

铅的相态分析

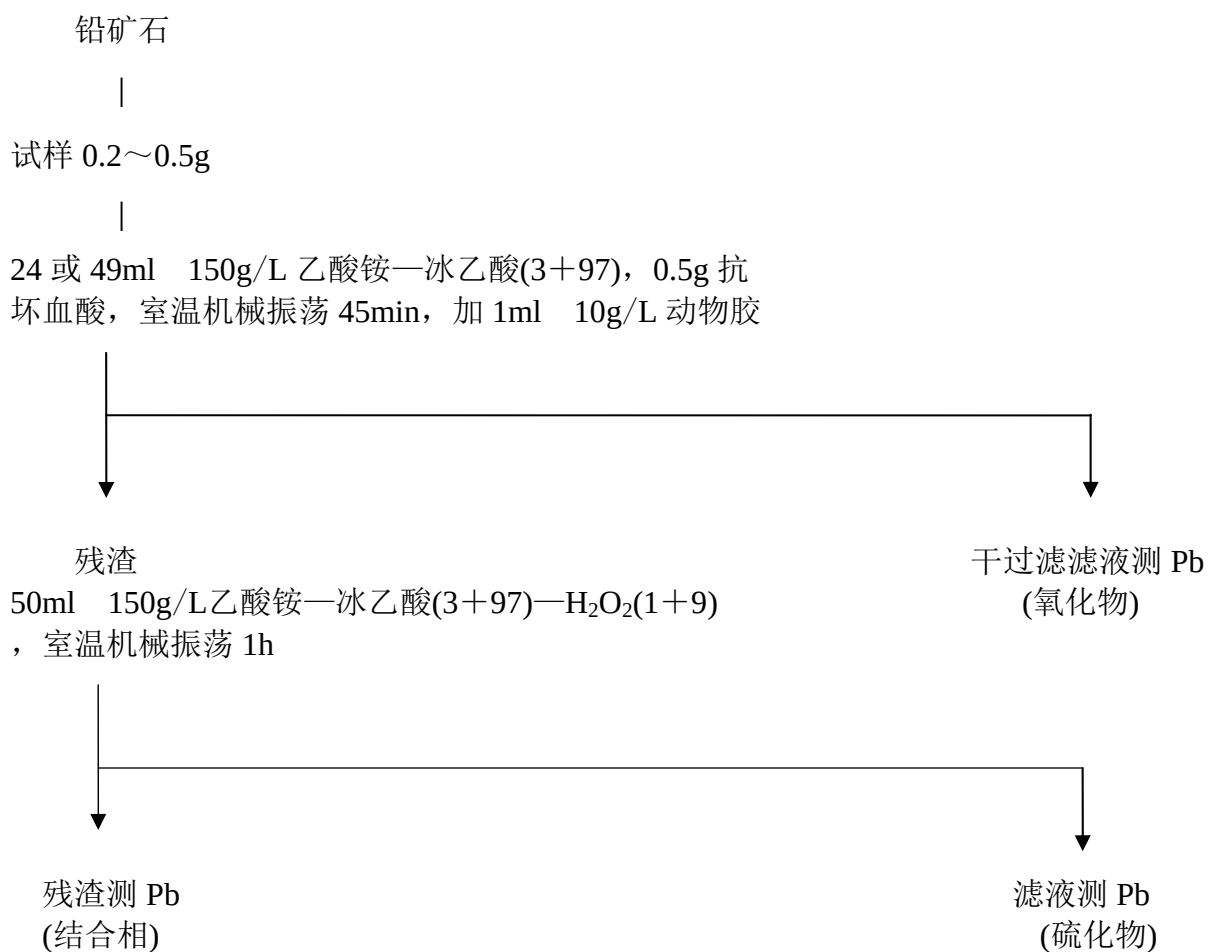
铅在地壳中的平均含量为 12.5×10^{-6} 。铅的主要工业矿物为方铅矿 (PbS) 和硫锑铅矿 ($5\text{PbS} \cdot 2\text{Sb}_2\text{S}_3$)。在矿床的氧化带, 常见有较多的铅矾 (PbSO_4)、白铅矿 (PbCO_3)、铅铁矾 ($\text{PbFe}_6(\text{OH})_{12}(\text{SO}_4)_3$)。其他少见的含铅矿物还有砷铅矿 ($\text{Pb}_5(\text{AsO}_4)_3\text{Cl}$)、钒铅矿 ($\text{Pb}_5(\text{VO}_4)_3\text{Cl}$)、磷氯铅矿 ($\text{Pb}_5(\text{PO}_4)_3\text{Cl}$)、钼铅矿 (PbMoO_4)、钨铅矿 (PbWO_4)、铬铅矿 (PbCrO_4) 和铅黄 (PbO)。地表氧化锰矿物, 特别是锰结核中常可吸留有较多的铅。铅在化探方面是找铅锌矿床的重要指示元素之一。

