

TBP萃淋树脂分离反相色层富集光度法 测定矿石中的微量锡

广东省地矿局第九实验室 初洪超

CTMAB—苯基荧光酮测定锡，灵敏度高，但选择性差，一般矿样要经分离，常见的是碘化物萃取；复杂样品不易掌握。

本文试验了用TBP萃淋树脂分离反相色层富集苯基荧光酮光度法测定锡，在选定条件下对二十余种共存离子进行了试验，未发现明显干扰。所拟分析流程简单快速，易掌握，克分子消光系数为 $1.48 \times 10^4 \text{ l mol}^{-1} \text{ cm}^{-1}$ ，变动系数3.7%。适用 $10^{-2} \sim 10^{-1}$ 范围多矿种中微量锡的分析。

一、主要试剂

溴化十六烷基三甲基铵(CTMAB)；2%水溶液(热水配制)

苯基荧光酮液：称取0.15克苯基荧光酮，加2毫升1:1硫酸溶解，用无水乙醇洗入500毫升量瓶中，并稀至刻度；摇匀，保存在暗处。

锡标准和工作液：称取光谱线的金属锡，配制成1.3N硫酸溶液。工作溶液10微克 Sn ml^{-1} 。制成50微克 Sn ml^{-1} 的2N盐酸溶液。

TBP萃淋树脂：60~80目(北京五所生产)。

色层柱的装柱：

柱底部垫有少许玻璃纤维，称取6克TBP萃淋树脂，按常规的湿法装柱，柱顶部塞少许玻璃纤维。用2N盐酸平衡柱子、备用。

二、吸附条件试验

1. 吸附酸度：

控制不同的盐酸浓度，加入200微克锡上柱，用苯基荧光酮法测定色层柱流出液中的锡。

试验表明，盐酸在1.0~3.5N浓度范围，吸附200微克锡是完全的，试验选取2.0N浓度上柱。

2. 色层柱的吸附容量：

在2N盐酸介质中，加入不同量的锡上柱，按张在整等*提出的方法测定流出液中的锡。

试验表明在选定条件下，色层柱时10—1000微克锡的吸收，回收率均在97%以上。

三、洗脱试验

1. 洗脱酸度的选择：用不同浓度的硫酸50毫升洗脱200微克锡，锡的回收率均在99%以上。为了保持同前文章*的酸度一致，选用1.3N硫酸淋洗。

2. 洗脱曲线：在上述条件下，20毫升1.3N硫酸可将50微克锡完全洗脱。为了适应显色酸度，选用35毫升1.3N硫酸。

四、干扰离子试验：

取200微克锡，加入不同干扰离子，经色层柱分离，作锡的回收试验。结果表明对下列元素(毫

* 张在整等：全国理化检验学术会资料，1979

克) 如 Fe^{3+} (500), Ca^{2+} (150), Mg^{2+} (100), Cu^{2+} , Zn^{2+} , Ni^{2+} , SiO_2 , SO_4^{2-} , PO_4^{3-} , NO_3^- (50), Sb^{3+} , V^{3+} , Pb^{2+} (20), Co^{2+} , Hg^{2+} , W^{6+} , Cr^{3+} , As^{3+} , Bi^{3+} , Cd^{2+} , Ti^{4+} (10), Th^{4+} , U^{6+} , Be^{2+} (5), Ge^{4+} , Ga^{3+} , Mo^{6+} (0.5) 均不干扰锡的测定。样品溶液经三氯化钛还原呈微红色后上柱, 20毫克铜也不干扰测定。

五、矿样分析

称取矿样0.1000~1.0000克于高铝坩埚中, 加4~6克过氧化钠, 搅匀, 复盖一层过氧化钠, 放入700℃马弗炉中熔融至透明流体, 取出冷却, 用40毫升水提取, 加热煮沸数分钟, 取下冷却, 加入25毫升浓盐酸, 水洗出坩埚, 溶液转入量瓶中, 分取部分溶液上柱, 待流干后, 用20毫升1N盐酸洗柱。用1.3N硫酸35毫升洗脱锡于50毫升容量瓶中。滴加0.5%高锰酸钾至红色, 用4%抗坏血酸滴至红色褪去并过量4滴, 再加入0.02M草酸2毫升, 50%柠檬酸2毫升, 摇匀, 加2%CTMAB2.5毫升, 摇匀, 加0.03%苯基荧光酮乙酸溶液5毫升, 水稀至刻度, 摇匀, 放置10分钟后于510nm处, 1厘米比色皿, 以试剂空白作参比测其吸光度, 同标准系

列比较之。

标准系列

取0、2.5、5、10……微克锡于50毫升容量瓶中, 补加1.3N硫酸至35毫升, 以下操作同矿样分析。

标准偏差和变动系数:

取0.019%样品, 经15次平行分析, 计算方法的标准偏差为0.072%; 变动系数为3.73%。

样品对照

矿样名称	锡的含量%	
	本法结果	原结果
管理样D007	0.082	0.083
// D009	0.030	0.030
83AB ₃ *~261	0.037	0.036
83AB ₃ ~263	0.048	0.046
80AB ₂ ~原1	0.162	0.165
80AB ₂ ~原2	0.168	0.167

* 83AB₃~样品为我室选冶样品。

讨论: 1. 盐酸中含锡量不同, 用前应作检查。

2. 络合物稳定6小时以上。

Photometric Determination of Micro Amount of Tin in Minerals by Reverse Phase Chromatographic Separation with TBP Extraction Resin

Chu Hong-zao

A simple and highly selective photometric determination of micro amount of tin is based on reverse phase chromatographic separation with TBP extraction resin. More than twenty kinds of metals in minerals did not interfere. Its molar absorptivity is $1.48 \times 10^5 \text{ l mol}^{-1} \text{ cm}^{-1}$ at 510 nm. The C. V. for sample containing 0.019% of Sn is 3.73% ($n=15$). The measurable concentration range is $n \times 10^{-3} - 10^{-1}$ % of tin.