

阴离子交换色谱分离和测定微量单矿物方铅矿和闪锌矿中铜、铅、锌、银、铋、镉、锰、钴和镍等元素

罗嘉莉

湖北地质实验室

微量单矿物方铅矿和闪锌矿中主体元素和痕量元素的多项分析,作者根据金属元素在阴离子交换树脂上与在盐酸⁽¹⁾、氢溴酸⁽²⁾、硝酸⁽³⁾、硫酸⁽⁴⁾溶液之间的行为差别,试验了用阴离子交换色谱分离的条件,选用不同浓度的盐酸溶液洗提铜、钴、镍、锰、铅和银;氢溴酸溶液洗提锌;硝酸溶液洗提镉;最后用硫酸溶液洗提铋。本文所拟定的分析流程简便,试用于微量单矿物方铅矿和闪锌矿中九个元素的测定,效果较好。

实验部分

一、主要试剂

阴离子交换柱:取内径0.5厘米、长18厘米、上端附有圆型漏斗的硬质玻璃管,装入已纯化了的717阴离子交换树脂(上海树脂厂,破碎分级50—100网目),流速为0.4—0.6毫升/分。每次交换前应依次用20毫升水、20毫升3N硝酸溶液,20毫升2N盐酸溶液再生。

所用洗提剂中酸的浓度均应标定。

二、树脂床高度的选择

铅在2N盐酸溶液中分配系数较小(约接近25),树脂床高度对铅与铜、钴、镍和锰等元素的分离有较明显的影响。我们试验了将200微克铅和铜溶液

三份, 经处理后制成 2N 盐酸溶液 5 毫升, 分别注入已经 2N 盐酸溶液平衡了的内径为 0.5 厘米, 树脂床装填至 5 厘米、10 厘米和 18 厘米高度的三支交换柱中, 用 2N 盐酸溶液洗提, 每 2 毫升收集一次, 将部分收集的流出液, 按样品分析手续测定铅和铜的含量, 结果见图 1。

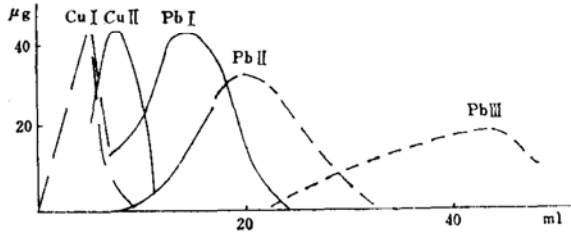


图 1 不同柱高对 Cu 与 Pb 分离的影响

Fig 1 Effects of different high Column in separation of Cu and Pb
Cu I 5cm Cu II 18cm Pb I 5cm Pb II 10cm
Pb III 18cm

三、连续洗提曲线

分取各含有 25—2000 微克铜、铅、锌、银、镉、铋、钴、镍、锰和 500 微克铁标准溶液于 50 毫升烧杯中, 移入电热板上蒸干, 再加 2 毫升盐酸蒸干两次, 取下冷却, 加 5 毫升 2N 盐酸溶液, 微热, 使盐类溶解, 冷却, 倾入已再生好的交换柱中, 以约 0.4—0.6 毫升/分的流速流经交换柱 (717 强碱性阴离子交换树脂, 0.5 × 18 厘米, 50—100 网目), 按分离流程连续洗提各元素见图 2

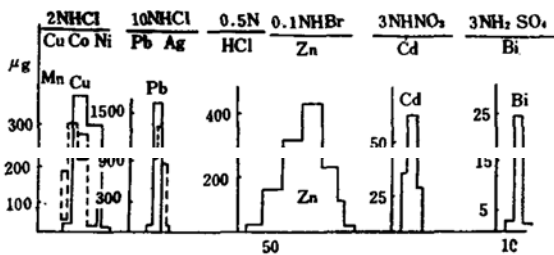


图 2 洗提曲线

Fig 2 Elution curves

结果和讨论

一、分离条件

金属元素在阴离子交换树脂上与在盐酸、氢溴酸、硝酸、硫酸溶液之间的行为已有详细研究。镍和锰在任何浓度的盐酸溶液中均不被阴离子树脂吸附, 铜和钴在低浓度盐酸溶液中也不被吸附。因而选用 2N 盐酸洗提上述元素。而锌、银、镉和铋的

分配系数均大于 10², 仍留在柱上, 但在此条件下, 铅的分配系数约为 25, 要使铅能完全被柱吸附, 必须增长交换柱, 实验证明, 取 0.5 × 18 厘米树脂床为好。