铅的物相分析, 在矿床评价中, 主要测定硫化铅矿物的氧化率, 以划分铅锌矿床的矿石类型。在地质研究中则根据对象的具体情况分相。在化探样品的相态分析中, 主要是查明工业矿物相、次生矿物相和结核相, 也就是以类质同象状态在硅酸盐矿物中的铅和铁、锰氧化物硅酸盐、碳等吸附状态的铅。

一、一般铅矿石和化探试样中铅的物相分析

方 法 提 要

本分析系统提供了一般铅矿石中硫化物相 (主要为方铅矿)、氧化物相 (主要为铅矾和白铅矿)、结合相 (包括铅铁矾和硅酸盐中类质同象铅) 的测定方法。采用乙酸铵—乙酸—抗坏血酸溶液浸取氧化物相, 过滤后的残渣用乙酸铵—乙酸— H_2O_2 溶液浸取, 此为硫化物相, 最后残渣为结合相。分相后溶液可直接用 FAAS (火焰原子吸收光谱法) 法或极谱法测定。铅含量低时, 如化探样品, 则采用碘化物催化极谱法测定。方法适用于一般铅矿石中铅的物相分析 (可用于计算铅矿石的氧化率), 测定时采用高灵敏度的方法, 本方法也可用于化探样品中铅的物相分析。分析流程见下图。



铅矿石中铅的物相分析流程

试剂配制

浸取剂 Pb I 150g/L 乙酸铵—乙酸(3+97)溶液。

浸取剂 Pb II 150g/L 乙酸铵—乙酸(3+97) —H₂O₂(10+90)溶液。

分析步骤

(1) 氧化物相铅的测定。称 0.2~0.5g 试样于 200ml 锥形瓶中, 加 24ml (铅矿石加 49ml), 浸取剂 Pb I、0.5g 抗坏血酸, 加塞, 室温振荡 45min, 取下, 加入 1ml 10g/L 动物胶溶液, 摇匀后, 干过滤, 滤液用小烧杯承接, 用 FAAS 法或波极谱法测定 Pb, 此为氧化物相 Pb。

(2) 硫化物相铅的测定。上述干过滤的残渣用水洗 2~4 次, 弃去滤液, 残渣转入原锥形瓶中, 加 50ml 浸取剂 Pb II, 加塞, 室温振荡 60min, 取下, 过滤于 250ml 烧杯中, 用水洗 2~4 次, 残渣留作下一相测定。滤液

加热至沸腾并出现大气泡时，取下冷却，移入 100ml 容量瓶中，加 2ml 10g/L 动物胶溶液，少许抗坏血酸，以水定容。用极谱法测定 Pb，此为硫化物相 Pb。也可用 FAAS 法测定，这时不加入动物胶。

(3) 结合相铅的测定。将最后的残渣灰化，灼烧后转入塑料杯中，加 15ml HCl，加热溶解片刻，加 5ml HNO₃，继续加热，加 3~5ml HF，继续加热蒸干，反复两次，取下，加 2ml HCl(1+1)，用水洗杯壁，加热溶解盐类，加 20ml 250g/L CaCl₂ 溶液，加抗坏血酸还原 Fe³⁺ 至 Fe²⁺，加 20ml 10g/L 动物胶溶液，移入 50ml 容量瓶中，以水定容，在 0.3~0.65V 下测定 Pb，此为结合相 Pb。

