

www.yskw.ac.cn

## 双硫代比林甲烷比色法测定碲

广东地质局第九实验室 姜辅舜

双硫代比林甲烷是近年来合成的新试剂，它是二安替比林甲烷的衍生物。在分析化学中的应用已有专门论述<sup>[1]</sup>，它已用于多种元素的光度测定，其中应用较多的是铋、金、碲<sup>[2-6]</sup>，但国内尚未见用于测定碲的报导。

本文在前人的基础上试验了双硫代比林

甲烷和碲反应的各种条件，并着重研究了用磷酸三丁酯萃淋树脂分离和富集碲的条件，以及用于实际分析的可能性。

### 实验部分

#### 一. 试剂及主要仪器

双硫代比林甲烷溶液0.2% 称取0.4克双硫代比林甲烷溶于70毫升1:1盐酸中，用

水稀至200毫升，过滤后使用(此溶液限于一周内有效)。

**碲标准溶液** 准确称取0.2502克二氧化碲(光谱纯)于烧杯中，用少量氢氧化钾溶解后，用水移至200毫升容量瓶中，稀至刻度。此溶液每毫升含碲 1 毫克。

取上述溶液 5 毫升于500毫升容量瓶中，用 2N 氢溴酸稀至刻度。此溶液每毫升含碲 10 微克。

SP500型分光光度计，石英比色皿。

**二. 碲和双硫代比林甲烷反应条件**

**实验方法** 取一定量碲于50毫升容量瓶中，加入15毫升异丙醇，1 毫升 2 % 抗坏血酸，5 毫升 0.2 % 双硫代比林甲烷溶液，用水稀至刻度，用 2 厘米比色皿，试剂空白为参比，测量吸光度。

**1. 络合物吸收光谱**

50 微克碲，在 SP500 型分光光度计上，选不同波长进行测量，络合物最大吸收位于 360 毫微米处，试剂的吸收很小。

络合物瞬间形成，并至少稳定 48 小时。

**2. 形成络合物的最佳条件** 显色时盐酸的浓度在 0.01—0.5N 之间其吸收光度为最强。经试验，络合物在有机介质中比水溶液中要灵敏，而几种有机溶剂中以异丙醇为最佳，用量为 15 毫升。显色剂 0.1 % 双硫代比林甲烷用量在 4—10 毫升之间，吸光度基本不变。本试验加入 0.2 % 双硫代比林甲烷 5 毫升。

