

68—1 野外快速分析箱

铜、钼、镍、砷现场特快半定量测定法

桂林冶金地质研究所化探室 王真光 符中奇

我们在学习各地质勘探队先进经验的基础上,经过反复实践,试验了铜、钼、镍、砷现场特快分析方法,装成68—1野外特快分析箱。此箱经过野外试验,证明它不仅适合于大面积分散流及次生晕普查找矿,而且对矿点检查和岩石样品的分析也能获得满意的结果。

68—1分析箱中(图1),铜的测定是用铜试剂铅盐(DDTC—Pb),钼用硫氰酸钾,镍用 α -联糠肟,砷用溴化汞纸条。这些试剂的特点是:

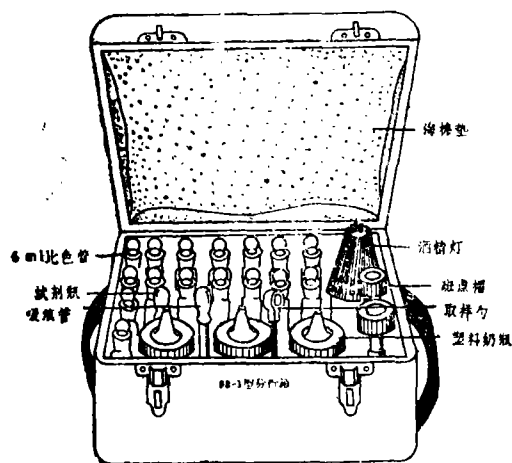


图 1

1. 选择性好, 干扰少, 结果可靠。
2. 灵敏度高: Cu—10ppm, Mo—5ppm, Ni—10ppm, As—3ppm, 能够满足普查找矿的要求。
3. 试剂稳定, 配制后均可长期使用, 适合野外工作。但存在砷的溴化汞纸条怕光照射, 钼的灵敏度还不够高, 分析项目少等缺点, 有待进一步研究。

箱内设备

层压板支架一只; 60毫升玻璃滴瓶5个, 滴管上刻有0.5及1毫升刻度; 120毫升塑料奶瓶3个; 0.2毫升刻度吸液管一支, 量取王水用; 酒精灯一只, 备有挡风罩; 10毫升比色管4支, 供装酸用; 5毫升比色管20支; 0.05, 0.1克量取勺各一支; 小型斑点帽二个, 做As用; 不锈钢烧样勺二支; Cu、Mo、Ni、As人工色阶板各一块以及试管夹、毛刷、镊子、打火机等。

分析前的准备

(一) 试剂的配制:

铜的试剂:

1. 0.2%铜试剂铅盐甲苯溶液: 称取1克醋酸铅(或硝酸铅)和1克铜试剂, 分别溶于50毫升水中。溶解醋酸铅时, 预先滴加2滴醋酸, 防止铅盐水解。把醋酸铅溶液慢慢倒入铜试剂溶液中, 同时搅拌, 使沉淀完全。然后倒入1000毫升分液漏斗中, 用500毫升甲苯萃取生成的沉淀。弃去水相, 甲苯层用含有少许醋酸的水洗两次, 以除去剩余的铜试剂。甲苯溶液装入瓶中备用。

2. 20%柠檬酸铵溶液: 称取200克柠檬酸铵溶于800毫升水中, 加浓氨水190毫升, 再加2%百里兰指示剂10毫升, 摇匀。

镍的试剂:

1. 1% α -联糠肟溶液: 称取1克 α -联糠肟试剂溶于50毫升无水乙醇中, 加50毫升甲苯混合。

2. 20%硫代硫酸钠溶液: 称200克 $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 溶于1000毫升水中。

3. 酒石酸钠-盐酸羟胺混合液: 称400克中性酒石酸钠和50克盐酸羟胺溶于750毫升水中, 用氨水调节溶液的 $\text{PH} \approx 7$, 然后加氨水210毫升, 用水稀释到1000毫升。

钼的试剂:

1. 硫氰酸钾-二氯化锡混合液: 把15% SnCl_2 的3NHCl溶液200毫升和10% KCNS溶液100毫升相混(用时现混)。

称30克 SnCl_2 溶于50毫升浓HCl中, 加水150毫升; 再称10克KCNS溶于100毫升水中。同时, 二者混合。

2. 乙醚-甲苯混合溶剂(2:1): 2份乙醚和1份甲苯相混合。

砷的试剂:

1. 溴化汞纸条: 把密度均匀的滤纸浸入5% HgBr_2 的酒精溶液中(5%浓度), 取出晾干, 再浸一次晾干, 然后保存于阴暗处。

2. 醋酸铅棉花: 把脱脂棉浸入含有少量醋酸的饱和醋酸铅溶液中5分钟取出晾干即可。

3. 3% SnCl_2 的3:2盐酸溶液: 30克 SnCl_2 溶解于1000毫升3:2的盐酸中。

4. 无砷锌粒。

溶样酸:

1. 王水(1:1): 3份HCl、1份 HNO_3 与4份水混合(做Cu、Ni用)。

2. 王水(2:1): 3份HCl、1份 HNO_3 与2份水混合(做Mo用)。

(二) 器皿的洗涤:

出去工作前, 将所需试剂装入各瓶中, 并将比色管洗涤干净, 同时用塑料水瓶带一瓶水, 以备冷却或洗比色管用。

现场测定

铜的测定:

用量取勺取0.05克样品于不锈钢小勺中, 在酒精灯上灼烧一分钟, 把样品倒入比色管中, 加入1:1王水0.2毫升, 加热煮沸一分钟, 置水中冷却, 再加入柠檬酸铵2毫升, 铜试剂铅盐甲苯溶液0.5毫升, 加塞