注 意 事 项

(1) 铅矿石氧化率的计算如下：(氧化物相 + 结合相) ÷ 各相和。

(2) 在化探样品的物相分析中，氧化物相即次生矿物相，硫化物相即工业矿物相。

二、含锰结核矿石中铅的物相分析

方 法 提 要

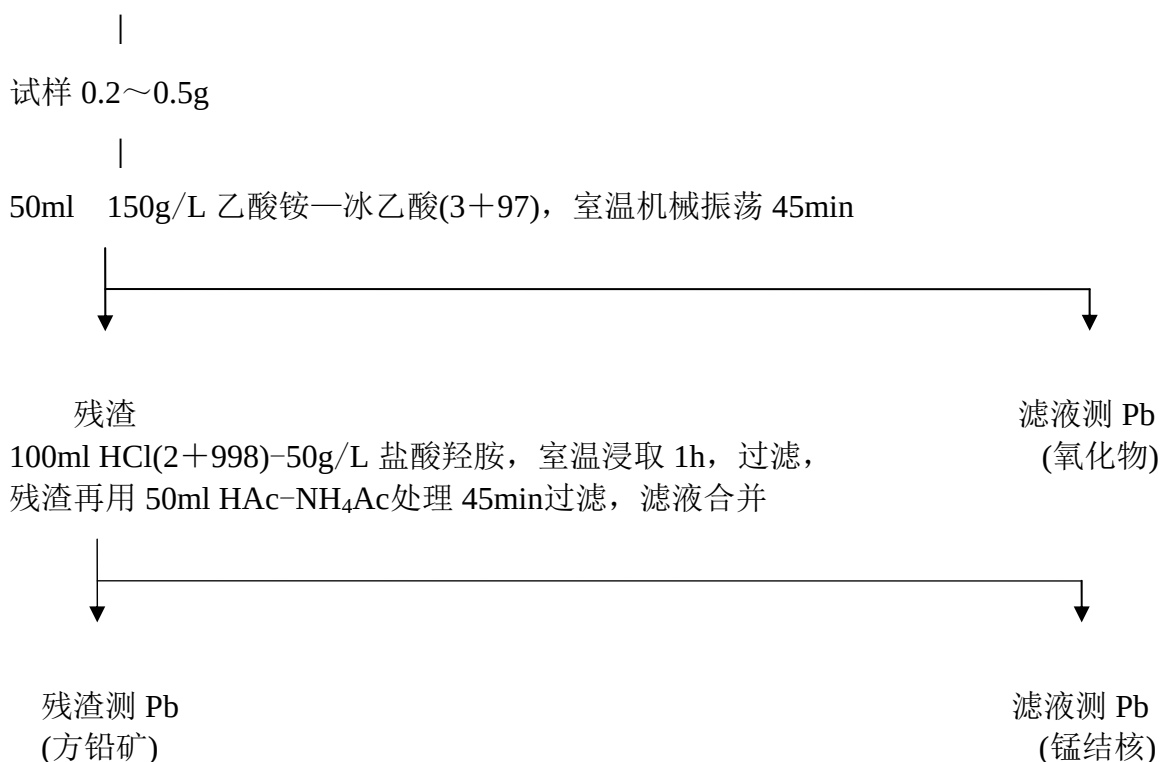
某些有锰结核的铅矿石中富集有大量的铅，这部分铅呈离子状态被锰结核所吸附。本分析系统可测定氧化物相（白铅矿 + 铅矾）、锰结核相和方铅矿相。分析流程见下图。

试 剂 配 制

乙酸(3+97) - 150g/L 乙酸铵溶液 150g 乙酸铵溶于 500ml 水中，加 30ml 冰乙酸，用水稀释至 1L。

HCl - 盐酸羟胺溶液 20~50g 盐酸羟胺溶于水后，加 2ml HCl，用水稀释至 1L。

含锰结核铅矿石



含锰结核矿石中铅的物相分析流程

分 析 步 骤

(1) 氧化物相铅的测定。称 0.2~0.5g 试样于 250ml 烧杯中, 加 50ml 冰乙酸—乙酸铵溶液, 在室条件下浸取 45min, 过滤, 用水洗 3~5 次, 残渣留作下一相测定, 用 FAAS 法或极谱法测定滤液中的 Pb, 此为游离的铅矾和白铅矿中 Pb 之和。

(2) 锰结核相铅的测定。不溶残渣转入原烧杯中, 加入 100mlHCl - 盐酸羟胺溶液, 在室温条件下浸取 1.5h。过滤, 用水洗 5~6 次, 滤液加热蒸发至小体积。不溶残渣转入原烧杯中, 加 50ml 冰乙酸 - 乙酸铵溶液, 在室温条件下浸取 45min, 过滤。合并的滤液加热蒸发至干后, 制成相应的介质, 用 FAAS 法或极谱法测定 Pb, 此为锰结核相铅 Pb。

(3) 方铅矿相铅的测定。第二次浸取后的不溶残渣, 按测定 Pb 全量的方法测定方铅矿中的 Pb。