

小改小革

钼和铅化探分析方法的改进

王 真 光

一、钼的快速比色测定法的改进

为了克服南方气温过高,乙醚蒸发太快和有机物对测定钼的干扰,经过几个月野外生产实践,改用乙醚—四氯化碳混合溶剂代替纯乙醚萃取,使轻溶剂变成重溶剂,解决了乙醚蒸发太快和有机质对测定钼的影响,效率较原方法有所提高。

样品的分解:取0.5克样于溶解管中,加硝、硫混酸($\text{HNO}_3:\text{H}_2\text{SO}_3:\text{H}_2\text{O}=2:1:1$)或硝、硫、砷混酸($2:1:1$)5毫升,加热溶解,蒸至冒硫酸烟,冷却后稀释至10毫升,摇匀澄清。

比色:取上述清液1毫升,加入1:4的硫酸1毫升,10%的硫氰酸钾溶液0.5毫升,摇匀后加12%氯化锡1—2毫升,摇匀至红色消失(此时如有白色硫氰酸铜沉淀析出,则加几滴硫脲饱和水溶液消除,直至无色透明),加混合萃取剂(乙醚:四氯化碳=2:3)2毫升,振摇2分钟比色。

标准色阶:绝对量(微克)0、0.05、0.1、0.15、0.25、0.35、0.5、0.75、1、1.5、2.5、3.5、5、10……;相对量(微克/克)0、1、2、3、5、7、10、15、20、30、50、70、100、200……。吸取上述不同量之标准于比色管中,加1%的三氯化铁溶液0.5毫升,其他试剂与试剂相同。

几点说明:1.混合溶剂是重溶剂,挥发性小,特别适于夏季在南方使用。对有机物有一定抑制作用,在上述溶样条件下,用纯乙醚萃取能顺利地进行(表1)。2.混合溶剂与纯乙醚提取比较,结果可靠,而

表 1

编 号	测 定 结 果 (微克/克)		溶液颜色
	纯 乙 醚	乙醚—四氯化碳 (1:1)	
E_x-100	醚层 黄褐	0	黄褐
105	黄褐	1	“(黑色C↓)”
108	深黄	0	“(”)
E_x-2	深黄	0	土黄
19	黄	0	土黄
E_G-2	黄	0	土黄
4	深黄	0	土黄
G_E-59	黄褐	0	土黄
A_x-40	0 (正常)	0	近似无色

注: A_x 系无有机物样品,均为土样。

且克服了纯乙醚经常发红的现象(表2)。方法自身的重现性也很好,做了3000多样品的生产,质量在95%以上如表3。3.有机相转入溶液下层与空气隔

表 2

编 号	结 果 (微克/克)	
	乙 醚	乙醚—四氯化碳 (2:3)
P_1-5	0.8	1.0
11	3	4.5
11	0	0
12	(红)	3
13	1	2.2
14	10	10
15	33	32
16	(红)	2
21	(红)	3
23	3	3
26	2	2

表 3

编 号	结 果 (微克/克)		
	一 次	二 次	三 次
P_1	21	22	20
$P-2$	0	0.3	0
3	0	0	0
4	0	0	0
5	14	15	14
6	80	85	80
7	4	5	4
$P-3$	0.5	0.5	0.6
5	1.0	1.1	1.0
26	2	2	2

绝,色阶稳定,在8小时内无变化,有利于比色,而且低色阶不再发红。唯8小时后,水相变浊。4.砷酸对钼的测定无影响,采用硝、硫、砷混酸溶样,可用于测定钼,既节省试剂,又便于工作。5.水相盐类浓度大时,有机层易产生气泡,此时应加几滴乙醇消除。6.如缩小系数和使用10毫升比色管操作,灵敏度可提高一倍。7.一般自来水(或井水)含钼极少,可免去使用蒸馏水。既经济又方便。

