

经验介绍

微量锑的分离与测定

本文研究了用硼氢化钾(KBH_4)在氮气流下还原锑离子为 SbH_3 气体,可以用少量硝酸汞硫酸溶液吸收,亚锑离子在碘离子存在下,可直接与5-Br-DEPAP萃取比色,经过富集与分离从而更加提高了方法的灵敏度与选择性,扩大了应用范围。本法锑的回收率达92%以上;锑含量在0.04—1微克/毫升呈直线;检测下限为0.02微克/毫升。

一 试剂(所用试剂均为分析纯)

KBH_4 1.25%,用水溶解并加几粒氢氧化钾。

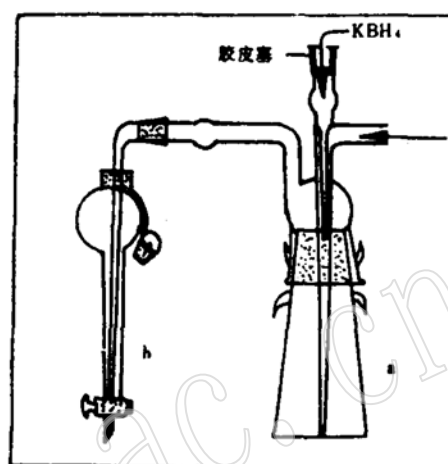
$\text{Hg}(\text{NO}_3)_2$ 10毫克/毫升;称取0.5克 HgNO_3 ,加2毫升浓 HNO_3 加热、氧化并蒸干之,先用少许水溶解,不溶物再加几滴浓硝酸至溶解,转入50毫升容量瓶,冷却并稀至刻度,摇匀。经此处理后的溶液为 $\text{Hg}(\text{NO}_3)_2$ 溶液。

锑标准液:称取光谱纯金属锑0.1250克,加65毫升浓硫酸,加热溶解,冷却后移入250毫升容量瓶中,用水稀至刻度,摇匀,1毫升含0.5毫克锑。吸取此液2毫升,用5N硫酸稀至500毫升,摇匀,此溶液每毫升含2微克锑。

二 实验方法

吸取2微克锑标准溶液于 SbH_3 气体发生瓶中(图a),加3毫升硫酸(1:1),0.5毫升酒石酸(50%),用水稀至10毫升,连结发生瓶,将导气管插入盛有3毫克硝酸汞、2毫升5N硫酸、1滴过硫酸铵(1%)并用水稀至5毫升的吸收液的长颈分液漏斗中(图b),通过流量为0.25升/分钟氮气流,于发生瓶顶部用针筒缓慢地加入15毫升 KBH_4 (1.25%) (分三次加入,每次5毫升),然后加大氮气流至0.5升/分钟,保持5分钟。取出导气管,用少许水洗导气管一次于分液漏斗中,关闭氮气。于长颈分液漏斗中加入1毫升碘化钾(25%),摇匀,放置到出现黄色,加1.5毫升抗坏血酸(15%),摇匀使黄色消失。准确吸取1毫升5-Br-DEPAP乙醇溶液(0.04%)、5毫升醋酸丁酯,萃取1分钟,分层后弃去水相,有机相放入离心管中离心1分钟,在波长615nm处,以同样条件的试剂空白为参比,测其光吸度。

三 共存离子影响



SbH_3 发生与吸收装置

a. SbH_3 发生器 b. 长颈分液漏斗吸收器

根据多金属矿中伴生的常见元素与稀散元素,加入20余种元素,按实验方法萃取比色,结果表明:100微克镉(II)、镍(II)、钴(II)、砷(V)、锰(II)、二氧化钛、三氧化钨、铬(VI)、锆(IV)、铍(IV)、硒(IV),25微克铋(III),40微克钒(V),50微克铈(VI)、铟(III),80微克钨(IV),1毫克钼(VI)、铝(III)、钙(II)、镁(II)、3毫克铁(III),10.1毫克硝酸根离子,18.5毫克EDTA,42毫克柠檬酸,46毫克酒石酸,12毫克草酸,5滴浓磷酸等不影响1微克锑的测定。当有1毫升硫脲(10%)存在时,300微克铜(II)无影响;锌使颜色变红,若用相应空白作参比时,锌(II)量在100毫克以下时无影响;铁(III)有磷酸存在时可扩大允许量;即使有0.5毫升酒石酸(50%)存在时,5微克锡(IV)存在,仍然使锑结果偏高;而硫离子、氟离子存在严重干扰1微克锑的测定。

四 锡化氢分离

以上所述干扰情况,表明本法选择性较好,但对于锡(IV)的干扰,尚需要分离才能满足要求。我们采用强还原剂四氢硼化钾(KBH_4)使生成 SbH_3 ,由氮气流载出,只用少量硝酸汞吸收,即使0.2微克锑也能完全回收(5毫升体积)。

经 SbH_3 发生法分离后,500毫克锌、100毫克铁

无干扰，锡在还原时提高酸度，铋则加大还原剂用量，均可提高允许含量。

五 分析步骤

视含量取样0.0300克—0.3000克于15毫升小烧杯中（杯底直径1.8—2.0厘米），加1—2毫升浓磷酸，在高温电炉上溶解至透明（若试样中含硫化物则予先以5—8滴浓硝酸低温蒸干后，再加磷酸溶

解），稍冷，用水浸取，并洗入50毫升容量瓶中。加30毫升硫酸（1:1）、5毫升酒石酸（50%），用水稀至刻度，摇匀。取5毫升溶液于发生瓶中，加水5—6毫升，以下按实验方法进行操作（同时做试剂空白）。以试剂空白为参比，于波长615nm测定铈的吸光度，工作曲线按实验方法绘制。

结 果 与 对 照

试样名称	孔雀绿比色法结果%	本法结果%			本法平均结果%	标准偏差	相对标准偏差%
铈精矿大样	0.0077	0.0082, 0.0076,	0.0077, 0.0077,	0.0077, 0.0078	0.0078	0.00021	2.6
Z-80-718 铈精矿	0.0076	0.0077, 0.0075,	0.0072, 0.0074,	0.0073, 0.0076	0.0074	0.00017	2.3
ZA-10	0.012	0.015, 0.014,	0.015, 0.015,	0.014, 0.014	0.014	0.00077	5.5

冶金工业部长沙矿冶所 邢曼珏、黄哲民

www.yskw.com