分析和矽酸岩分析的方法，現將主要成績概括如下：

① 成功地應用了紙上色層分離法測定礦石中鉍、鉍、鉍、鉍、鉍、鉍、鉍、鉍、鉍、鉍、鉍、鉍、鉍、鉍、鉍、鉍等，解決了沒有特殊設備的化驗室對這些難以分離的元素的測定困難，而且與光譜結果符合，在測定銣銻時，系將銣銻進行紙上色層分離後，

使其成 $\text{Rb}_2\text{PbCu}(\text{NO}_3)_6$ 和 $\text{Cs}_2\text{PbCu}(\text{NO}_3)_6$ ，然後比色測定其中亞硝酸根，間接得知銣銻含量，方法可以分析0.1—1%的氧化銣和氧化銻。

最近我們已較廣泛的應用紙上色層分離法，為了測定礦石或礦物中微量銣，並分離大量鉍和其他雜質，我們試取多量試液（一毫升）於約19公分寬的方形紙條上的一端使成帶狀，作上升法一次展開（一般紙色層法作單相展開時，系取0.01—0.001毫升溶液，置於2—3厘米寬的紙條上），然後以比色法測定銣，得到很好效果（生產考驗），此外為了使大量雜質分離好，也試用了以寬紙條在同一溶劑中作同相二次展開（一般二次展開系在一次展開後將紙條再轉動90°，並於另一不同溶劑中作第二次展開，使難以分離的分離好），效果也很好。

② 國內外都廣泛的利用有機試劑和利用有機溶劑萃取金屬元素，有機或無機絡合物比色測定稀有元素，我們也利用這類方法，結合礦樣性質改進和制定了一些快速法，如我們測定銣時，先在5%鹽酸介質中直接用銅銣試劑——三氯甲烷萃取以分離鉍及其他雜質後，再用磷酸三丁酯萃取銣，以茜素磺酸鈉比色測定銣，這樣就較Eberle等所制定的方法大為簡便，而且省去了以鉍作載體沉淀銣的步驟；此外我們也發現鉍在酒石酸——氫氟酸介質中以苯萃取鉍與結晶紫所形成的有色絡合物較在草酸鉍——氫氟酸介質中萃取俱有更大的消光值，因而測定的靈敏度可以提高。

③ 各種絡合劑在化學分析中正被廣泛的當作滴定劑和掩蔽劑，我們制定了礦樣以氟硼酸鈉熔融；以氫三乙醇、檸檬酸掩蔽干擾元素再用橡黃素比色測定銣的快速法，和利用特里隆B測定天青石中銣的方法。

④ 各種分析方法配合使用，可以解決分析中很多問題，如矽酸岩全分析由於火焰光度法、極譜法、化學法的互相配合使用，使分析周期較經典方法大為縮短；如引用了異戊醇萃取銣的硫氰化物後，再以特里隆B容量法完成銣的測定，可以解決含高量銣時，以黃血鹽容量法測定的困難。

⑤ 物相分析方面，我們改用含鹽酸的双氧水代

替氯化鈉——氯化鐵溶液作為方鉛礦與鉛鐵礬的分离溶劑，不但可以避免引入大量鹽類，而且可以使分离時間大為縮短。此外我們將鋅礦先經焙燒後，用硫化鈉處理，將鋅的氧化物轉化成硫化物，再以醋酸處理，測矽鋅礦和異極礦，而從鋅氧化物總量中以差減法可得紅鋅礦菱鋅礦的含量，其他如對孔雀石矽孔雀石的分离方法也進行了研究。

二、極譜分析方面

極譜分析已經很廣泛的應用到有色金屬礦石分析中，特別是銅鉛鋅鎳已有較成熟的方法，日常分析中我們也在應用。此外我們也根據礦石性質制定了鋁、鎳、錫、鉍、錫、鉍、鉍、鎢、鈾、銻、鎢、鎢的分析方法，並試驗了少數元素在個別溶液中的極譜性能，取得以下成績：

