

以机械分散量形式存在的原故。而銅則由于銅元素在残积坡积层中有两种形式存在,一种形式是被腐植質或粘土細粒所吸付而富集在表生带的最上层;另一种形式是被淋濾流失而富集于表生带的下层,因此銅元素的活动沒有一定的规律性。

元 素 名 称	剖面号	剖面上总金屬 含量M/米%	矿化程度米%	附 注
Pb	A	75.040	4.36	矿 体
	B	53.482	3.54	矿 体
	C	3.450	1.004	破 碎 带
	D	1.543	0.982	断 裂 带
Cu	A ₁	4.152	3.15	矿 体
	B ₁	11.401	0.90	破 碎 带
	C ₁	13.040	1.02	砂卡岩化蚀变带
	D ₁	8.941	0.84	砂卡岩化蚀变带

五、結 語

我們認為在本区普查找矿工作中,金屬測量方法起了决定性的作用。同时認為在这种多金屬矿区进行金屬測量工作时,选择多种指示元素同时进行測量是有很大好处的。例如本区異常多样化,如果采用单一指示元素就有可能把其他单独元素的分散量漏掉(如上述第三类異常)。

在本区普查找矿工作中,由于作到了地質、物探、化探三結合,因此也比較快速的对本区作出了初步的远景评价,确定了下一步的勘探方針。

本文所談的几个探討性的問題,乃是根据在本区一部分試驗工作的結果加以介紹,只是作为問題提出,不能算作成熟的經驗。希望今后在工作中进一步来証实。

鉛 的 斑 点 分 析 法

高令奇

为了按照多快好省的方針去革新鉛的分析方法,降低成本和設備,提高工作效率及地質效果,我們把鉛的比色法改成了斑点分析法。本方法經实验証明,可以推广使用。特別是在野外的大量生产中,斑点法較鉛的比色法具有多快好省的突出优点。鉛的比色法和斑点法比較如表1。

表 1

比較項目	比 色 法	斑 点 法	備 注
灵敏度	0.0025%	0.001%	
測定范围	0.0025~0.05%	0.001~0.15%	
精確度	±30%	±20%	
药品提純	需要提純	不需提純	
药品消耗比例	10	1	粗略估計
效率 样品/人日	>500	500	

一、方法的原理及操作步驟

(一) 方法的原理

本方法是将土壤(岩石)样品中的鉛化合物以硝酸溶解,使之生成 $Pb(NO_3)_2$ 的水溶性盐类,並在水溶液中解离成 Pb^{++} 离子。然后使离子 Pb^{++} 在氨性溶液中($pH=8.5\sim 11$),並有盐酸羥胺、柠檬酸盐和氰化物的存在下与二苯硫卡貝松在点滴板上預先生成

朱紅色沉淀,並將沉淀連同溶液一起移入斑点仪中,試液过滤后,在斑点仪所控制的一定面积的濾紙上就出现了二苯硫卡貝松鉛的朱紅色沉淀斑点。使此斑点干后与标准斑点色阶进行比較,确定土壤(岩石)中鉛的含量。

(二) 操作步驟

試剂

1:3 硝酸 1分浓硝酸与3分水混合
甲种混合液 25%的盐酸羥胺水溶液与25%的柠檬酸钠水溶液 1:1 混合
乙种混合液 浓氨水与20%的氰化鉀水溶液按 2:1 混合
0.5%的二苯硫卡貝松三氯甲烷溶液
标准鉛試剂 $Pb(Ac)_2 \cdot 3H_2O$ GR 或 AR
冰醋酸 CP 或 AR

操作步驟:

用量取与量取土壤(岩石)样品 0.5 克,置于 20 ml 尖底溶解管内,加 1:3 硝酸 3~4 ml,在炭火爐上加熱煮沸 10~15 分鐘,取下放冷,用不含鉛的水稀釋到 5 ml,振盪使其澄清。然后用 0.5 ml 的移液管吸取上层清液 0.2 ml,放入白瓷点滴板的坑內,加入 2 滴甲种混合液,搅拌后再加入 3 滴乙种混合液並

