

原子吸收法测定高含量铅

铅与铬酸根离子生成稳定的沉淀。利用这一原理,在 pH3—4 的醋酸铵溶液中,加入定量的铬酸根离子,使大部分铅生成铬酸铅沉淀,剩余小部分铅用原子吸收测定,然后将两者相加,测得铅的含量。本法通过 9 次测定平均百分含量为 9.55 的样品,其中绝对误差最大的两样品相差 0.52。

本法简便快速,适用于含量在 5 % 以上以及铅精矿等样品的分析。

一、试剂:

标准铅溶液:称取 105℃ 烘干的高纯氧化铅 (223.19) 1.0772 克溶于 20 毫升 1:1 硝酸中,稀释至 1000 毫升,此溶液 1 毫升含 1 毫克铅。

重铬酸钾标准溶液:称取 2.8289 克重铬酸钾溶于水,稀释至 1000 毫升,此溶液 1 毫升约含 1 毫克铬。用标准铅标定如下:

吸取 10、15、20、25 毫克标准铅各一份,放入 150 毫升烧杯中。加 1:1 硝酸 3 毫升。加水至 40 毫升左右。用 16 至 17 毫升 10% 醋酸铵调节 pH 为 3—4 (用

广范试纸)。分别加入2、3、4、5毫升标准重铬酸钾溶液沉淀铅。移至100毫升容量瓶中,稀释至刻度,摇匀。放置4小时使溶液澄清,用干滤纸滤出小部分溶液于10毫升瓷坩锅中,进行铅的原子吸收测定。所得的结果为沉淀后剩余的小部分铅。用下式计算每毫升铬相当于铅的毫克数。

$$F = \frac{\text{吸取铅毫克数} - \text{测得铅毫克数}}{\text{加入铬毫升数}}$$

式中F为每毫升铬相当于铅的毫克数

二、共存离子的干扰

试验了10种有关离子以及抗坏血酸、EDTA、柠檬酸等对沉淀的影响。

试验结果是阳离子除铊和钡也能与铬酸根生成沉淀外,其它离子(毫克量)如Sr(1)、Fe(50)、

Cu(5)、Zn(10)、Cd(1)、Co(1)、Ni(1)、Ca(5)等对测定无影响。抗坏血酸等还原物质和EDTA、柠檬酸等能络合铅的物质不能存在。

三、分析步骤:

称取0.1~0.2克样品,放入150毫升烧杯中。加盐酸20毫升,加热20分钟分解样品。再加入硝酸5毫升,加热至样品分解完全。然后小心蒸发至酸的体积不超过1.5毫升。取下烧杯,加入40毫升水,煮沸溶解析出的铅。冷却后用15—20毫升10%醋酸铵调节pH为3—4。视铅的含量加入相应的标准重铬酸钾溶液沉淀铅。以下同重铬酸钾标定。

用下式计算铅的含量。

$$\text{Pb}\% = \frac{\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7\text{毫升数} \times F + \text{测得铅毫克数}}{\text{样重} \times 1000} \times 100$$

分 析 结 果 (%)

Analytical results (%)

样品号码	4	38	41	44	2112	2125	1255
本法结果	50.05	9.43	9.86	9.46	5.30	10.05	4.96
原 结 果	50.41	9.57	10.19	9.88	5.12	9.88	4.97

江西地质局实验室

柯婉谦