① 擴大了某些元素的極譜法測定範圍；並使方法更簡易快速，如我們所制定的輝鉍礦中銻的極譜測定法，當銻量為 $2.15 \times 10^{-7} \sim 8.6 \times 10^{-5}$ 克分子濃度時，擴散電流和濃度成比例，當測定10微克銻時，溶液中有500倍鉍離子，50倍鋁、鉍(V)、砷(V)、錫(IV)等無影響，而且分析過程簡單，礦樣經半熔法分解後，不需要再經蒸餾法，有機溶劑萃取法，色層離子交換，有機共沉淀等特殊分离手續，加入需要的底液即可測定。

我們也制定了礦石中元素含量較高時的極譜分析法，如礦石中高含量鎢的測定，相對誤差為2—5%。

② 我們將半微量法應用於極譜分析中效果甚好，稱樣僅取0.05—0.1克，繪圖時溶液體積為5—10毫升，此種方法經過大批生產考驗，證明準確度並不低於常量法，而且因為省去一些溶液轉移操作，減少了無謂的損失，且試劑用量僅為常量法的十分之一，這在目前試劑供不應求的情況下，有着很大的現實意義，毫無疑問半微量極譜分析法是符合好快多省的原則。

③ 同一底液同時測定幾種元素也收到很好效果，如我們所制定的鎢鉍及錫鉍，分別在同一底液中同時測定兩種元素的方法。鎢鉍同時測定時，鎢含量高於0.005%，鉍含量在0.01—4%間可得滿意結果；且在50毫升溶液中含鎢1毫克時，鉍高於鎢25倍仍能同時測定。

三、光譜分析方面

如所周知，光譜分析不僅是礦樣成份鑑定的又快

又好又省的方法，而且在制定礦石化學分析方法時，對分离是否完全，沉淀是否純淨和進行大批礦樣分析前進行光譜定性檢查淘汰空白礦樣，也有着不小的作用。此外對用化學法難分离測定的元素如鉛、鋁、鉍、錫；錫、鉍；稀土元素等的測定也有較大的優越性，我們已開始成功地發揮它的作用。

首先改進了光譜定性工作，過去我們在定性分析時，僅以每一元素的靈敏綫黑度的程度，予以估計，以大、中、小、微、痕等表示，但因各元素最靈敏綫的靈敏度不同，此種表示法，量的概念是不清的，而且估計的結果有時會錯的很大，為此進行了以配制的標準試樣（元素量分別為10%，1%，0.1%……0.001%）攝譜，然後適當選擇元素每一含量所出現的不易被干擾的譜綫作為確定分析含量範圍的譜綫，這樣分析結果就可以在一個範圍內如0.001—0.01%……等。

其次，我們也制定了二十幾種元素的光譜半定量分析法。

第三，光譜定量分析方法的 research，我們進行了大量的工作，現已制定出礦石中鉍、鉍、錫、鎢、錫、鎢、汞、鈦、鈦、鈦、鉍、鉍、鎢、鎢、鎢及十五種稀土元素的定量分析方法。

應該指出的是：

① 我們的經驗證明，有些元素可以用同一內標元素在統一曝光的時間內，同時測定這些元素的含量，如我們所擬制的“鎢礦中同時測定鎢、錫、鉍的光譜定量分析方法”就是一個例子。

② 光譜法測定礦石中高含量的元素，可以認為仍然是好省的方法，如我們所擬定的方法中，鉍鉍含量高達10%，鎢含量高達60%，其單次測定的或然誤差為5.2—8.5%。

③ 把試料不斷撒入電弧中去的撒料法是提高靈敏度並能消除分餾效應的快速法，我們曾作過將撒料法應用於光譜半定量分析的試驗和增量法測定微量鎢、鎢、鎢。

④ 用增量法測定基體中所含微量欲測元素，可以解決制定低含量元素分析方法時，不能找到純淨的空白礦樣作為基體配制標準試樣的困難。

⑤ 在光譜分析中引用計算板，就可以扣除背景，而在制定分析方法時可以不考慮背景，因而使分析範圍的低濃度界限達到更低，擴大了分析方法的應用範圍。

（下轉第16頁）

作完成了某矿山扩建所需要的资源和资料任务及外围的找矿评价工作,而且也為祖國的地質勘探事業培育許多幹部。回憶到地區工作開展之初,指導工作的技術基礎,原不過承襲日本及英美一些資本主義國家的簡略籠統的書本教材,對於勘探工作連聽都未聽說過,因此地質勘探的施工力量,必須自行培養。但由於黨的正確領導,上級機關的支持以及蘇聯專家的耐

