

文章编号: 0254- 5357(2001)04- 0309- 03

# 原子吸收光谱法测定氰化液中的铅

曹会兰<sup>1</sup>, 杨兴武<sup>2</sup>

(1. 渭南师范学院化学系, 陕西 渭南 714000; 2. 潼关小口金矿冶炼厂, 陕西 潼关 714302)

**摘要:** 通过对比实验, 选用柠檬酸钠做络合剂, 实现了在碱性介质中用原子吸收光谱测定铅的方法。应用该方法测定实际样品的结果与其他方法相符, 对于 2.19 mg/L Pb 浓度的试液 10 次测定的 RSD 为 1.8%。

**关键词:** 铅; 原子吸收; 碱性介质; 柠檬酸钠

**中图分类号:** O614.433; O657.31

**文献标识码:** B

在氰化浸金过程中, 适量的铅盐对提高金的浸出率, 降低氰化物用量效果明显。

氰化液提金常加 CaO, 使溶液 pH 值维持在 12 左右, 在这种碱性介质中, 有少量铅和氰根络合, 生成  $[\text{Pb}(\text{CN})_4]^{2-}$  络阴离子进入溶液, 大量铅则生成氢氧化物沉淀而留在渣中。要测定溶液中铅, 配制标准溶液加入含钙 KCN 溶液后, 标准铅会生成沉淀, 使测量无法进行; 酸化试样溶液, 又将放出剧毒 HCN 气体。本文试验了在辅助络合剂的存在下, 加入含钙 KCN 溶液后, 使铅仍保留在碱性溶液中, 避免了铅的沉淀。对几种铅的络合剂如柠檬酸盐、酒石酸盐、EDTA、醋酸盐等做了比较, 并对在 HNO<sub>3</sub> 介质中测定铅, 和在络合剂存在下的碱性介质中测定铅做了对比实验, 确定了在碱性氰化物介质中测定铅的可能性。试验了几种金属元素存在下对测定铅的干扰情况。

选用柠檬酸钠做络合剂, 既可使铅留在溶液中, 又可提高溶液的 pH 值至 6~7。在此 pH 条件下, 可避免加 KCN 时产生剧毒 HCN 气体, 使操作在安全条件下进行。本法具有简单、快速、准确、操作安全的优点, 成功地解决了选冶提金氰化液中铅的测定。

## 1 实验部分

### 1.1 仪器和主要试剂

日立 180-50 型原子吸收光度计; 铅空心阴极灯。

**铅标准溶液:** 准确称取优级纯铅粒 1.0000 g 于烧杯中, 加入 40 mL 8 mol/L HNO<sub>3</sub>, 加热溶解并蒸至近干, 加 50 mL 水溶解盐类, 移入 1000 mL 容量瓶中, 用蒸馏水冲稀至刻度, 摇匀, 则为 1 g/L Pb。再用蒸馏水稀释至 0.1 g/L Pb。

**含钙氰化钾溶液:** 称取 4 g CaO, 加 500 mL 水溶解并过滤, 滤液中加入 3 g KCN, 再用水稀释至 1000 mL。

### 1.2 仪器的工作条件

波长 283.3 nm, 燃烧器高度 7.5 mm, 灯电流 1 mA, 狭缝 0.4 nm, 乙炔流量 3 L/min, 空气流量 13 L/min。

### 1.3 实验方法

① 分别移取含 0.50、100、150、……、500 μg Pb 标准溶液于 50 mL 容量瓶中, 加 2.5 mL HNO<sub>3</sub>, 水稀释至刻度, 摇匀备用。

② 按上述系列再分取 Pb 的标准溶液于 50 mL 容量瓶中, 用 50 g/L KOH 溶液中和至中性, 加入含钙 KCN 溶液 5 mL, 水稀至刻度, 摇匀备用。

③ 分别移取含 0.02、0.4、……、1.4 mg Pb 标准溶液于 500 mL 容量瓶中, 加入不同络合剂溶液 5 mL, 含钙 KCN 溶液 5 mL, 用水稀至刻度, 摇匀备用。

