

土法煉鐵中鐵礦石的簡易分析法

冶金部地質研究所

一、鐵礦石中二氧化矽^①的

測定方法之一

(一) 方法要點:

礦樣^②和鹽酸加熱溶解,將不溶解的部份(殘渣)過濾出來,然后把濾紙及沉淀灼燒,稱其重量,即為二氧化矽。

(二) 需要試劑:

鹽酸:比重1.19(化學純)

5%的鹽酸:取5份鹽酸(比重1.19,化學純)和95份水混合而成。

1%的動物膠:稱1克動物膠溶在100毫升的60~70°C的熱水中,如有沉淀,須過濾後再用。現用現配。

(三) 測定手續:

稱取礦樣0.5克,放在250毫升燒杯中,蓋上表面皿,加15~20毫升鹽酸(比重1.19)在火爐子或熱板上加熱溶解,等不溶解的殘渣已變白(如還有黑色顆粒,經過10~20分鐘不溶解的話,就不必再溶了),取下燒杯,冷至60°C左右,加入1%動物膠^③5毫升,用玻璃棒充分攪拌。在低溫的地方(放在50~60°C的水中)放置3~4分鐘,然後加入50毫升熱水,將蓋燒杯的表面皿及燒杯壁用水吹洗,用細密的定量濾紙過濾,以400毫升容量的燒杯接濾液。原來溶解礦樣用的燒杯中的沉淀用5%的熱鹽酸洗入漏斗中,燒杯壁再用5%鹽酸水洗液洗二次,洗滌水倒入漏斗中。過濾後,沉淀的漏斗中,用5%熱鹽酸水洗沉淀6~7次,最後用溫水洗1~2次。過濾出來的溶液可保留,用來測定鐵。過濾出來的殘渣及濾紙放入磁坩堝中,先在低溫的熱板或火爐上干燥,使濾紙灰化(燒成灰)。最後蓋上坩堝蓋(不要蓋嚴,稍留小縫)在酒精噴燈上灼燒20~30分鐘,取下冷卻後,稱

量重量,然後用毛筆把坩堝中的沉淀掃出,再稱量空坩堝的重量。

結果按下式計算:

$$\text{二氧化矽}\% = \frac{\text{甲} - \text{乙}}{\text{丙}} \times 100$$

式中:甲—坩堝及沉淀共計重量(克)

乙—空坩堝重量(克)

丙—礦樣重量(克)

註:

① 二氧化矽是不純的,其中雜有在酸中不溶解的矽酸鹽等物質,此法簡易快速,要求的準確度不高時可用此法。如果要求較高的準確度時,可採后面的方法。

② 礦樣是礦石經過粉碎磨成粉末,做化學分析用的少量的樣品,稱為礦樣。

③ 加動物膠的目的是使溶于酸的二氧化矽再沉淀出來,如果溫度高于80度的話,動物膠就不起作用了,動物膠可用甘油代替,如加甘油可煮沸在150°~170°C,不必放在60°~70°C的水中。

二、鐵礦石中二氧化矽的

測定方法之二

(難溶于酸的礦石(註)採用此法)

(一) 需要試劑:

鹽酸:比重1.19,化學純

過氧化鈉:粒狀 化學純

5%的鹽酸:5份鹽酸(比重1.19)加95份水混合而成。

1%的動物膠:1克動物膠溶于溫度為60~70°C的100毫升水中,如有沉淀須經過濾。要現用現配。

0.5%的硝酸銀:稱0.25克硝酸銀用50毫升水溶解,裝在棕色瓶中。

(二) 測定手續:

稱取0.5克礦樣于銀坩堝中或鐵坩堝中,加8~

10倍过氧化钠用玻璃棒混匀，用毛笔将附在玻璃棒上的矿样扫到坩埚中，盖上坩埚盖。在600~700°C喷灯上或炭火盆上加热熔融至亮红色，呈液状，在熔融过程中以坩埚钳子夹住坩埚摇动，使其均匀。溶好后取下冷却，把坩埚放在250毫升容量的烧杯中，加水60~80毫升，此时作用激烈，应在烧杯上盖上表皿，以防溅出。等作用停止后，用水洗净坩埚及盖，向烧杯中加入浓盐酸，中和至氢氧化物溶解，再多加10毫升，加热浓缩至溶液体积为10毫升左右，此时砷酸即沉淀析出。在60~70°C时加入1%动物胶10毫升，用玻璃棒充分搅拌，在60~70°C的水中放置3~4分钟，如加甘油，可按前面註③中的手续，加水（60~70°C）60毫升搅拌使盐类溶解，冷却。用细密的定量滤纸过滤。用5%的热盐酸洗液将沉淀洗入漏斗中，用滤纸片擦净烧杯壁，用5%盐酸吹洗热杯二次及沉淀五次，用水洗沉淀直到没有氯离子（用0.5%硝酸银检查，不出现白色沉淀）为止。以下测定手续与前面介绍的二氧化硅的测定手续相同。结果的计算方法亦相同。

