

碘化物萃取原子吸收分光光度法连续测定矿石中的锑和铋

李 雅 儒

(青海地质局中心实验室)

矿石中的锑、铋通常是利用其与碘离子分别生成黄绿色的碘化锑络阴离子 SbI_4^- 、黄色的碘化铋络阴离子 BiI_4^- 而进行比色测定^[1-3]。由于锑、铋在分析化学性质上的差异,试样的分解方法,显色条件亦有所不同,故往往是分别取样测定,有分析周期过长的缺点。利用碘化物萃取原子吸收分光光度法测定铋,已应用于矿石及铁合金中^[4,5]。Luke^[5]研究了在含碘化物的5%盐酸介质中,用甲基异丁基酮(MIBK)可定量萃取锑、铋等金属元素。Headrige^[6]制定了在2.3M盐酸、0.09M抗坏血酸、0.2M碘化钾条件下,用MIBK萃取原子吸收分光光度法测定铁合金中微量铋的方法,并在该文中提及,只要稍加变更即可在一份试样中同时测定铁合金中的锑。

本文试验了在20%盐酸介质中,用抗坏血酸使铁(Ⅲ)还原至铁(Ⅱ),以MIBK萃取锑、铋与碘化钾生成的络合物采用空气-乙炔火焰原子吸收分光光度法连续测定的条件。45种常见元素在实验量的范围内无干扰。锑在0—350微克、铋在0—300微克内符合比尔定律,为一通过原点的直线。经空矿回收和初步生产考验,表明方法选择性好、简便、快速、准确,宜于一般岩石矿物中锑、铋的连续测定。

实 验 部 分

(一) 仪器与试剂

1. 仪器:日立-508型原子吸收光谱仪。锑、铋空心阴极灯。

2. 主要试剂

抗坏血酸,15%溶液(新鲜配制)

碘化钾,2M溶液(新鲜配制)

铋标准溶液:称取0.0599克光谱纯三氧化二铋溶于100毫升盐酸中。溶液移入500毫升容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀,此溶液每毫升含0.1毫克铋。

锑标准溶液:称取0.5000克光谱纯金属铋溶于王水中。蒸干后用5毫升盐酸赶一次硝酸,加入1:1盐酸200毫升,微热使残渣完全溶解。溶液移入500毫升容量瓶,用水稀释至刻度,摇匀,此溶液为每毫升含1毫克铋。将上述溶液再稀释为每毫升含50微克铋的20%盐酸溶液。

(二) 仪器工作条件(见表a)

(三) 萃取条件试验

1. 工作曲线:分别吸取0、50、100、150……350微克铋的标准溶液和0、25、50、75、100……300微克锑的标准溶液放入50毫升分液漏斗中。补加浓盐酸至8毫升,依次加

表 a

	锑	铋
波 长 (埃)	2175.9	2280.6
空气流量 (升/分)	7	8
乙炔流量 (升/分)	1.25	1.25
灯 电 流 (毫安)	7	14
燃烧器高度 (格)	2.0	1.5
前 狭 缝 (档)	2(0.4nm)	2(0.4nm)
后 狭 缝 (档)	1(0.2nm)	2(0.4nm)

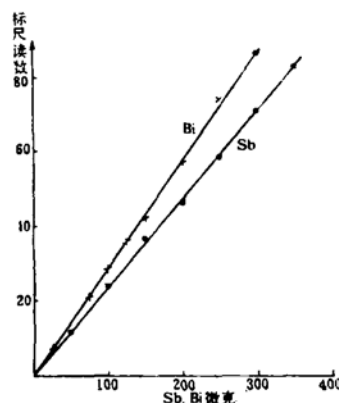


图 1 锑、铋工作曲线

入 15% 抗坏血酸溶液 5 毫升, 2M 碘化钾溶液 5 毫升。用水稀释至 40 毫升 (每加一种试剂后都混合均匀)。加入 10 毫升 MIBK, 剧烈震荡 60 次, 分层后弃去水相。按选定的仪器工作条件测量有机相的吸收值。绘制的工作曲线如图 1 所示, 0~350 微克锑、0~300 微克铋均为通过原点直线。