二、鉛的化探分析方法的改进

在使用打蔴脛測定鉛時，由于加入氯化鉀溶液以后，体系的硷度剧烈升高（即pH值激烈升高），打蔴脛容易被氧化而产生发白现象，无法比色。我們经过反复地試驗，确定以pH=8.05—8.2的氢氧化鉀—氯化鉀緩冲溶液来控制溶液的pH值，并在标准系列內加入适量的鉄，控制一定的振盪次数，可以有效地抑制这一现象。調节pH值的速度大大提高，质量有了保証，做了5000多样品的生产考驗，质量在97%以上，而且容易掌握。

矿样分解：取0.5克样品于溶解管中，加1:3硝酸5毫升，煮沸20分钟，取下水稀释至10毫升，搖匀澄清。

显色：吸取清液0.5毫升，加入20%檸檬酸鉀0.5—1毫升，用氨水調节pH值到7—8（浅綠色），加緩冲溶液2毫升，10%的氯化鉀0.5毫升，搖匀，加0.003%的打蔴脛—鉀仿工作液2毫升，猛烈振盪2分钟后比色。

标准系列：絕對量（微克）0、0.25、0.5、1、1.5、2、2.5、3、4、6、8………相对量（微克/克）0、10、20、40、60、80、100、120、160、240、320………。吸取不同量之标准于比色管中，加入1%三氯化鉄溶液0.13毫升，其余各步与試料相同。

說明：1.如遇样品含鈣、鎂量高时，可适当增加檸檬酸鉀。2.由于加入緩冲剂，溶液pH值的調节可适当放宽，加快速度（以前pH值之調节不敢到8，因为加入氯化鉀以后，pH值要剧烈升高3—4个pH单位，而pH大于10时，打蔴脛易受氧化而发白。所以，pH往往調在7左右，但指示剂是在pH=8开始变色，可見指示剂已失去使用价值。），測定結果仍然可靠，无发白现象，如下表。3.緩冲溶液的配制，氯化鉀88克，加氨水20.6毫升，然后加水稀释至1000毫升，pH值为8.2。或1克分子的氢氧化鉀和氯化鉀溶液以1:16体积比混合，此时pH值为8.05。如无氯化鉀时，可用氢氧化鉀和盐酸直接配制。

点 綫	調 节 pH	指 示 剂 顏 色	結 果 微 克/克	調 节 pH	指 示 剂 顏 色	結 果 微 克/克	調 节 pH	指 示 剂 顏 色	結 果 微 克/克	原 結 果 微 克/克
458	7	淡 黄	40	8—8.5	淡 綠	36	8.5—9	深 綠 色	42	30
248	7	"	40	8—8.5	"	40	8.5—9	"	40	32
459	7	"	45	8—8.5	"	40	8.5—9	"	40	80
460	7	"	140	8—8.5	"	140	8.5—9	"	150	130
462	7	"	125	8—8.5	"	125	8.5—9	"	130	107
463	7	"	110	8—8.5	"	105	8.5—9	"	105	93
464	7	"	186	8—8.5	"	186	8.5—9	"	185	160
465	7	"	300	8—8.5	"	300	8.5—9	"	320	248
466	7	"	280	8—8.5	"	280	8.5—9	"	280	260
467	7	"	280	8—8.5	"	280	8.5—9	"	300	240
468	7	"	280	8—8.5	"	280	8.5—9	"	300	250
測 定 pH (萃取pH)		9		>9<10		>9<10				

注：①原結果为生产数据，与試驗数据为不同人，不同次分析結果。

②从表中可以看出，即使是加入緩冲液，由于氯化鉀的加入，pH值仍能升高1—2单位，但小于10，根据文献，此条件下鉛的提取完全。

（上接19頁）

的，其試驗結果，經实践証明，是接近实际的。因此，对一般水量不大的矿区，可以采用简单的设备进行抽水試驗，同样能达到預期效果的。

4. 生产矿坑的水文地质資料，是最具有代表性

的第一性資料，因此，必須給予充分的研究与利用。并建議应加强矿山水文地质工作和建立冶金系統重点矿山的矿坑涌水量动态观测站，以期积累資料、摸索規律、提高預測矿坑涌水量的准确程度。