（註）对难溶于酸的矿石，用此碱熔的方法较准确。此法测定的二氧化硅也不完全纯净，还夹杂少量铁、铝、钛等。但与前法比较该法可满足比较准确的要求。

三、铁矿石中铁的测定

（一）方法要点：

矿样用盐酸溶解，使成溶液后，用二氯化锡将三氯化铁还原成二氯化铁，再在硫酸磷酸的酸性溶液中加入标准重铬酸钾溶液把二氯化铁氧化成三氯化铁，依重铬酸钾的用量来计算铁的含量。

（二）需要试剂：

盐酸：比重：1.19

氯化钠：化学纯，固体。

二氯化锡溶液：称10克固体二氯化锡溶解在20毫升浓盐酸（比重1.19）中，再加水80毫升，放入棕色瓶中，再加入几粒金属锡粒防止氧化。

二氯化汞：固体二氯化汞溶解在热水中，使溶液中有固体存在以成饱和溶液。

硫酸、磷酸混合酸：15毫升硫酸（比重1.84）慢慢加到70毫升冷水中（加时要不断摇动，切勿把水加入硫酸中），放冷后再加入比重为1.70的磷酸15

毫升。

二甲胺磺酸钠：（指示剂）0.5克二甲胺磺酸钠溶解到100毫升水中。

重铬酸钾标准液：（0.08952N①）称取重铬酸钾保证试剂1.0975克（亦可简为1.098克）用水溶解后，将溶液移入250毫升容量的瓶中，加水到瓶上的刻度处，摇匀。此溶液1毫升相当0.005克铁。如有1000毫升的容量瓶更好，那样便可称4.39克重铬酸钾用水溶解，移入1000毫升容量的瓶内再加水到瓶的刻度。所得溶液1毫升也相当0.005克铁。这样一次可多配些标准液，便于以后随时取用。

（三）测定手续

称取0.5克矿样，放在300毫升烧杯中，加入盐酸15~20毫升，盖上表皿，低温加热溶解。如经加热仍有不溶黑渣时可加入少量氯化钠和5毫升盐酸继续加热至矿样全溶。趁热一滴一滴加入二氯化锡溶液②直到黄色退去再多加1滴。立即把烧杯放入冷水中冷却，然后加入10毫升二氯化汞饱和溶液，放置5分钟，加冷水使烧杯内溶液达到200毫升左右，加入硫、磷混酸25毫升。（如在前面加氯化钠时，此时应加10毫升硼酸钠饱和溶液）。加入二甲胺磺酸钠5~6滴，用重铬酸钾标准液滴定到溶液变成紫色为止③。

结果按下式计算：

$$\text{铁}\% = \frac{\text{甲} \times \text{乙}}{\text{丙}} \times 100$$

式中：甲—为滴定时所用重铬酸钾标准液的毫升数。

乙—为1毫升重铬酸钾标准液相当铁的克数。

丙—为称取矿样的克数。

註：

① “N”是代表当量浓度的符号。

② 矿样全溶后趁热滴加二氯化锡，至黄色退去后再多加1~2滴，不要加得太多，要迅速冷却。

③ 在滴定过程中有三价铬的绿色出现，不要以为为是终点，一直要滴到紫色出现才是终点。

④ 如果是连续测定不用铁坩埚熔矿样时，可将过滤二氧化硅的滤液蒸发至10~20毫升左右，滴加二氯化锡还原之，以下测定手续同上。

四、铁矿石中硫的测定

（一）方法要点：

矿样用过氧化钠熔融，在微酸性溶液中使用硫酸根

沉淀为硫酸钡，将硫酸钡过滤出来。在 600~700°C 的温度上灼烧 20~30 分钟，然后冷却，称量。根据称量计算硫的含量。

(二) 需要试剂：

过氧化钠：(粒状)