铁在 2N 盐酸溶液中, 可洗提出 90%, 铁仅达到大致分离的目的。

用 10N 盐酸溶液洗提铅和银。锌在低浓度氢溴酸溶液中分配系数小于 1, 而镉和铋的分配系数均大于 10³, 故选用 0.1M 氢溴酸为锌的洗提剂, 达到锌与镉铋的相互分离。

镉在阴离子交换树脂上与在任何浓度的硝酸溶液中均不被吸附, 但是铋在 5N 硝酸溶液中分配系数最大, 考虑到硝酸浓度太大, 对树脂不利, 故选用 3N 硝酸溶液为镉的洗提剂, 可与铋分离。

在 3N 硫酸溶液中, 铋的分配系数最小, 选用 3N 硫酸溶液为铋的洗提剂。

二、样品分析

称取 10 毫克样品于 25 毫升烧杯中, 用水湿润, 加入 5 毫升盐酸, 移入电热板上加热至沸并保持数分钟, 加入 2.5 毫升硝酸继续加热至样品分解完全, 将烧杯移至低温处蒸干, 用 2 毫升盐酸重复蒸干两次, 取下, 加 5 毫升 2.0N 酸盐溶液, 微热, 使盐

表 1 分析结果对照

Table 1 Comparison of analytical results

矿样	样号	Pb		Zn		Cu	
		本法 (%)	半微量 (%)	本法 (%)	半微量 (%)	本法 (%)	半微量 (%)
闪锌矿	25336	0.160	0.160	62.44	62.24	0.064	0.060
	25337	0.660	0.670	62.93	61.47	0.173	0.165
	锌精	0.500	0.500	50.78	50.10	0.243	0.242
方铅矿	25339	85.67	85.44	0.274	0.286	0.008	
	25341	82.51	82.63	0.390	0.383	0.004	
	铅精	50.44	49.01	8.95	8.35	0.53	0.50
矿样	Ag		Cd		MnO		Bi
	本法 (%)	半微量 (%)	本法 (%)	半微量 (%)	本法 (%)	半微量 (%)	
闪锌矿	0.004	0.002	0.422	0.421	0.005	0.004	0.015
	0.002	0.006	0.210	0.222	0.005	0.004	0.067
	0.023	0.021	0.355	0.368	0.032	0.032	0.044
方铅矿	0.101	0.102	0.005	0.005			0.016
	0.107	0.117	0.005	0.006			0.020
	0.067	0.072					0.019

类溶解, 冷却。

将上述溶液倾入已再生好的交换柱中, 待流完后, 用15毫升2.0N盐酸溶液洗净烧杯及漏斗, 同时洗提铜、钴、镍和锰; 再相继用15毫升10.0N盐酸溶液洗提铅和银; 5毫升0.5N盐酸溶液洗交换柱; 30毫升0.10M氢溴酸溶液洗提锌; 15毫升3.0N硝酸溶液洗提镉; 最后用20毫升3.0硫酸溶液洗提铋, 将前5毫升流出液弃去, 准确收集15毫升。

各元素测定方法如下: 铜—催化极谱法(抗坏血酸、氨基乙酸、硫氰酸钾体系); 钴镍—催化极谱法(磺基水杨酸、氯化铵、氢氧化铵、丁二脲体系); 锰—高碘酸钾比色法; 铅—催化极谱法(抗坏血酸、氨基乙酸、硫氰酸钾、碘化钾体系); 银—

原子吸收法; 锌—催化极谱法(α - α -联吡啶体系); 镉—催化极谱法; 铋—催化极谱法。按拟定方法测得结果如下。

参考文献

1. Krous K. A. et al., Proc. Intern. Conf. peaceful USes Atomic Energy. Geneva, 79, 113. 1956.
2. Klakl E. et al., Talanta, 16, 1177; 1969
3. Kock. O. G. et al. Handbuck der spuren-analyse. Teil 730, 1974.
4. Strelow F. W. E. et al. Anal Chem., 39. 595.1967.

Determination of Cu, Pb, Zn, Ag, Bi, Mn, Co, and Ni in Galena and Blende Mineral by Anion Exchanger Separation

Luo Jia-li

The acidic sample solution was passed through a small column contining 717 anion exchanger. The various eluents were found separately for Cu, Pb, Zn, Ag, Bi, Mn, Co and Ni. These elements were determination by polarography, spectrophotometry and aas method separately. The measured data of above elements were given.