2. 盐酸用量的影响: 分取 100 微克锑及 50 微克铋标准溶液于 50 毫升分液漏斗中。依次加入不同量的盐酸, 15% 抗坏血酸溶液 5 毫升, 其余同工作曲线的手续。试验表明盐酸酸度锑在 10~35%; 铋在 5~40% 均无影

共存元素干扰实验结果

表 1

共存元素	加入量 (毫克)	回收锑 (微克)	回收铋 (微克)	共存元素	加入量 (毫克)	回收锑 (微克)	回收铋 (微克)
Na	200	99.4	49.7	Sn	10	97.4	51.0
K	50	99.7	48.6	Hg	5	100.0	50.0
Ca	100	99.7	50.5	Ag	3	99.8	50.7
Sr	50	97.9	49.3	Se	0.3	102.5	50.4
Ba	100	99.4	50.0	In	0.2	99.8	51.3
Mg	150	98.5	47.9	Nb	0.5	101.1	50.0
Mn	50	100.4	48.8	Ta	0.5	98.5	51.3
Cd	20	99.3	48.8	Be	0.2	97.4	50.0
Pb	20	98.9	49.7	Li	10	100.0	51.3
Zn	20	100.4	48.8	Ti	5	100.0	50.4
Co	20	99.7	49.9	Ga	0.5	100.0	49.5
As	10	101.5	50.0	Ge	0.5	101.1	49.5
MoO ₃	10	100.4	48.8	Tl	0.5	100.0	49.5
V	10	100.4	49.2	CeO ₂	0.5	98.5	49.6
Cr	10	99.4	49.3	Rb	1	100.4	47.9
Te	2	100.6	50.9	Cs	1	98.5	49.1
La	0.2	99.7	49.7	Fe	200	99.4	52.9
Y	0.5	99.6	51.3	SiO ₂	18	100.2	51.1
Al	50	100.5	51.5	PO ₄ ³⁻	50	101.4	49.1
Ni	20	99.6	50.4	NO ₃ ⁻	300	98.5	50.0
WO ₃	5	100.6	49.5	SO ₄ ²⁻	500	100.4	47.6
Cu	20	99.4	50.4	F ⁻	2	99.4	47.9
B	2.5	98.5	49.8				

响。选用了20%盐酸酸度。

3. 硫酸用量的影响：在20%盐酸介质中加入不同量的硫酸，其余同工作曲线的手续，试验结果证明硫酸对锑、铋的测定均无影响。

4. 碘化钾用量的影响：变化2M碘化钾溶液的加入量，其余同工作曲线的手续，试验表明碘化钾用量在2~12毫升内，保持有最大吸收值，选用2M碘化钾溶液5毫升。直至加入12毫升均对锑、铋无影响。本实验采用加入2M碘化钾溶液5毫升。

5. 抗坏血酸用量的影响：铁(Ⅲ)的存在严重影响锑、铋的测定。为此进行了单独锑、铋及其与200毫克铁(Ⅲ)共存时抗坏血酸用量的影响，试验结果，抗坏血酸加入量在4毫升以上吸收值均属稳定。本法选用15%抗坏血酸溶液5毫升。

6. 萃取时间的影响及萃取率实验：在拟定的条件下，锑、铋的碘化物极易被MIBK萃取。为操作方便我们采用震荡次数表示。剧烈震荡40次两相可达平衡。我们选用震荡60次。

在拟定的条件下还进行了萃取率的实验。锑、铋的碘化物不仅极易被MIBK萃取，而且是定量地被萃取。锑的萃取率>97%、铋的萃取率>95%。

7. 共存元素的影响：于一系列含100微克锑、50微克铋的溶液中，分别加入45种干扰元素。按前述工作曲线之操作手续，结果表明这些元素在实验量范围内对锑、铋的测

定均无影响(见表1)