酒精

2% 的氢氧化钠：称 2 克氢氧化钠溶液，溶于 100 毫升水中。

盐酸：比重 1.19

0.1% 的甲基橙指示剂：将 0.1 克甲基橙溶于 100 毫升水中。

10% 的氯化钡溶液：将 10 克氯化钡溶于 100 毫升水中，过滤。

(三) 测定手续：

称取矿样 1~2 克于镍坩埚或铁坩埚中(硫含量高时称 1 克，硫含量低时就称 2 克)，加 8 倍于矿样的过氧化钠，用玻璃棒搅拌均匀，玻璃棒附着的矿样用毛笔扫于坩埚中，盖上坩埚盖，将坩埚放置 600~700°C 的温度上加热熔融，到坩埚中的物质变为透明亮红色时为止。然后将坩埚取下冷却，放在事先盛好 150 毫升水的 300 毫升容量的烧杯中，盖上表面皿，等作用停止后，用热水将坩埚及盖洗净(如溶液呈绿色时说明有锰存在，可加入酒精数滴来进行还原)，加热煮沸 1~2 分钟(注意崩跳)。然后用 11 厘米的中等密度滤纸过滤，滤液收集在 400 毫升容量的烧杯中，最后将沉淀都移到滤纸上，用 2% 氢氧化钠溶液洗涤 6~8 次。

在盛有滤液的 400 毫升容量的烧杯中，加甲基橙指示剂 2~3 滴，由滴管滴入盐酸，使之中和，至刚变红后，再多加 1.0 毫升，将溶液稀释到 300 毫升煮沸。然后用移液管滴加二氯化钡溶液(10%) 15 毫升，并随时搅拌，加热煮沸 1 分钟后取下，在低温处放置 2~4 小时，用 9 厘米致密滤纸过滤，用带橡皮头之玻璃棒将杯壁擦净，将沉淀全部移到滤纸上，再用温水洗到无钡离子为止(用 0.5% 硝酸钡检查不发生白色沉淀)。将滤纸及沉淀移入磁坩埚中，在 600~700°C 喷灯上灼烧 20~30 分钟取下冷却后，称其重量。然后将沉淀用毛笔扫出，再称空坩埚的重量。

结果按下式计算：

$$\text{硫}\% = \frac{(\text{甲} - \text{乙}) \times 0.1374}{\text{丙}} \times 100$$

式中：甲—坩埚和沉淀共计重量。

乙—空坩埚重量。

丙—矿样重量。

0.1374—为硫酸钡沉淀换算为硫的因数。

註：如用戥子称量时，矿石中含硫在 0.1% 以上可以较准确测定出来。含硫低于 0.1% 时，用戥子就称不出来了，而需改用容量法。我们考虑测定到 0.1% 时，已可满足土方炼铁的需要，而且采用容量法要配标准液，比较麻烦，所以不再介绍容量法。

五、铁矿石中磷的测定

(钼黄比色)

(一) 需要试剂：

过氧化钠：化学纯

硝酸：取化学纯的硝酸(比重 1.42)煮沸①冷却后使用。

作用剂：

(1) 称 10 克钼酸铵 $(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24} \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ 溶于水中，然后倒入含有 2 毫升硝酸的水中，稀至 100 毫升。

(2) 称 0.2 克钒酸铵 (NH_4VO_3) 溶于 50 毫升水中，加硝酸(1 份硝酸加 3 份水) 50 毫升。

将(1)液倒入(2)液中，搅拌，然后加入 16 毫升硝酸，保存于暗色瓶中，经数月不变，如析出沉淀则需重新配制(所用硝酸都要经过煮沸的)。

磷标准液：称取纯磷的磷酸二氢钾 (KH_2PO_4) 0.1917 克溶于水，加入 20 毫升硝酸，然后移入 1000 毫升容量瓶中，用水稀释至刻度，1 毫升 = 0.0001 克 P_2O_5 。

如无 1000 毫升容量瓶，可用 250 毫升的容量瓶，只要相应地将磷酸二氢钾除 4，即改为 0.0479 克。下面介绍的测定方法中，如要改用 250 毫升的容量瓶，均可采用这个方法，将试剂量及用水量除四即可。

(二) 测定手续：

称取矿样 0.5~1 克于磁坩埚(最好用镍坩埚)中，加入 4~8 克过氧化钠，用玻璃棒搅匀，玻璃棒上附着的矿样，用毛笔扫入坩埚中，盖上坩埚盖，然后在喷灯上熔融至呈透明为止，取下冷却，将坩埚放入 250 毫升容量的烧杯中，盖上表面皿，将 50~70 毫升水，加入坩埚中，等作用停止后，用热水洗净坩埚及盖(如溶液有绿色或紫色可加入几滴酒精)煮

