


 经验介绍

萃取原子吸收法测定水系沉积物中微量铅、银、镉

以碘化钾-抗坏血酸为络合剂, MIBK萃取原子吸收法测定铅, 结果均系统偏低。我们认为铅的结果偏低是因为制备溶液时铅没有完全转入溶液, 因而影响了碘离子与铅的络合, 致使结果偏低。

为了解决这一问题, 我们用HCl-HNO₃-HClO₄-HF溶矿的同时, 加入1:1H₂SO₄ 1.0ml, 以提高分解温度, 使铅基本上以硫酸铅的形式沉淀。用盐酸浸取时, 加入一定量的醋酸钠, 使硫酸铅或其它形式沉淀的铅均被溶解生成醋酸铅进入溶液。

经试验, 在溶矿时加入1:1硫酸及浸取时加入一定量的醋酸钠对银、镉的测定均无明显影响, 所以对铅、银、镉进行连测提供了有利条件。

1. 主要试剂:

30% KI—20% 抗坏血酸溶液: 称取30克KI, 20克抗坏血酸溶于70毫升12%的盐酸溶液中, 以12%盐酸稀释至100毫升。

2. 仪器工作条件: 按常法选择铅、银、和镉

的空芯阴极灯及其它条件。

3. 分析步骤:

称取试样0.5g于聚四氟乙烯烧杯中, 以少许水湿润, 加10.0ml HCl, 摇匀, 于电热板上加热, 20分钟后取下, 冷却, 加5.0ml HNO₃、2.0ml HClO₄、1.0ml 1:1H₂SO₄、8.0 ml HF, 摇匀继续加热蒸干, 取下冷却, 加5.0ml 1:1HCl, 微热20分钟, 加NaAc0.3g摇匀, 并使其溶解, 冷却后转入25ml比色管, 以水冲至20ml体积左右, 加30% KI—20% 抗坏血酸0.3ml, 摇匀, 加MIBK 5.0ml, 振荡1分钟, 分层后与标准系列同时测量。

4. 标准曲线:

配制成12%盐酸溶液的铅、银、镉混合标准溶液。银、镉为0.5微克/毫升, 铅为5.0微克/毫升。

准确吸取上述标液0、0.1、0.2……10.0毫升于25毫升比色管中, 加12%盐酸至20毫升左右, 加0.3克 NaAc, 摇匀使溶解, 以下操作同分析步骤。

结 果 对 照

标 样 号	元素 结 果 值 ppm	Pb		Ag		Cd*	
		推荐值 ppm	本 法 ppm	推荐值 ppm	本 法 ppm	推荐值 ppm	本 法 ppm
GSD—1		24.5	22.4	0.047	0.031	0.080	0.086
GSD—2		31.8	36.5	0.070	0.059	0.064	0.072
GSD—3		40.0	41.3	0.590	0.590	0.10	0.097
GSD—4		30.4	27.7	0.085	0.093	0.19	0.17

* 测定时由于基线不稳,所以以下的结果不稳定。

河北地质矿产局 贾天增

www.yskw.ac.cn