

连续滴定法测定矿石及合金中砷锑含量

王 津, 戴凤英

(广州有色金属研究院分析测试中心, 广东 广州 510650)

摘 要: 用浓硫酸溶样,在一定温度下,先用硫酸铈滴定,再用溴酸钾滴定,可分别计算出Sb和As的含量。该法操作简单、测定快速,相对标准偏差小于1.5%,适用于常规的矿石和合金中砷锑的测定。

关键词: As; Sb; 硫酸铈; 溴酸钾; 连续滴定

中图分类号: O655.2

文献标识码: B

矿石中砷锑的分析方法一般有容量法、比色法和CP-AES法。容量法适用于测定中高含量的砷锑,比色法和ICP-AES法适用于测定中低含量的砷锑。参照已有的测定矿石中锑^[1]和砷^[2]的容量法及其它试样中砷锑的连续滴定方法^[3-4],本文研究了测定锑矿及锑砷合金中砷锑的连续滴定方法。

1 试验部分

1.1 主要试剂

硫酸(1.84 g/mL);硝酸(1.42 g/mL);盐酸(1+1);甲基橙(1 g/L);锑标准溶液(2.00 g/L Sb);砷标准溶液(2.00 mg/L As);硫酸铈标准溶液(约3 g/L 硫酸铈);溴酸钾标准溶液(约3 g/L 溴酸钾)。

1.2 硫酸铈标准溶液的标定

准确吸取20 mL 锑标准溶液置于300 mL 三角烧瓶中,然后加入20 mL 浓硫酸,并加热至冒三氧化硫白烟时取下冷却,再加入50 mL 水和35 mL 盐酸,加热至沸腾时加入2~3滴甲基橙指示剂,取下稍微冷却,在60~80℃用硫酸铈标准溶液滴定,当溶液由红色转至淡黄色时即为终点。记录所消耗的硫酸铈标准溶液体积,求出硫酸铈对锑的滴定度 T_1 。

1.3 溴酸钾标准溶液的标定

吸取20 mL 砷标准溶液置于300 mL 三角烧瓶

中,然后加入20 mL 浓硫酸,并加热至冒三氧化硫白烟时取下冷却,再加入50 mL 水和35 mL 盐酸,加热至60℃时加入2~3滴甲基橙指示剂,并立即用溴酸钾标准溶液滴定,当溶液由红色转至淡黄色时视为终点。记录所消耗的溴酸钾标准溶液的体积,求出溴酸钾对砷的滴定度 T_2 。

1.4 合金中砷锑的连续滴定

将0.2~0.5 g 试样置于300 mL 三角烧瓶中,加入20 mL 浓硫酸,加热溶解至冒三氧化硫白烟。然后加入0.3 g 硫酸联铵,并加热至小气泡消失,取下冷却后加入50 mL 水和35 mL 盐酸,再加热至沸腾时,加入2~3滴甲基橙指示剂,取下冷却,在60~80℃用硫酸铈标准溶液滴定,溶液由红色转至淡黄色时视为终点。记录所消耗的硫酸铈标准溶液体积 V_1 。随后再加热至60℃时取下,加入2~3滴甲基橙指示剂,并用溴酸钾标准溶液滴定,溶液由红色转至淡黄色时视为终点。记录所消耗的溴酸钾标准溶液体积 V_2 。

1.5 矿石中砷锑的连续滴定

按1.4的方法测定矿样中的砷和锑。溶样时加入2 g 硫酸钾,并在冒烟时滴加硝酸以除碳,然后加入0.3 g 硫酸联铵,煮沸至无小气泡。

1.6 计算公式

采用连续滴定法测定样品中的砷和锑,其计算公式为式(1)和式(2)。

收稿日期:2006-09-06

作者简介:王津(1974-),女,湖南衡阳人,工程师,学士。

$$w(\text{Sb}) = \frac{V_1 \cdot T_1}{m} \times 100\%, \tag{1}$$

$$w(\text{As}) = \frac{V_2 \cdot T_2}{m} \times 100\%. \tag{2}$$

式(1)和式(2)中: m 为称样量,g.