沸，冷却，將溶液一起倒入 100 毫升容量瓶中，用水稀釋至刻度搖勻，用干漏斗，干濾紙過濾于干燒杯中②，用 25 毫升移液管吸取 25 毫升③（磷含量高時取 20 毫升，低時取 25 毫升），于 50 毫升比色管中，小心用硝酸中和至出現混濁，又重新溶解為止（注意不要發熱），再多加 2.5 毫升硝酸，加入 8 毫升作用劑，加水稀至 50 毫升（刻度），搖勻，2~3 分鐘後與標準級差列比較。（意即：有一個比色管不加入磷標準溶液，只加入後提到的水、硝酸、作用劑等）。

標準級差列之配制④

取一系列 50 毫升的比色管，分別從滴定管中加入 0.00、0.10、0.3、0.5、0.7、1.0、1.5、2.0...5.0 毫升磷標準溶液，然後加 20 毫升水，加 2.5 毫升硝酸，搖勻，然後加入 8 毫升作用劑，並用水稀釋至 50 毫升刻度處，混合，2~3 分鐘後進行比色。

結果按下列公式計算：

$$\text{五氧化二磷}\% = \frac{\text{甲} \times \text{乙}}{\text{丙} \times \frac{1}{4}} \times 100$$

式中：甲—每 1 毫升磷標準溶液相當五氧化二磷的克數（本方法中配制的 1 毫升含 0.0001 克五氧化二磷）

乙—進行比色時相當標準溶液的毫升數。

丙—礦樣重量 1 克。

$\frac{1}{4}$ —是由 100 毫升溶液中取出 25 毫升等於稱樣的 $\frac{1}{4}$ 。

註：①以下用的製備試劑及溶液的硝酸，都要用煮沸的硝酸。

② 此時過濾所用的漏斗、濾紙及燒杯，一定要用干的，其中如果有水結果就不準確了。

③ 如礦石中含砂太高（4%以上）或用磁坩堝溶樣要預先分離砂。即將干過濾的溶液吸取部份放于燒杯皿中，用硝酸中和（石蕊試紙變紅）多加 2 毫升後，蒸發脫水，蒸干後，再加 2 毫升硝酸蒸干一次，冷卻後加 2.5 毫升硝酸潤濕，再加 20 毫升熱水，煮沸後再用小濾紙過濾于 50 毫升比色管中。

如礦石中含鉀量超過 0.05% 時，礦樣在酸性溶液中應加入 1 克溴化鉍或溴化鉀，將溶液煮沸 3~5 分鐘，然後再倒入比色管中。

④ 標準級差是已知含量的標準液由低到高的系列級差。標準液顏色的深淺決定于標準液中含量的高低。以要測定的溶液同標準液用肉眼比較其顏色，（目視比色）。由於標準液的含量是已知的，因此，根據相同的顏色，即可求得測定溶液的含量。

需用儀器及其代用品一覽表

名 稱	規 格	可採用之代用品
磁坩堝	25 毫升	用鐵坩堝代替
銀坩堝	30 毫升	
燒 杯	250 毫升，400 毫升	
漏 斗	短頸 6 厘米	
坩堝鉗	小 的	可自制
酒精噴燈		
滴定管夾		
玻璃棒	直徑 0.5 厘米	
玻璃管	內徑 0.5 厘米	有刻度的藥瓶（藥瓶上刻有 c.c.，1 c.c. 等於 1 毫升）
量 筒	10 毫升，50 毫升	
表面皿	7 厘米，9 厘米	
牛角勺		
爐 子		鋁制的、骨制的或瓷的小勺均可
滴定管	25 毫升	火爐、炭盆等爐子代用
容量瓶	250 毫升，100 毫升	
子 秤		
比色管	50 毫升	
移液管	25 毫升，10 毫升	戥子