振荡100次, 静置分层后, 与人工标准色阶比较。

钼的测定:

用量取勺取0.05克样品于不锈钢的小勺中, 在酒精灯上灼烧一分钟, 使有机物充分炭化, 然后把样品倒入比色管中, 加入2:1王水0.2毫升, 加热煮沸一分钟, 置水中冷却, 再加入KCNS- SnCl_2 混合液2毫升, 摇动比色管, 使铁的红色完全退去。准确加入乙醚-甲苯混合液0.5毫升, 加塞振荡100次, 静置分层后与标准色阶板比较。

镍的测定:

量取0.05克样品, 在不锈钢小勺中灼烧有机物, 把样品倒入比色管中, 加1:1王水0.2毫升, 煮沸一分钟, 置水中冷却后, 加酒石酸钠-盐酸羟胺混合液1毫升, $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 溶液1毫升, 摇动比色管, 然后准确加入2-联糠脲试剂溶液1毫升, 加塞振荡100次, 静置分层后, 与标准色阶板比较。

砷的测定:

把溴化汞纸条预先装在斑点帽上, 然后取0.05~0.1克样品于滴瓶内, 加入3% SnCl_2 溶液约3~4毫升, 无砷锌粒2粒, 立即把斑点帽盖上, 反应5分钟后, 取出纸条与标准色阶板比较。

铜、镍分析结果对比(ppm) 表1

样品号	本法结果		光谱结果		化学结果	
	Cu	Ni	Cu	Ni	Cu	Ni
16/21	27	5	25	20	25	5
18	23	5	20	20	30	5
20	54	33	65	30	70	25
22	126	90	150	250	130	120
24	180	390	200	1000	210	600
27	270	490	150	1000	280	700
30	290	720	350	1500	300	1000
32	360	860	300	1000	330	1000
46	90	200	60	300	100	300
47	72	125	40	300	60	130
48	34	115	40	200	50	140
50	99	108	150	100	100	120

钼结果对比 (ppm) 表 2

样品号	本方法	化学法	光谱法
1	40	190	70
2	20	70	45
3	10	12	12
4	15	30	22
5	18	32	25
6	15	26	15
7	10	12	2
8	16	20	30

砷结果对比 (ppm) 表 3

样品号	本方法	化学法	光谱法
1	20	30	
2	40	50	
3	120	100	
4	100	180	
5	140	150	
6	350	400	
7	70	100	
8	15	20	

注意事项及问题讨论

1. 做Cu、Ni时, 如果样品中有有机物不高或者完全没有(如岩样), 可略去烧样这一步。但做Mo时, 要求充分灼烧, 否则有机物对Mo的测定将产生严重干扰。

2. HgBr_2 纸条一定要保存在避光和防潮的小瓶内, 用后立即藏好, 绝对避免阳光照射, 如遇潮湿, 应晾干后备用。

3. 如果样品中含硫很高时, 此法做As无效, 应改用硝-硫酸溶样并冒烟后, 再做。

4. 人工标准色阶板的涂染: 用天津出产的狗牌透明水彩调配成与标准色阶相仿的颜色, 然后把带胶的幻灯片基浸泡于水彩溶液中片刻, 取出用滤纸吸干即可。

5. Cu、W干扰的消除: W、Cu对做Mo有干扰。但在 2NHCl 介质中, W显色困难, 如遇大量W时, 可加入适量柠檬酸盐来消除。Cu高时, 产生 $\text{Cu}_2(\text{CNS})_2$ 沉淀, 可滴加两滴硫脲水溶液消除。同时, SnCl_2 的用量要求足够, 否则由于铁的还原不完全或沾在管壁上的 Fe^{++} 易被空气氧化为 Fe^{+++} , 使乙醚层发红而无法比色。

6. 方法的准确度与重现性: 用本方法分析了某地区数条地球化学剖面线的样品, 与中型光谱方法、室内化探分析方法进行对比, 结果见表1~3及图2。另外, 对各种岩性的岩石样品也作了分析对比, 结果也较满意。

表 4

样号	重复分析结果 (ppm)							
	Cu		Ni		Mo		As	
1	500	450	410	340	90	90	100	110
2	120	100	900	720	9	12	20	20
3	150	130	230	180	15	20	16	20
4	15	15	125	125	6	10	120	140
5	50	40	108	117	30	40	100	120
6	20	20	27	23	21	14	400	400
7	60	45	3	5	21	40	50	40
8	40	30	5	3	30	60	14	16

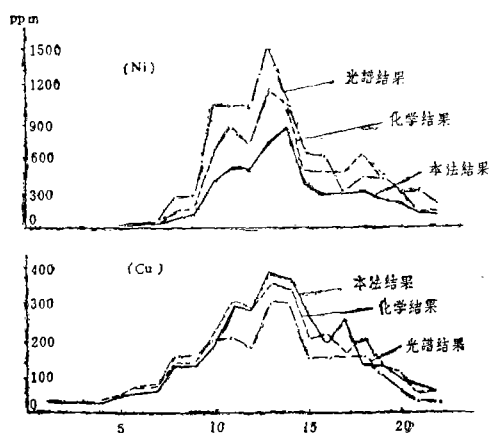


图 2 某地区次生晕剖面上铜、镍含量变化对比图

根据对不同地区的次生晕及岩石样品进行多次分析结果表明, 本方法的重现性能满足化探找矿的要求, 其中以Cu、Ni结果为最好(见表4)。