2 结果与讨论

2.1 温度的影响

试验中发现,滴定温度过高或过低均会影响终

点的观察.温度过高,指示剂易分解,终点颜色不明显.温度过低,指示剂封闭,测定结果偏高.滴定锑时温度控制在60~80℃较合适;滴定砷时需先加热至60℃,再补加指示剂.

2.2 精密度试验

按照以上实验方法对铅锑氧化矿样品进行测定,每个样品平行测定7次,结果列于表1.由表1可知,用本方法测定结果的重现性较好,相对标准偏差小于1.5%.

表1 精密度试验结果
Table 1 Result of the precision test

样品 编号	测定值		平均值		标准偏差		相对标准偏差	
	As	Sb	As	Sb	As	Sb	As	Sb
1	8.30, 8.30, 8.31, 8.33,	15.00, 15.20, 15.10, 14.80,	8.31	14.96	0.01	0.14	0.12	0.94
	8.29, 8.30, 8.31	14.90, 14.85, 14.90						
2	8.30, 8.33, 8.49, 8.32,	15.00, 15.26, 15.18, 14.82,	8.35	14.99	0.07	0.18	0.84	1.2
	8.33, 8.40, 8.29	14.80, 14.80, 15.10						

2.3 方法对比

用3种方法分别对铅锑氧化矿样品和铅锑合金样品中的砷和锑进行测定,其中砷和锑的质量分数均大于10%的样品用容量法测定,质量分数均小于

10%的用ICP-AES法测定,测定结果列于表2和表3.由表2和表3可知,用连续滴定法测定的结果与容量法和ICP-AES法测定的结果相近.

表2 矿石中砷和锑测定结果的对比
Table 2 Result contrast of As and Sb in ore

样品	本法测定结果 $w/\%$		容量法和 ICP-AES 法测定结果 $w/\%$		
	As	Sb	As+Sb	As	Sb
1	8.30	15.00	23.25	8.45	14.80
2	8.30	15.80	23.99	8.33	15.66
3	8.40	15.30	23.67	8.49	15.18
4	8.99	14.79	23.88	9.06	14.82
5	8.90	14.90	23.90	9.10	14.80
6	8.90	14.80	23.60	8.80	14.80

表3 合金中砷和锑测定结果的对比
Table 3 Result contrast of As and Sb in alloy

样品	本法测定结果 $w/\%$		容量法和 ICP-AES 法测定结果 $w/\%$		
	As	Sb	As+Sb	As	Sb
1	1.67	12.30	14.10	1.60	12.50
2	1.60	12.60	14.13	1.60	12.53

3 结 论

用本方法连续测定矿石和合金中砷锑的含量,操作简便,测定快速,相对标准偏差小于1.5%,适用于常规的矿石和合金中砷锑的测定。

参考文献:

[1] 孙淑媛,孙龄高,殷齐西,等. 矿石及有色金属分析手册

[M]. 北京:冶金工业出版社,1990:85-87.

[2] 刘维里. 锑矿中砷的溴酸钾法测定[J]. 云南冶金, 1997,26(1),49-51.

[3] 曹淑红,邢晓平,陈景文. 玻璃澄清剂中砷和锑的联合测定[J]. 理化检验-化学分册,2004,40(12),738-739.

[4] 王维利,车广华,张英杰,等. 氧化还原滴定法测定污水中砷和锑[J]. 中国卫生检验杂志,2001,11(5):580.

Continuous determination of Sb and As in ore and alloy by titration

WANG Jin, DAI Feng-ying

(Analytical & Testing Research Center, Guangzhou Research Institute of Non-ferrous Metals, Guangzhou 510650, China)

Abstract: The sample is decomposed with H_2SO_4 , under a certain acidity and temperature, Sb can be determined by $CeSO_4$ titration first, and As can be determined by $KBrO_3$ titration. This method proved to be fast and precise. The relative standard deviation is less than 1.5%, this method of continuous titration is suitable for regular analysis in ore and alloy.

Key words: As; Sb; $KBrO_3$; $CeSO_4$; continuous titration