心培養幫助,十年來各種技術力量,非但在量上的增長,且技術水平的提高也是非常巨大的。

技術水平的提高,也表現在對地質勘探工作的正確認識上。明了其理論性,才能善於應用理論,不至於教條;明了其複雜性,才能巧於安排組織,避免顧此失彼,輕重不分;明了其關鍵所在,才能對証下藥,以收藥到病除之效。

(上接第 23 頁)

四、火焰光度分析方面

在這方面我們作的工作不多,僅制定了鋰、鉀、鈉的測定法。但由於採用苛性鉀分解礦樣和以增量法測定鋰,因而分析結果不受礦石組份複雜與否的限制,而且可不經繁雜的雜質分離手續,礦樣分解後即可測定,因而簡易快速準確。此法可測0.05—0.3%或更高含量的氧化鋰,單次測定的偶然誤差為3.5%,此法鋁、鈣、鎂、錳、鈉、鉀、銣及少量鐵等存在無影響。鉀鈉的測定,因採用加入大量鉍鹽抑制鈣輻射來消除鈣對測定鈉的影響,因而省去化學法分離鈣的手續,使測定簡易。

綜上所述,冶金部地質研究所解決礦石分析方面是取得不小成績的,但這畢竟還是萬里長征的第一步。我們意識到由於從事稀有稀散元素分析的工作時間還短,經驗不足,水平還不夠高,特別是在礦床、選礦的研究水平不斷提高的情況下,我們所製定的分析方法無論在準確、快速方面或適用的含量範圍和元素種類方面有的還不能滿足需要,為此我們就必須在1958年大躍進的基礎上不斷繼續大躍進。根據1958年的經驗,我們必須堅決貫徹黨對科學工作的絕對領導,政治掛帥,清除科學工作中的資產階級的思想影響,從社會主義建設任務出發,從實際出發,在科學研究工作中繼續貫徹群眾路線。我們既要學習前人所創造的成果和先進經驗,但也要繼續解放思想破除迷信。

我們的技術方向是制定礦物原料中元素特別是微量元素的準確快速而靈敏的測定法,為此就必須:

1. 要學習掌握和應用新的技術如放射性同位素的应用,它不僅能解決礦石中微量元素分析的具体問題,而且對制定新方法和確定最好的試驗條件都有着重要的用途,隨着我國和平利用原子能事業的發展,

可以預期在不很長的時期內,就會得到應用。

2. 鑑於礦物研究工作中,通常不能提供大量樣品作化學全分析之用,故微量化學分析工作急待開展。

3. 應用分光光度法,不僅在多數情況下,可以解決在高濃度干擾元素存在時測定微量元素的問題,而且可以測定高濃度元素,因而較通常低濃度元素比色法,而當含量高時用重量法或容量法要簡便得多,應用分光光度計如與利用有機試劑或無機絡合物作掩蔽劑結合起來,是有着廣闊的發展余地的。

4. 應致力於在同一條件,同一溶液或用同一試劑,同時測定幾種元素的方法研究工作,以便更符合好快多省的方針。

5. 各種方法互相配合使用,如不只將色層分離法、萃取法應用於比色法,也可以應用於重量法、容量法、極譜法、化學法,也可以與光譜法結合起來。

6. 現有的分析方法應不斷改進,使其逐漸達到更臻於完善可靠和應用於更多的礦種。

本刊徵求圖片

本刊徵求下列圖片:

一、反映地質勘探部門貫徹黨的社會主義建設總路線的偉大成就的圖片。

二、反映地質勘探大躍進和技術革新成果的圖片。

三、野外勘探生活的特寫。

四、地質勘探過程及某些生產環節的介紹。

五、具有特殊意義的地質現象。

來稿請附詳細說明及底片,寄冶金部地礦司“地質與勘探”編委會收。來稿一經採用即酌致薄酬。

“地質與勘探”編委會