

冷提取法測定土壤中鉛

105 勘探隊

水系銅、鉛量測量及小比例尺的銅、鉛量測量普查，近年來已發展為找礦重要手段之一。這就要求有更快速的，更簡便的化學分析方法來適應。已有的用強酸溶解的各種方法及光譜等方法，已經顯得不能充分滿足這一要求，這就要求我們開拓新的途徑。

採用冷提取代替舊有的分析方法，在於它能夠在採樣地點當場進行分析，對樣品作出初步評價。另外操作及設備也很簡單，極易掌握，給全民應用化探找礦大開方便之門，並且不用強酸，不用加熱溶解等設備，給國家節約化學試劑，降低成本，是一種多快好省的方法。

此處所述方法，是根據地質科技情報發表的理論，結合比色分析而確定的。由於水平所限，工作又較倉促，因而，只能肯定初步問題，其更深更細的方法有待今後進一步摸索改進。

(一) 二苯硫卡貝松測定鉛

一、方法原理

鉛的原生礦物經過風化（物理風化和化學風化）一部分轉變成穩定的鹽類，賦存於土壤或沖積沉積物中，形成鹽母。

金屬的無機鹽類，在常溫下借檸檬酸銨溶解，使含鉛無機鹽類分子解離，呈離子形態進入溶液，在 $\text{pH}=0.5-9.0$ 時， Pb^{++} 離子可與打沙藤生成紅色化合物，與過量打沙藤形成混色。比較顏色深淺即可確定鉛含量高低。

有機溶劑比重應比水小，與水不溶混，且為打沙藤良溶劑。這樣即可與試料、水清晰分開，便於比色。苯、乙醚、石油醚等可以滿足這幾項要求。

主要干擾元素為：鐵、錳、銅、鈣等。可利用氯化物掩蔽和調節 pH 值來消除。試料中不應有氧化劑存在，否則使打沙藤受氧化。為防止此現象需加入還原劑。

二、試劑與儀器

試劑：

①溶液A：稱取5克檸檬酸銨、1克鹽酸羥胺溶

於100毫升水中，調節溶液呈中性。加入5%氫化鉀8毫升，最後使溶液呈弱鹼（ $\text{pH}=8.5$ ），以氯仿打沙藤提純。

②貯存液：稱0.06克打沙藤溶於50ml苯與50ml乙酸混合液中（0.06%）即成。保存在茶色瓶中。

③工作液：取貯存液以苯——乙醚（按體積比1:1）稀釋至20倍（0.003%）即為工作液。

④打沙藤氯仿溶液：0.003%（提純用）

⑤氨水：濃

⑥ pH 值試驗紙：變色範圍2——10。

儀器：

①野外化驗箱：可酌情設計

②比色管：20ml

③塑料背壺：以備野外無水區用

④量取勺：0.1—0.5克。

⑤量管：5ml, 12ml。

三、操作手續：

用量取勺取0.2克土壤試料，放入比色管中，加入5ml溶液A，再加入2ml工作液，猛烈搖動10—15秒。靜止待層次分清，與仿制級差比較有機相顏色，記錄鉛之含量。

仿制級差的配制：

按照地球物理勘探1958年第五期發表的方法，利用氯化鈷、硫酸銅、鉍酸鉀配成紅、蘭、黃三種基本顏色溶液。按操作配制一套標準色階，使其含量的：0.0, 0.5, 1.0, 2.0, 2.5, 3.0, 4.0, 5.0, 6.0, 8.0, 10.0, 12.0。

