

原子吸收法测定矿石中高含量铈

申 云

广东省地矿局矿产综合利用研究所

摘要 原子吸收法测定矿石中0.05~X%的铈已有报道^[1,2],但原子吸收法测矿石中高含量铈,尚未见报道。本文以盐酸、硝酸分解样品,用柠檬酸防止在盐酸溶矿时铈以三氯化铈形式挥发和铈的水解。在空气—乙炔火焰中,用铈的次灵敏线231.2nm测定0.X~60%的铈。用拟定的方法测铈时速度快,选择性高,重现性好,砷及大多数元素不干扰测定。

实验部分

一、试剂

盐酸(AR);硝酸(AR);柠檬酸(AR),配40%溶液使用;铈标准溶液:准确称取1.0000克铈粉(GR),用盐酸20毫升在低温溶解后,移入已盛有180毫升盐酸的1000毫升容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀,此溶液每毫升含1毫克铈。

二、仪器及工作条件

仪器:GGX-I原子吸收光谱仪。

工作条件:铈空心阴极灯,灯电流

6mA;波长:231.147nm;单色器通带0.15nm;空气—乙炔微贫火焰,吸收位置在清晰不发亮的氧化焰中。

三、实验方法

在50毫升容量瓶中加入一定量的铈标准溶液,加40%柠檬酸溶液1毫升,王水2~3毫升,用水稀释至刻度摇匀,按选定的仪器工作条件进行原子吸收测定。

结果与讨论

1. 王水浓度对测铈的影响试验

于50毫升容量瓶中,加入铈的标准10毫

表 1 王水浓度对测定锑的影响

王水浓度 (%)	Sb加入量 (ppm)	Sb回收量 (ppm)	回收率 (%)
1	200	196	98.0
2	200	200	100.0
7	200	198	99.0
11	200	199	99.5
15	200	201	100.5

克,用不同王水浓度,按实验方法测定,结果如表1,王水浓度1%~15%对测定无显著影响,王水浓度选用2~6%。

2. 柠檬酸对测锑的影响试验

取10毫克锑,加入不同量的柠檬酸或柠檬酸钠,按实验方法测定,结果如表2所示,柠檬酸或柠檬酸钠0.2~2克用量对结果均无影响。

3. 柠檬酸防止三氯化锑挥发试验

表 2 柠檬酸用量对测定锑的影响

柠檬酸用量 (克)	Sb加入量 (ppm)	Sb回收量 (ppm)	回收率 (%)
0.2	200	200	100.0
0.4	200	201	100.5
0.6	200	200	100.0
0.8	200	202	101.0
1.0	200	200	100.0
2.0	200	199	99.5

在100毫升烧杯中,加入10毫克锑标准,加浓盐酸10毫升,加入不同量的柠檬酸,加热蒸干,然后加王水3~5毫升,移入50毫升容量瓶中,按实验方法测定,结果如表3所

表 3 柠檬酸防止三氯化锑挥发试验

样品号	三氯化锑盐酸溶液蒸干情况	加入Sb (ppm)	回收Sb (ppm)	回收率 (%)
1	干固	200	167	83.5
2	基本干	200	194	97.0
3	基本干,存在0.4克柠檬酸	200	200	100.0
4	同上	200	201	100.5
5	干固,存在0.4克柠檬酸	200	200	100.0
6	基本干,存在0.4克柠檬酸钠	200	201	100.5
7	干固,存在0.4克柠檬酸钠	200	200	100.0

示,实验表明,柠檬酸完全可以防止在盐酸溶液中三氯化锑的挥发损失。实际工作中溶矿时只蒸至剩余2~3毫升王水即可。

4. 共存离子的影响及消除

资料^[2]介绍原子吸收法测定Sb,常见元素对Sb的测定无干扰,试验证明浓度为5000 ppm As对测定也不干扰。硫酸存在量不高于1%对测锑无影响,高于1%时使结果偏高,并随硫酸浓度增大而增高。辉锑矿中的硫,可在溶矿时先加盐酸,以硫化氢形式除去大部份。由于取样少只要不引进硫酸,可不加氯化钡。

5. 标准曲线的线性范围

按实验方法配制锑的标准,0,5,25,50,75,100,……300ppm,实验结果表明0~200ppm Sb范围工作曲线成线性关系。

矿石分析

一、分析手续

准确称取样0.1~1g于150ml烧杯中,以40%柠檬酸(约0.5~1ml)湿润,加盐酸10ml,加热分解约五分钟,加硝酸5ml,盖上表皿,加热煮沸数分钟(直至体积2~3ml),取下冷却,根据估计含量移入100~500ml容量瓶中,用水冲稀至刻度,摇匀,澄清或干过滤后按工作条件与标准系列同时测定并求出锑的含量。

表 4 矿样分析结果对照

No	溴酸钾容量法Sb %	本法Sb %	No	硫酸锑容量法Sb %	本法Sb %
1707	48.88	48.48	862201	63.45	64.08
1724	12.06	12.06	862201	63.10	63.80
1789	61.65	61.83	870336	29.66	29.55
1790	53.48	52.63	870337	80.48	78.90
1791	61.24	60.73	Co22	11.96	12.09
870099	15.57	15.60	连锑原(物)	20.02	20.14
临—2	38.35	38.37	连锑原(物)	20.13	20.09
870322	58.62	58.53	Co22	12.10	12.04

工作曲线的配制, 按实验方法配制 0, 2.5, 5, 10, 25, 50, 75, 100, 110, 120, 130……200ppm 锑, 根据测量需要选用其部份进行测量, 绘制曲线。

二、矿样分析结果 (见表4)

三、方法精密度

按分析手续, 对 Co22 管理样作十五次测定求得其平均含量为 12.08%, 标准偏差

为 0.14, 变动系数为 1.16%

参 考 文 献

(1) Немобрук А. А. «Аналитическая Химия Сурьмы» Ц. «наука», Стр. 88, 1978.

(2) 岩石矿物分析编写小组,《岩石矿物分析》, 地质出版社, 831页, 1974年。

〈收稿日期: 1988年4月27日〉

Determination of Antimony in Ores and Minerals by AAS

SHEN Yun

(Institute of Comprehensive Utilization of Minerals, Guangdong
Bureau of Geology and Resources)

A study of flame AAS determination of 0. x-60% antimony in ores and minerals has been worked out. Citric acid is used to prevent the volatilization and hydrolysis of antimony. Determining at 231.2nm line gives reproducible and accurate results.