**3. 共存离子的干扰及消除办法**

由表 1 可见：大多数元素不干扰碲的测定(见表 1)。

为了消除共存元素的干扰和富集碲，本试验采用磷酸三丁酯萃淋树脂反相色层法。

**三. 碲与干扰元素的分离和富集**

**色层柱的制备** 取磷酸三丁酯萃淋树脂(北京第五研究所生产 60—70 目)于烧杯中，用 5 % 碳酸钠浸泡 2 小时，用水洗去碳酸

共存离子的干扰及消除 表 1

共存离子	加入量(毫克)	加入碲(微克)	测得碲(微克)
Ca <sup>2+</sup>	100	30	30.1
Ba <sup>2+</sup>	100	20	21.31
Mg <sup>2+</sup>	100	20	19.3
Al <sup>3+</sup>	50	20	19.8
La <sup>3+</sup>	20	20	20.4
Zr <sup>4+</sup>	20	20	20.0
Th <sup>4+</sup>	10	30	30.0
Ni <sup>2+</sup>	5.0	20	21.1
	20	30	31.1 <sup>(2)</sup>
Ti <sup>4+</sup>	4.0	20	20.7
Mn <sup>2+</sup>	4.0	20	19.6
Nb <sup>5+</sup>	1.0	30	30.8
Ta <sup>5+</sup>	1.0	20	21.3
Ge <sup>4+</sup>	1.0	20	19.7
Y <sup>3+</sup>	10	20	20.0
Be <sup>2+</sup>	5.0	20	19.8
Sr <sup>2+</sup>	5.0	20	20.1
Fe <sup>3+</sup>	0.2	30	30.6
	50	30	30.0 <sup>(1)</sup>
	100	30	29.5 <sup>(2)</sup>
Mo <sup>6+</sup>	0.05	30	30.9
	20	30	31.0 <sup>(2)</sup>
V <sup>5+</sup>	2.0	20	20.5 <sup>(1)</sup>
	10	30	30.0 <sup>(2)</sup>
Cu <sup>2+</sup>	0.01	20	19.9
	20	30	28.8 <sup>(2)</sup>
Co <sup>2+</sup>	0.25	20	20.8
	5.0	30	29.4 <sup>(2)</sup>
Pb <sup>2+</sup>	0.01	20	21.3
	10	30	31.4 <sup>(2)</sup>
Sc <sup>4+</sup>	0.03	20	20.4
	10	30	29.3 <sup>(2)</sup>
As <sup>3+</sup>	0.040	20	21.4
	10.0	30	29.9 <sup>(2)</sup>
Au <sup>3+</sup>	0.01	20	21.3
	0.5	30	31.4 <sup>(2)</sup>
Sb <sup>3+</sup>	0.010	30	31.8 <sup>(2)</sup>
Ga <sup>3+</sup>	1.0	20	20.9
Cd <sup>2+</sup>	0.4	20	19.6
In <sup>3+</sup>	0.25	20	20.0
Cr <sup>6+</sup>	0.001	20	20.4
	0.10	20	20.0 <sup>(1)</sup>
	3.0	30	30.0 <sup>(2)</sup>
W <sup>6+</sup>	0.05	20	19.9

续表

共离子	加入量 (毫克)	加入铋 (微克)	测得铋 (微克)
$\text{Bi}^{3+}$	0.001	20	20.7
	5.0	30	29.8 <sup>(2)</sup>
$\text{Zn}^{2+}$	0.5	20	19.6
	20	30	30.0 <sup>(3)</sup>
$\text{Sn}^{4+}$	0.010	20	21.0
	0.50	30	29.9 <sup>(4)</sup>
$\text{NO}_3^-$	100	20	19.8
$\text{F}^-$	20	20	19.4
$\text{Br}^-$	100	20	20.2
$\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4$	100	20	20.2
EDTA	150	20	20.3
$\text{SO}_4^{2-}$	200	20	20.2
抗坏血酸	500	30	29.7
	500	30	29.2 <sup>(2)</sup>
$\text{PO}_4^{3-}$	100	20	20.9
	500	30	29.0 <sup>(2)</sup>
$\text{HClO}_4$	2000	30	28.4 <sup>(2)</sup>

注：(1) 加入 200 毫克抗坏血酸。

(2) 经磷酸三丁酯萃淋树脂分离。

(3) 用 20 毫升浓盐酸洗涤色层柱。

(4) 显色时，加入 2 毫升 2% 焦磷酸钠掩蔽。

钠，再用 1:1 盐酸浸泡 2 小时，水洗两次后上柱，用水洗至中性。再用 2N 氢溴酸 20 毫升洗涤色层柱后备用。

### 1. 上柱酸度

本试验在氢溴酸介质中进行分离。

取 50 微克铋，用氢溴酸调节酸度。上柱流干后，用同样浓度的氢溴酸 20 毫升分两次洗涤色层柱，用 20 毫升水洗脱铋，淋洗液收集于 50 毫升烧杯中，置于电热板上煮沸溶液至清亮。溶液用水转入 50 毫升容量瓶中，加 1 滴酚酞溶液，用 1:1 氨水调至溶液变红，再用 1:4 盐酸调至无色。以下按实验方法操作。实验表明在 1—6N 氢溴酸介质中，铋均能被磷酸三丁酯吸附，回收完全。本文选用 2N 氢溴酸介质上柱。