收稿日期: 2001-01-03; 修订日期: 2001-07-30

作者简介: 曹会兰(1963-), 女, 陕西渭南市人, 讲师, 从事有机合成及分析。

## 2 结果与讨论

### 2.1 不同介质中铅的原子吸收行为比较

取实验方法①和②制备的测定液,用1.2节仪器工作条件测量铅的吸光度(表1)。

表1 不同介质中铅的吸光度比较

$\rho(\text{Pb})/$ ( $\text{mg}\cdot\text{L}^{-1}$ )	A		$\rho(\text{Pb})/$ ( $\text{mg}\cdot\text{L}^{-1}$ )	A	
	$\text{HNO}_3$	碱性氰化物		$\text{HNO}_3$	碱性氰化物
1.00	0.048	0.003	6.00	0.287	0.000
2.00	0.096	0.006	7.00	0.340	0.000
3.00	0.146	0.009	8.00	0.387	0.000
4.00	0.195	0.010	9.00	0.428	0.000
5.00	0.254	0.011	10.00	0.474	0.000

由表1可知,在碱性氰化物介质中,由于铅的沉淀,从而吸光度明显下降,甚至为零。

因此,在碱性标准溶液中,加入50 g/L EDTA溶液5 mL,再测定,其吸光度对比如表2。

表2 不同介质中铅的吸光度比较

$\rho(\text{Pb})/$ ( $\text{mg}\cdot\text{L}^{-1}$ )	A		$\rho(\text{Pb})/$ ( $\text{mg}\cdot\text{L}^{-1}$ )	A	
	$\text{HNO}_3$	碱性氰化物 (加EDTA)		$\text{HNO}_3$	碱性氰化物 (加EDTA)
1.00	0.048	0.048	6.00	0.287	0.290
2.00	0.096	0.100	7.00	0.340	0.340
3.00	0.146	0.156	8.00	0.387	0.384
4.00	0.195	0.196	9.00	0.428	0.432
5.00	0.254	0.250	10.00	0.474	0.480

加入辅助络合剂,从现象观察无白色 $\text{Pb}(\text{OH})_2$ 沉淀产生。从测定的吸光度(表2)看,在络合剂存在下的氰化物介质中,原子吸收测定铅的吸光度与常规方法 $\text{HNO}_3$ 介质测得的吸光度一致。从而确立了碱性氰化物介质中测定铅的方法的可靠性。

### 2.2 不同络合剂的比较

按实验方法③分别配制: a. 加50 g/L EDTA 5 mL, b. 加100 g/L 柠檬酸钠5 mL, c. 加50 g/L 酒石酸钠5 mL, d. 加100 g/L NaAc 5 mL的四种碱性氰化物溶液。按工作条件测量吸光度,结果见表3。

表3 加入不同络合剂吸光度比较

$\rho(\text{Pb})/$ ( $\text{mg}\cdot\text{L}^{-1}$ )	A				
	$\text{HNO}_3$	EDTA	柠檬酸钠	酒石酸钠	NaAc
0.4	0.016	0.015	0.015	0.015	0.008
0.8	0.038	0.036	0.035	0.035	0.000
1.2	0.049	0.047	0.048	0.047	0.000
1.6	0.064	0.062	0.062	0.063	0.000
2.0	0.096	0.095	0.094	0.088	0.000
2.4	0.124	0.119	0.119	0.119	0.001
2.8	0.143	0.140	0.142	0.146	0.002

表3说明,①前三种络合剂都能使铅在碱性介质中留存于溶液中,只有NaAc例外,当加入含钙KCN溶液时,产生大量沉淀,测得吸光度近于零。②选柠檬酸钠做本法的络合剂,是因为加入柠檬酸钠之后,酸性铅标准溶液的pH值可以提高到6~7,在此pH值下,加碱性含钙KCN溶液时,可避免剧毒的HCN气体产生。其他几种络合剂加入后,pH值在4~5,可能有HCN产生。③无论是酸性介质还是含有络合剂(NaAc除外)的碱性介质工作曲线,吸光度都一致。从绿色环保角度考虑还是用酸性介质工作曲线为好。

### 2.3 柠檬酸钠用量实验

表4列出柠檬酸钠用量试验结果,随柠檬酸钠用量增加,吸光度逐渐下降,经过测试,小于2.5 mL时,吸光度也呈下降趋势,在2.5~7.5 mL内,吸光度趋于稳定,故选用5 mL。

表4 柠檬酸钠用量实验<sup>①</sup>

Table 4 Effect of sodinm citrate amount on absorbance of Pb

$V_{\text{柠檬酸钠}}/\text{mL}$	A	$V_{\text{柠檬酸钠}}/\text{mL}$	A
1.0	0.065	7.5	0.092
2.0	0.084	10	0.090
2.5	0.097	15	0.086
5.0	0.094	20	0.081