搅拌。(此时试液 $\text{pH}=9.5\sim 11$)加入1滴0.5%的二苯硫卡贝松的三氯甲烷溶液,边搅边吹,使三氯甲烷在几秒钟之内就可以完全挥发掉。此时二苯硫卡贝松铅的朱红色沉淀形成。用移液管将试液连同沉淀一起移入已压好滤纸的斑点仪中。滤液(约0.5ml)在1.5~2分钟内流完。打开斑点仪的螺帽,将滤纸向前移动一个距离,再进行下一个样品的测定。等斑点干后与标准斑点色阶进行比较,确定样品含量。其精度要求可以两次分析结果相差不超过一个色阶为限。

二、干扰元素及其消除方法

本方法是使用二苯硫卡贝松进行铅的测定,而二苯硫卡贝松又不仅和铅元素起作用,还可以和好多种金属元素进行反应。如铜、锌、钴、镍、银、汞、钡、镉、钙、钼……等约二十多种金属元素都可以和二苯硫卡贝松起反应,并能生成各种不同颜色的沉淀。这些元素如果不消除,将对铅的测定有严重的干扰作用,无法进行铅的测定。故必须在二苯硫卡贝松生成沉淀之前,设法将其他干扰元素除去。在这种情况下我们可根据铅元素的化学特性使用氯化钾就会将上述绝大部分干扰元素掩蔽,使之生成络合物的形式进入溶液,不再与二苯硫卡贝松生成沉淀。当然这一措施也必须和控制溶液 pH 值同时结合起来。在这个时候只有铅、钡、锡、钼、铋元素不能被氯化钾掩蔽,但考虑到一般样品中后四者成分不会很多。

三价铁与氯化钾在碱性环境中生成高铁氯化物,能氧化二苯硫卡贝松。另外凡含有铁的斑点其背景均为黄色,特别是当铅含量低时更为明显。所以当样品中铁量较高时,溶液的 pH 值应控制的小到仅能完全提取铅的程度,或者加入盐酸羟胺以消除这个副作用,否则大量的氯化物可以阻止铅的提取。另外在溶液中有二价铜存在也可以氧化二苯硫卡贝松。因此在实际工作中也必须注意。

为了探明干扰元素对成果质量的影响程度,我们曾就锡、铁、铜、镍、钴、锰等作了试验。现将试验结果列入表2。

因为最后生成二苯硫卡贝松铅是在碱性环境中,因此如果溶液中存有钙镁离子就会生成其氢氧化物的白色沉淀,这样就会沾污铅的斑点。因此我们加入柠檬酸盐或酒石酸盐,使钙镁离子事先生成络合物,加以掩蔽。

另外使二苯硫卡贝松铅生成的条件,应该是在 $\text{pH}=8.5\sim 11$ 。按上述操作步骤 pH 值大致在此范围

表 2*

加入干扰元素之量 r/g	铅的标准斑点受干扰的程度				
	40r/g 0.2ml	350r/g 0.2ml	700r/g 0.2ml	对流速 影响	斑点颜色
锡(Sn) 0.2ml500r/g	40	250	700	正常	正 常
铁(大量) 0.2ml500r/g	70	400	1000	特强	黄色背景 增大
铜 钴 镍 0.2ml500r/g	40	250	700	正常	暗灰红赤
锰(Mn) 0.2ml500r/g	40	250	700	无影响	正 常

内,因此就可以在实际操作过程中不加入指示剂。如果操作步骤改变后,可用茴香兰作指示进行调整。

三、标准斑点的配制

(一) 标准溶液的配制

1000r/ml的A号溶液:称取0.1克纯金属铅或相当0.1克的铅的盐类,使之溶解后移入100ml的容量瓶中,用蒸馏水稀释到刻度,混合均匀。

100r/ml的B号溶液:吸取10mlA号溶液放入第二个100ml的容量瓶中,用水稀释到刻度混合均匀。

10r/ml的C号溶液:吸取10mlB号溶液放入第三个100ml的容量瓶中,用水稀释到刻度,混合均匀。

(二) 空白土样的制备

称取5克空白土样,放入200c.c.的烧杯中,加入40ml1:3的硝酸,煮沸20分钟,取下用不含铅的水稀释到40ml,搅拌均匀。澄清后将上层清液注入一个瓶子里以备使用。