2. 淋洗曲线 取 100 微克铋，2N 氢溴酸介质上柱，用水洗脱铋，收集每 2 毫升淋洗液测量铋的回收率。结果见图 1。

结果表明，用 18 毫升水可将铋完全淋洗下

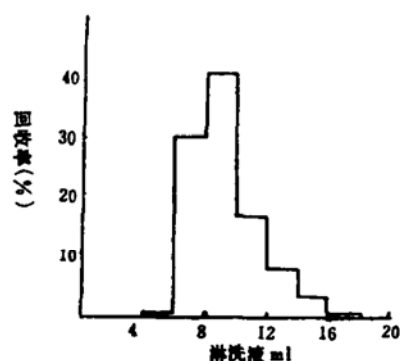


图 1 淋洗曲线

来，洗脱峰集中在 6—16 毫升之间。试验时，弃去最先流出的 2—3 毫升，回收后面 18 毫升淋洗液。

## 试样分析

### 1. 工作曲线

吸取含有 0、50、100、150、200、300、400、500 微克铋的标准溶液分别移入色层柱上，用 20 毫升 2N 氢溴酸分两次洗涤色层柱，流干后，再用 20 毫升 1N 氢溴酸洗涤色层柱后，用 2 毫升水洗涤，流干后，用 18 毫升水洗脱铋。淋洗液收集于 50 毫升烧杯中，置电热板上蒸发至约 10 毫升，用水转入 50 毫升容量瓶中，加入 1 毫升 2% 抗坏血酸、5 毫升 0.2% 双硫代比林甲烷，放置片刻，准确加 15 毫升异丙醇，用水稀至刻度，摇匀。于 ELKO II 比色计上， $S_{88}$  滤光片（或 721 型分光光度计、360nm）2 厘米比色皿，试剂空白为参比测量吸光度。

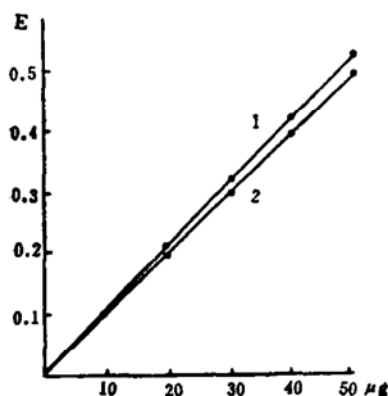


图 2 工作曲线。

1—不经分离，2—经色层分离

## 2. 样品分析

称取0.5—1.0克样品于150毫升烧杯中，加入30—40毫升硝酸，在电热板上缓慢加热分解样品蒸发至几毫升后，加入高氯酸5—10毫升，加热至冒烟，并继续蒸发到湿盐状态（不要蒸干）。加入10毫升2N氢溴酸加热使盐类溶解，过滤，用2N氢溴酸洗净烧杯和滤纸，向滤液中加入0.2—0.5克抗坏血酸，搅拌至溶，溶液的棕色和黄色褪去后，转移至色层柱上。以下按工作曲线手续进行（如样品中含锌较高，可在用2N氢溴酸洗柱后，再用20毫升浓盐酸洗涤色层柱）。

样品分析结果和矿样加标准分析结果列于表2。

样品分析结果（1克样品）表2

样品编号	本法结果 %	原结果 %	加入样品 微克	测得碲 微克	回收率 %
B089	0.00061	0.00058			
B090	0.00059	0.00055			
B001		0.0001	30	32.5	105
B001		0.0001	30	30.4	98.0

本法适用于各种复杂样品中0.000x%以上碲的测定。

## 参 考 文 献

- (1) 章道昆 云南冶金 3, 1979.
- (2) A. B. Долгорев Зав. лаб., 10, 1978.
- (3) A. B. Долгорев Зав. лаб., 9, 1978.
- (4) A. B. Долгорев Зав. лаб., 3, 1974.
- (5) A. B. Долгорев Ж. А. Х., 9, 1974.
- (6) 徐仁英 理化检验(化学分册), 2, 1980.

## Photometric Determination of Te with Bis(thioantipyryl) Methane

Jiang Fu-shun

A photometric method has been developed for determination of Te in ores with bis(thioantipyryl)Methane. The optimum conditions were studied. Over forty diverse ions were examined. Te was separated by reversed phase chromatographic process with TBP in 2 N hydrobromic acid solution. This method can be applied in the concentration range of 0.000x-1% of tellurium.