样 品 分 析

(一) 分析步骤

准确称取0.1~0.5克试样放入150毫升烧杯中，用少量水润湿样品，加入10毫升盐酸和5毫升硝酸，于低温电热板上加热至样品分解完全。吹洗表皿和杯壁，继续加热。当溶液蒸发至干时应立即取下(防止锑可能以三价状态挥发而使结果偏低)。加入20毫升水和20毫升盐酸，微热使盐类溶解。冷却后溶液转入100毫升容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀备用。

分取清液20毫升于分液漏斗中，补加盐酸至溶液的盐酸量为20%。依次加入15%抗坏血酸溶液5毫升，2M碘化钾溶液5毫升，用水稀释至40毫升，然后加入10毫升MIBK，剧烈振荡60次。分层后按选定的仪器工作条件，分别测定有机相中锑和铋的吸收值，从工作曲线上求得锑、铋的含量。

(二) 空矿回收实验及分析结果对照

称取0.2克磁铁矿、铜矿、花岗岩等三个不含锑、铋的矿物岩石管理样，加入一定量的锑、铋标准溶液，按样品分析操作手续。结果表明锑、铋的回收情况良好(见表2)。

从空矿回收率及初步生产考验结果来看(见表3)，本法适宜于一般岩石矿物中锑、铋的连续测定。

空 矿 回 收 实 验 结 果

表 2

空 矿 样 品	金管001 (磁铁矿)			金管072 (铜矿)			非管062 (花岗岩)	
锑加入量(微克)	250	300	300	200	300	500	200	300
回 收 锑(微克)	250	315	310	192.5	295	492.5	205	
铋加入量(微克)	200	250	300	150	250	300	100	
回 收 铋(微克)	197.5	252.5	300	150	250	315	107.5	

矿样分析结果对照

表 3

样 品 号	本法测得锑 (%)	硫脲比色法 测锑(%)	误 差	本法测得铋 (%)	碘化钾萃取比 色法测铋(%)	误 差
777 HG 75	0.19	0.17	+0.02	0.145	0.150	-0.05
76	0.18	0.18	0	0.039	0.038	+0.01
77	0.21	0.21	0	0.027	0.025	+0.02
78	0.20	0.21	-0.01	0.048	0.045	+0.03
80	0.26	0.26	0	0.034	0.036	-0.02
776 HG 34	0.06	0.05	+0.01	0.054	0.050	+0.04
36	0.58	0.60	-0.02	0.040	0.045	-0.05
37	0.52	0.49	+0.03	0.060	0.060	0
38	0.03	0.02	+0.01	0.038	0.040	-0.02
39	4.10	4.00	+0.10	0	0	0
40	0.07	0.06	+0.01	0	0	0

147 (1972)

参 考 文 献

- 〔1〕 岩石矿物分析, 地质出版社, 395 (1973)
- 〔2〕 矿物原料分析, 中南冶金地质研究所, 69 (1971)
- 〔3〕 矿物岩石分析, 湖北省地质实验室, 143, (1967)
- 〔4〕 李醒夫、刘棕《青海地质实验室》, 第1期 (1977)
- 〔5〕 J. A. Headridge, J. Richardson. Analyst. 95, 930 (1970)
- 〔6〕 C. L. Luke. Anal. Chim. Acta, 39, 447 (1967)

Simultaneous Determination of Antimony and Bismuth in Minerals by Atomic-absorption spectrophotometry

Li Yaru

Abstract

A method based on the solvent extraction of antimony and bismuth iodides with methyl isobutyl ketone (MIBK) followed by a. a. s. determination has been studied. 45 common elements do not interfere. The results are in good agreement with those obtained by the photometric method with thiourea for antimony and by extraction spectrophotometric method with potassium iodide for bismuth.