①  $\rho(\text{Pb}) = 2.0 \text{ mg/L}$ 。

## 2.4 共存离子的影响

试验表明:该方法的选择性比较好,氰化液中常见的  $\text{Fe}^{3+}$ 、 $\text{Ca}^{2+}$ 、 $\text{Cu}^{2+}$ 、 $\text{Zn}^{2+}$ 、 $\text{Al}(\text{III})$  以及  $\text{Ag}^+$ 、 $\text{Pt}(\text{II})$ 、 $\text{Pd}(\text{II})$  等元素在毫克级以上对测定无干扰,而干扰原子吸收法测 Pb 的元素 Zr、Th 等,在体系中未被检出。

## 2.5 样品分析及方法精密度检验

选用 XK-001 号试样进行方法精密度测定,测得结果(mg/L)为:2.18, 2.26, 2.15, 2.19, 2.23, 2.17, 2.15, 2.24, 2.16, 2.20,  $\bar{x} = 2.19$ ; 相对标准偏差 RSD 为 1.8%。

取氰化液 100 mL, 加入柠檬酸钠溶液 5 mL, 混合后采用拟定的方法进行测定, 分析结果见表 5。

表5 样品分析结果对照

Table 5 Analytical results of Pb in samples

样品号 sample No.	参考值 <sup>①</sup> reference value	$\rho(\text{Pb}) / (\text{mg} \cdot \text{L}^{-1})$	
		本法结果 found	偏差 error
XK-001	2.08	2.19	+ 0.11
DK-003	1.85	1.80	- 0.05
LJ-001	2.86	2.90	+ 0.04
玉石峪	3.20	3.12	- 0.08
982001	2.60	2.69	+ 0.09
982008	2.40	2.24	- 0.16

① 内部管理样, 国家黄金局长春质检中心测定结果(火焰原子吸收法)。

## 3 参考文献

- [1] 戴树桂, 陈新坤, 陈进生, 等. 仪器分析[M]. 北京: 高等教育出版社, 1984. 43—59.
- [2] GB11066.4-89, 金化学分析方法[S]. 火焰原子吸收光谱法测定铜、铅、铋和铊量. 2—3.

# Determination of Pb in Cyanide Solution by AAS

CAO Hui-lan<sup>1</sup>, YANG Xing-wu<sup>2</sup>

(1. Department of Chemistry, Weinan Teacher's College, Weinan 714000, China;

2. Tongguanxiaokou Goldmine Smeltery, Tongguan 714302, China)

**Abstract:** A method for determination of Pb in cyanide solution by AAS with citric acid as a masking reagent in basic medium was reported. The method has been applied to the determination of Pb in cyanide solutions. The results are in agreement with those determined with other methods. The precision for the sample with  $w(\text{Pb}) = 2.19 \text{ mg/L}$  is 1.8% RSD ( $n = 10$ ).

**Key words:** lead; atomic absorption spectrometry; basic medium; citric acid

## 2002 年度《理化检验—化学分册》杂志 征订启事

《理化检验—化学分册》杂志创刊于 1963 年, 系由上海材料研究所与机械工程学会理化检验分会联合主办的技术类刊物。主要报道材料的化学分析与仪器分析专业领域中的新方法、新技术、新设备以及国内外的研究方向。“面向生产、注重实用、反映动向、兼顾普及”为刊物的编辑方针, 旨在最大程度地满足不同层次读者的需要。

《理化检验—化学分册》为国内理化检验行业权威刊物, 已被列为中国科技论文统计用期刊、全国中文核心期刊、美国“CA 千种表”中我国化学化工类核心期刊、中国学术期刊(光盘版)和中国期刊网全文数据库及美国工程信息公司 Ei Page One 数据库收录期刊。

本刊为月刊, 大 16 开本, 每月 18 日出版, 由邮局征订向国内外公开发行, 邮发代号 4-182, 每册定价 6.00 元, 全年 12 期, 共 72 元。

欲订阅本刊的单位与个人, 请尽快到当地邮政局(所)办理订阅手续切勿贻误。

本刊地址: 上海市邯郸路 99 号, 邮编: 200437, 电话: 021-65556775 × 263, 传真: 021-65559079, E-mail: mppnc@81890.net。