利用紅蘭黃三種顏色溶液調成與標準色階一致的顏色，將比色管密封保存。

四、小結：

① pH 值對測定結果影響很大，鹼性過強使打沙藤溶於銨性水溶液中，使結果偏高。

②通過不同試料的分析，證明對原生礦物此法不生效。故純屬於機械風化地帶不能採用冷提取，應在生產前對測區試料進行試驗。

③此法僅提取試料中部分金屬，而不是總金屬含

量。故正常场与异常场仅是相对的。

④冷提取法的曲线峰值与酸溶样的曲线峰值极为符合。见附图1。

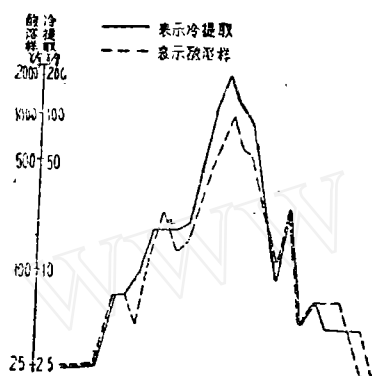


图1 冷提取与酸溶样铜量曲线对比图

⑤此法重现性很好,精度约在80%左右。见附表1。

(二) 二乙氨基二磺酸钠测定铜

一、方法原理:

土壤中的含铜无机盐,可借柠檬酸铵溶解,且能掩蔽铁锰消除其干扰。在 $\text{pH} = 9.0-9.5$ 时,铜离子与二乙氨基二磺酸钠生成黄棕色沉淀,此沉淀溶于苯—乙醚中;与试料、水清晰分开。便于观察有机相中黄色深浅,确定含量高低。

二、试剂与仪器:

试剂:

①溶液A:称5克柠檬酸铵,1克盐酸羟胺溶液于100ml水中,以浓氨水调节 $\text{PH} = 9.0$,如有干扰,

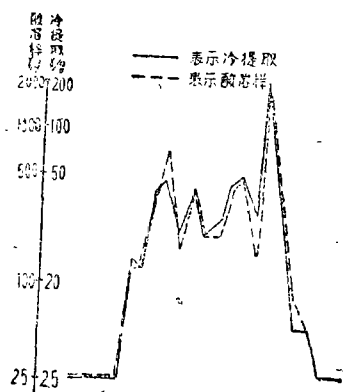


图2 冷提取与酸溶样铜量曲线对比

提纯后使用。②铜试剂(二乙氨基二磺酸钠):0.2%③苯—乙醚:按体积比1:1。④氨水:浓。

⑤PH值试验纸:变色范围4—10

仪器:同铅。

三、操作手续:

用量取与取0.2克试料,加5ml溶液A,加0.5ml铜试剂,再加2ml苯—乙醚混合液。猛烈摇动30—40秒。静置待层次分清,与仿制级差比色,记录铜之含量。

仿制级差配制法参照铅。各色阶含量为:0.0,0.25,1.0,1.5,2.5,3.0,4.0,5.0,8.0,10.0,15.0,20.0,25.0,30.0,40.0,50.0,60.0

四、小结:

①此法比测定铅更易掌握,颜色稳定、级差明显。

②从附图2可看出冷提取法与酸加热溶解样品结果剖面曲线极吻合。

③从附表2可以肯定重显度足以达到化探要求。

④有机溶剂的回收方法有待研究

冷提取法测定铅重复分析对比 附表1

试料	C_1 (τ)	C_2 (τ)	$\frac{C_2 - C_1}{C_2 + C_1} \times 100\%$
1	40.0	64.0	23.07
3	32.0	32.0	0
5	256.0	261.0	1.73
7	2.5	2.5	0
9	1.0	1.0	0
12	2.0	3.0	20.0
14	0.5	0.5	0
16	<0.5	0.5	0
18	<0.5	0.5	0
22	0.5	0.5	0

冷提取法测定铜重复分析对比 附表2

试料	C_1 (τ)	C_2 (τ)	$\frac{C_2 - C_1}{C_2 + C_1} \times 100\%$
81	1.0	1.0	0
93	2.5	2.0	-11.11
02	1.5	1.5	0
11	0.5	0.5	0
17	0.5	0.5	0
26	0.5	0.5	0
33	10.0	10.0	0
35	7.5	6.0	-3.7
36	4.0	4.0	0
37	5.0	5.0	0