

到20ml, 振盪后放置至澄清。吸取上层清液 2 ml, 加二氯化錫 (8%) 4 ml, 硫氫化鈉 0.5ml, 異戊醇 0.5ml, 放置30分鐘, 振盪澄清后, 比色。

3. 色阶配制:

配好1000或500r/ml, 50r/ml, 10r/ml, 1r/ml, 0.1r/ml的标准液, 吸取0.1r/ml标准液 0.3ml—2ml 放入各比色管中, 配成 .02—0.2r/ml 的色阶; 吸取 1 r/ml标准液0.3—2ml 加入各比色管, 配成0.3—2r/ml的色阶; 吸取10r/ml的标准液 0.5、1、2、4 ml 放入四个比色管中, 配成 5—40r/ml的色阶, 用水稀釋到 2 ml, 按上节操作步驟比色。

4. 結果計算:

$$W\% = \frac{x/2 \times 20/5 \times 10 \times 100}{S \times 1000} = \frac{2x}{400} = .005x$$

S: 試样重量 (以毫克計) = 400 毫克

X: 比色所得色阶的 r 数, 即比色試液中錳的含量。

5. 試驗結果: (如附表)

| 样品号 | 砷溶法結果 (%) | 碲磷混酸法結果 (%) | 誤差 |
|-----|-----------|-------------|---------|
| 31 | .0025 | .0031 | + .006 |
| 82 | .01 | .0075 | - .0025 |
| 153 | .0075 | .008 | + .0012 |
| 157 | .0075 | .004 | - .0035 |
| 298 | .004 | .004 | 0 |
| 352 | .025 | .0075 | - .0175 |
| 406 | .004 | .01 | + .006 |
| 605 | .025 | .0025 | 0 |
| 660 | .0025 | .0025 | 0 |
| 698 | .004 | .004 | 0 |

四、結論

1. 分析土壤中的錳, 不論白錳、黑錳都可以用碲磷混酸法溶解。
2. 配制的色阶至少可以保持两个小时。
3. 碲磷混酸法灵敏度可达 .00015%, 精度也和砷溶法相同, 效率比砷法提高了四倍。
4. 鹽酸溶样不合适
5. 應該用異戊醇提取比色还原、不能用三氯化鈦还原。

野外化探工作中的用水問題

以前在化探工作中, 野外分析一直是使用蒸餾水。今年某些野外队經過多次的試驗証明使用天然井水也可以不会影响質量。这样就降低了成本, 同时也减少了设备及运输的困难。

試驗方法: 在工作地区化驗室周圍的水井中取井水, 用欲测定的元素既定的方法步驟进行空白試驗。比如要測定銅, 取井水 5 ml (因为所用藥品及試液中的用水量都在 5ml 左右) 放入比色管中加 4ml 4% 的焦磷酸鈉溶液, 加一滴 0.04% 的麝香草酚藍指示剂, 用 1:1 的氨水調整到藍色 (即弱鹼性) 加 4ml 四羰化鐵, 最后加入 1ml 0.2% 的二乙氨基二硫代甲酸鈉溶液, 盖上比色管盖, 猛烈振盪 2 分鐘, 看四羰化鐵中是否有二乙氨基二硫代甲酸銅的顏色出現 (帶色)。如果經過多次試驗都沒有銅的反应, 这种水就可以使用。測定其他元素也同样是按照欲测元素的既定方法步驟进行。

这种試驗最好是在踏勘設計时进行。如果在生产前的試驗中确定了这个问题, 那么生产中就可以不携带蒸餾鍋。

应注意的几个問題:

① 使用天然井水时必须与蒸餾水作比较正。但是在生产之初, 即使用蒸餾水也要进行同样的試驗。尤其是新的蒸餾鍋多是用合金焊接的, 因此往往会有一部分重金屬的离子进入水中。过去工作中有过这样的教訓, 必須引起注意。

② 在生产中使用天然井水时, 必須經常进行試驗, 特别是在大雨之后。

③ 在一般天然井水中鈣鎂离子 (特别是鈣离子) 是普遍存在的, 有时还很多, 而我們的分析方法大多是最后在弱鹼性溶液环境中显色, 在这个环境中, 鈣鎂的氫氧化物就要发生沉淀析出, 使比色溶液混濁。要消除这种影响, 可使用絡合剂, 或把天然井水煮沸, 膨化, 这样能使水中的上述离子减少。后一方法比較經濟簡單。

④ 如果不携带蒸餾鍋时, 必須预备几个燒瓶 (2000CC 的蒸餾瓶), 以便生产中一旦出了問題时, 可用它来蒸餾少量的蒸餾水, 进行試驗, 找寻发生問題的原因。

高令奇