

氢化物分离, 苯芴酮-OP-CPB光度法测定矿石中的锡

苯芴酮光度法测定锡是一个比较灵敏的分析方法, 特别是引入 CPB-CTAB 等胶束增溶剂后, 灵敏度就更高了。不过苯芴酮与锡的反应并非特效反应, 需要经过一定的分离手续。本文试用原子吸收测定锡的氢化物分离法, 将分离出的还原性气体—四氢化锡导入高锰酸钾溶液中氧化成四价锡, 进行苯芴酮显色。方法简便, 用于复杂矿样中 0.005—0.5% 锡的测定。

一、仪器与试剂

72型分光光度计, 使用 1 厘米和 3 厘米比色皿;

2% 硼氢化钾溶液: 2 克硼氢化钾溶于 100 毫升蒸馏水中, 然后用 1 毫升 10% 氢氧化钠溶液碱化;

0.03% 苯芴酮酒精溶液: 称取 0.15 克苯芴酮, 用 2.5 毫升 1+1 硫酸与 100 毫升乙醇微热溶解之, 并以乙醇稀至 500 毫升, 摇匀, 放置暗处;

2% CPB (溴化十六烷基吡啶) 溶液: 2.5 克 CPB 加 20 毫升酒精和 80 毫升蒸馏水微热溶解之;

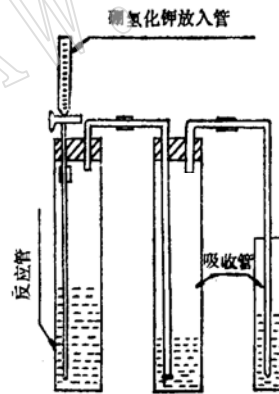
5% OP 乳化剂 (聚乙二醇辛基苯基醚) 溶液: 5 毫升 OP 乳化剂溶于 95 毫升蒸馏水中;

锡标准溶液: 称取纯金属锡 0.1000 克于 300 毫升锥形瓶中, 加 1+1 硫酸 100 毫升, 加热溶解 (随时加入少量水, 保持不冒烟), 待锡溶解后, 冷却, 移入预先盛有 100 毫升 1+1 硫酸的 1000 毫升容量瓶中, 用蒸馏水稀至刻度, 摇匀。此溶液每毫升 100 微克锡;

分取上述标准液 100 毫升于 1000 毫升容量瓶中, 用 10% 硫酸稀至刻度, 摇匀, 此溶液每毫升含 10 微克锡。

二、试验方法

吸取含 1~40 微克锡于 50 毫升比色管中, 加 20% 酒石酸 2.5 毫升, 一滴 0.1% 溴甲酚绿指示剂, 用 10% 氢氧化钠调至溶液颜色由黄色至兰色, 然后加入 5% 硫酸 4 毫升、5% 硫脲—抗坏血酸 5 毫升, 用蒸馏水稀至 25 毫升并摇匀。另取一支 50 毫升比色管和一支 25 毫升比色管, 都加入 5N 硫酸 4 毫升和 0.05N 高锰酸钾 5 毫升, 摇匀。用导管将三支比色管联接好 (如图 1 所示), 然后从滴定管中慢慢放入 2% 硼氢化钾液 15 毫升 (2—3 分钟加完) 进行氢化反应。作用完后, 将二管吸收液合并, 加入 1 毫升 50% 的酒石酸—柠檬酸混合液, 2 毫升 5% 的抗坏血酸, 摇匀, 使高锰酸钾颜色褪去, 接着加入 1 毫升 2.5% CPB, 1 毫升 5% OP 乳化剂和 2 毫升 0.03% 苯芴酮显色剂, 用水稀释至刻度, 摇匀。过 10 分钟后在 72 型分光光度计上于 520 毫微米处, 用 1 厘米或 3 厘米比色皿, 以试剂空白作参比测定吸光度。



氢化反应装置图

有关氢化条件和显色条件等已有报导, 在此不再赘述。

四、分析手续

称取矿样 0.1~0.25 克于 10 毫升高铝坩埚中, 加 2 克氟氢化铵, 搅匀, 复盖一层, (下转 392 页)

(上接 378 页)

放电炉上加热冒烟直至干涸, 冷却后加 2 克过氧化钠, 搅匀后再复盖一层, 放坩埚于已升温至 700℃ 的马弗炉中熔融 10 分钟, 取出稍冷, 放入 50 毫升烧杯中, 用 1% 磷酸钠侵取, 并洗出坩埚, 放冷后移入 50 毫升容量瓶中, 稀释和摇匀。

吸取清液 2~10 毫升比色管中, 其余手续同试验方法。

用 1% 磷酸钠溶液浸取, 并洗出坩埚, 放冷后, 移入 50 毫升量瓶, 定容, 摇匀。

标准曲线绘制 吸取含 0.1.0.2.5. 5. 10.20.30.40 微克锡于 50 毫升比色管中, 加酚酞指示剂一滴, 用 10% 氢氧化钠中和至红色, 加 8 毫升 5N 硫酸和 10 毫升 0.05N 高锰酸钾, 其余手续同矿样分析手续。最后用 1 厘米或 3 厘米比色皿测定消光, 绘制二条工作

曲线。

五、分析结果

本法与冶金部第一勘探公司中心实验室的氢化原子吸收结果和湖南冶金地质 238 队容量法结果作了对照, 数据列于表中。本法对样品含量 0.064% 锡进行了 8 次试验, 其变动系数为 3.06%。

分析结果对照

化验编号	本法结果(%)	外单位结果(%)
1	0.0025	0.0022
2	0.0074	0.0071
3	0.064	0.060
4	0.12	0.14
5	0.30	0.32
5	0.44	0.44

湖南冶金地质研究所 郭少云 黄锦莲