註：採用的代用品，我們只是舉了一些例子，在實際工作中，還可根據當地具體情況採用其他代用品。有些器具也可自己製造，如滴定管的架子、玻璃棒、蓋燒杯用的表面皿等。

為了便在沒有天平的條件下用戥子進行稱量，特將“克”與戥子的計量單位（兩、錢、厘、毫）的對比關係列在下面，以備查對（這裡所列的戥子計量單位，是按 16 兩為一斤的標準計算的，如用 10 兩為一斤的標準，尚需另行換算）。

$$31.25 \text{ 克} = 1 \text{ 兩}$$

$$3.125 \text{ 克} = 1 \text{ 錢}$$

$$0.3125 \text{ 克} = 1 \text{ 分}$$

$$0.03125 \text{ 克} = 1 \text{ 厘}$$

$$0.003125 \text{ 克} = 1 \text{ 毫}$$

$$0.005 \text{ 克} = 1 \text{ 毫 6}$$

$$0.01 \text{ 克} = 3 \text{ 毫 2}$$

$$0.02 \text{ 克} = 6 \text{ 毫 4}$$

$$0.05 \text{ 克} = 1 \text{ 厘 6}$$

$$0.1 \text{ 克} = 3 \text{ 厘 2}$$

因很少的重量在秤桿上看不出，要多秤後才能估計出來。

（下轉第 31 頁）

外壳上盖(3)等焊接而形成,而外壳又用螺钉固定在弓形板耳子上。

左端轴承架(16)是由徑向轴承为(最好錐形)(11)、墊(15)、止推轴承(20)、調正墊圈(22)及螺帽套(19)組成,且与軸承蓋(21)及墊(17)通过螺釘(18)一起固定在弓形板的左側。(32)是油毡圈。蜗輪(5)裝在被螺釘(11),固定在底座板(1)上的蜗輪軸(6)上,蜗輪底部与下墊环(13)間最好拘槽,以裝配力滾珠,減少磨損。

蜗桿与蜗輪轉速比为37/2。当蜗輪为蜗桿帶动时,固定其上的頂板(7)、導板(12)以及活动搬手便进行廻轉。此时圓形墊叉为銷釘(9)固定住,于是活动搬手便将鑽桿卸开。

此撐管机械外形規格为1010×500×400公厘。系按裝在槽鋼(鉄)所組成的机座上。廻轉方向是借电

动机綫路开关来改变。操作方法是:当上下鑽具接头到达孔口时,孔口操作人員左手持圓形墊叉,卡入鑽桿接头底部缺口处,右手持活动搬手卡入接头上部缺口处;昇降操作人員將鑽桿连同圓形墊叉、活动搬手放在机体上;回繩后,孔口操作人員搬动离合把手,活动搬手廻轉(使电动机正轉或反轉),便能(擰)卸接(續)鑽桿。此外操作中須注意:当鑽具擰接紧密及电动机发出响声时,应迅速搬开离合把手,以免擰坏絲扣或燒坏电动机;变换廻轉方向調整电动机綫路开关时,离合器一定要摘开,且上下鑽具完毕,綫路开关应置放适当位置;蜗輪及滾珠盤等須常潤滑,傳动箱溫度以60°C左右为正常,且为防止电动机受潮,应設膠皮板蓋严。

(本文系摘自“勘探通訊”第10期——編者)。

(上接第11頁)

戥子使用說明

- 0.2 克=6厘4
- 0.3 克=9厘6
- 0.5 克=1分6厘
- 0.7 克=2分2厘4
- 0.9 克=2分8厘8
- 1.0 克=3分2厘
- 1.5 克=4分8厘
- 2.0 克=6分4厘
- 2.5 克=8分
- 3.0 克=9分6厘
- 5.0 克=1錢6分
- 7.0 克=2錢2分4
- 9.0 克=2錢8分8
- 10.0 克=3錢2分

.....

(以下从略)

1. 用中藥舖所用的普通戥子就行,用第一个秤毫,看秤桿上面的星,开始一个星为一錢等于3.125克。用第二个秤毫称量时,看側面的星,第一个星为零点(即秤盤不加物时是平衡的),第二个星为一厘等于0.03125克。

2. 戥子的最大称量为一两,等于31.25克,最少称量为一厘,等于0.03125克。如果使用熟練时可秤至5毫,等于0.015625克(側面第一星与第二个星中間为5毫,此处无秤星要估計)。

3. 称量时要秤干燥的物質,不能秤帶湿的物質,因湿物質易粘在秤盤上,不易扫下。

4. 称量矿样时,最好在秤盤上放一小块玻璃紙,避免矿样与秤盤直接接触,以免弄髒秤盤。

5. 称量时先将秤毫提起,將盤在戥子砣上的垂綫移至零点,进行零点校正。

6. 調整好零点后,然后将秤錘移至所需重量刻度星上,再向盤中加入矿样,秤重至平衡。

7. 秤好后,用毛笔將矿样全部扫入器皿中。

8. 注意不要使戥子受潮,以免秤桿弯曲或秤盤生銹影响称量。