(三) 标准系列

r/g 10, 20, 40, 70, 100, 150, 250, 400, 700, 1000, 1500。

(四) 标准斑点色阶的配制

向11个干净的带塞比色管(或20ml溶解管)中各注入3ml上述空白土样溶液,然后按公式 $V = \frac{Q \cdot A}{N}$ 计算好的应加入的标准溶液毫升数,依次加入各管中标准溶液。最后使每管溶液体积稀释到5ml,并振荡均匀,按第一节所述的步骤制备标准斑点色阶。

上式中:

Q ——称样量(克)

V ——所配标准斑点色阶应吸取标准溶液的毫升数

Δ ——分析元素在土壤中的含量(r/g)

N ——所用标准溶液的浓度(r/ml)

四、流速及滤纸的确定和选择

(一) 流速的确定

因为铅的斑点分析法与镍有所不同。它是使二苯硫卡贝松铅事先在点滴板上生成沉淀而后再进行过滤。因此对流速的控制范围可以放宽一点。因为这对二苯硫卡贝松铅的沉淀完全与否没有关系。但为了提高工效起见,可以使流速尽量快一些,一般控制在使0.5ml试液在1.5~2分钟内流完就可以了。

(二) 滤纸的选择

该方法要求滤纸要均匀而且不得太厚。因为如果滤纸不均匀,就会使沉淀在滤纸上分布的不均匀,结果使试样斑点和标准斑点无法比较,这就影响了成品的质量。如果滤纸太厚就会导致流速减慢,降低了生产效率。因此对滤纸的选择是比较重要的问题。

五、方法的灵敏度及测定范围和精确度

本方法对铅的测定灵敏度为0.001%,而采用比色法时灵敏度为0.005%。这就是说斑点法的灵敏度比之比色法的灵敏度提高了0.004%。斑点法对铅虽

然灵敏度提高的不多,但成本低、设备简单、效率较高,因此本方法的优越性还是比较突出的。

斑点法对铅的测定范围为0.001~0.15%。如果样品含量高于0.15%时,可以通过减少称样量或减少试液吸取体积来达到目的。

其次通过实验证明,铅的斑点法的精确度和重现性是令人满意的。比如我们对23个现场土壤样品的分析看出,其中重现性都不超过一个色阶,而精确度也合乎化探精度要求。试验结果列入表3。

表 3*

样 品 编 号	溶液比 色结果 r/g	斑点分析结果 r/g	备 注
1	>25	10	10
3	130	150	150
5	120	80	100
7	150	150	200
9	50	20	40
11	270	400	400
13	200	350	350
15	<25	10	10
17	<25	20	20
19	<25	40	40
21	<25	30	20
23	40	50	50

* 三个表的数据都取自冶金部地质研究所物探室探组的试验报告

(上接第7页)

(1) 地质测量进行之前,地质人员作好选点准备工作,即在地质界线不清楚地点派取样工进行揭露。

(2) 与测量人员一起进行测量验收工作,地质人员要选点和描述;测量人员施测位置和点距,点距一般不超过10米。

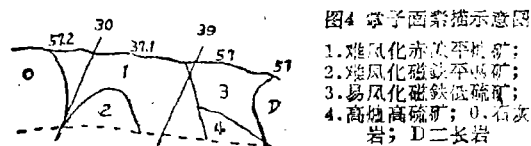
(3) 测量人员将点绘到水平地质图上,地质人员根据地质点进行联绘地质境界线。

(4) 修改地质剖面图。

(8) 计算储量(包括总储量和各品级矿石的储量)。

三、掌子面素描:

掌子面素描是服务于矿石的选别开采工作,所以素描内容必须依此出发,反映出矿石成份、矿石品级以及各矿物成份,矿石和各品位矿石的抵抗风化的难易程度,并依此拟出如下图例:



上述各例作为作图依据,比例尺为1:100,半月作一次,地质人员与测量人员配合进行。地质人员选位置,测量人员定位,实地测量完毕后,地测人员共同绘制。我矿掌子面推进壁坡一般为50度,所采用掌子面垂直投影图式,掌子面素描图具体形式如图4。

掌子面素描除用于联绘综合地质外,主要用于指导采矿,选别回采工作。根据此图,向工长和工人交待各矿石品级界线,并以此图在实地划定界线,便于工人采矿时掌握。