

文章编号:1000-7571(2003)03-0055-02

桑色素分光光度法测定锌精矿中痕量钛

孙玉凤*, 黄莉莉

(沈阳工业学院化工分院, 辽宁沈阳 110045)

摘要:研究了在 0.1mol/L NaNO₃ 的介质中, 阴离子表面活性剂存在下, 桑色素与 Ti(IV) 反应有较高的选择性和灵敏度, 据此用分光光度法测定锌精矿中微量钛。显色体系中钛(IV)络合物的最大吸收波长为 410nm, 摩尔吸光系数 $\epsilon = 2.23 \times 10^4$, RSD=4.9%~7.3%, 钛量在 0.01~0.70 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 范围内符合比尔定律, 方法的检出限为 0.014 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 。

关键词:桑色素; 钛; 分光光度法

中图分类号:O657.32

文献标识码:B

用分光光度法测定痕量钛^[1,2]已有报导, 但以十二烷基苯磺酸钠作为表面活性剂, 桑色素(Morin)与 Ti(IV)形成一种稳定的黄色络合物测定锌矿中痕量钛还未见报导。本文利用在 pH3.6 的酸性介质中, 钛(IV)与桑色素生成的络合物(其络合比 Ti:Morin = 1:3)并建立了桑色素分光光度法测定锌精矿中痕量钛的方法。此法中, 桑色素对钛有较高的选择性, 精密度高, 准确度高。

1 实验部分

1.1 主要仪器和试剂

721 型分光光度计(上海分析仪器厂)。

钛标准溶液:10 $\mu\text{g}/\text{mL}$, 按常法配制;**桑色素溶液:**5.2 $\times 10^{-4}$ mol/L, 称取 0.08795g 的桑色素, 溶解于 250mL 体积分数为 36% 的乙醇溶液中, 加水定容于 500mL 容量瓶中;**十二烷基苯磺酸钠溶液:**0.32mol/L;**硝酸钠溶液:**1mol/L;**乙酸-乙酸钠缓冲溶液:**pH3.6。

1.2 实验方法^[3,4]

在 50mL 容量瓶中分别移取 3.0mL 钛标液, 10.0mL 乙酸-乙酸钠缓冲溶液, 5.0mL 硝酸钠溶液, 5.0mL 桑色素溶液, 摇匀, 再加入 3.0mL 十二烷基苯磺酸钠溶液, 加水稀释至刻度, 摇匀。用 1cm 比色皿, 以试剂空白作参比, 在 410nm 处测定其吸光度。

2 结果与讨论

2.1 吸收光谱

参照实验方法绘制了 Ti(IV)与桑色素络合物

的吸收曲线以及桑色素在乙醇溶液的吸收曲线如图 1 所示。可见试剂和络合物的最大吸收分别是在 350nm 和 410nm 波长处。

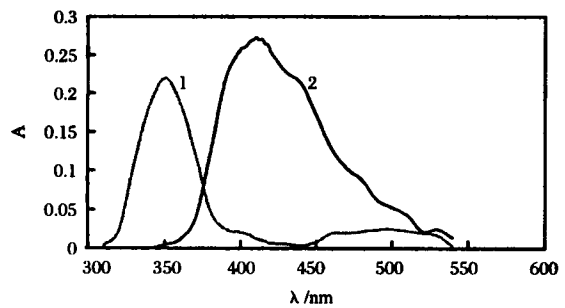


图 1 吸收光谱

Fig.1 Absorption spectra

1. 试剂; 2. 钛络合物。

2.2 表面活性剂的影响

研究了阴离子, 阳离子和中性离子表面活性剂对桑色素络合物的影响。表明, 阳离子表面活性剂存在时, 在其所有浓度下都有浑浊, 均有影响; 中性表面活性剂存在时, 导致吸光度不稳定; 阴离子表面活性剂存在时, 溶液在其所有浓度下均保持澄清, 同时吸光度增高, 吸收峰位置变化也不明显, 起到了良好的增敏、增稳、增溶的作用。因此, 选定阴离子表面活性剂。

2.3 pH 值的影响

在不同 pH 值的 HAc-NaAc 缓冲溶液中, 测定吸光度, 得到不同 pH 值与络合物吸光度的关系, 结果表明, 最佳条件是采用 pH3.6 的 HAc-NaAc 缓冲溶液。

2.4 显色剂用量

桑色素是淡黄结晶状物质,其溶液呈黄色,因此显色剂用量的多少影响络合物的吸光度。当显色剂用量少时,形成的有色络合物不完全,颜色较浅,吸光度值低,随着用量的增多,吸光度增大,当达到 7.0mL 时出现平滑曲线,因此,桑色素的选用量为 5.0mL。

2.5 反应时间的影响

在加入显色剂 5min 后,溶液有很高的吸光度值,并能保持在 15min 内基本不变。

2.6 络合比的测定

用等摩尔连续变化法测定了络合物的组成,结果表明,络合物中钛与桑色素的比为 1:3,即 Ti:Morin=1:3。

2.7 工作曲线及精密度

按照实验方法绘制了工作曲线。结果表明,钛含量在 0.01~0.70 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 符合比尔定律,曲线回归方程为: $A = 0.4531c(\mu\text{g}/\text{mL}) + 0.0037$, 相关系数 $r = 0.9990$, 摩尔吸光系数 $\epsilon = 2.23 \times 10^4$ 。取 12 份试剂空白溶液进行测定,计算出空白值的标准偏差 S,用 3S 计算出检出限为 0.014 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 。RSD=4.92%~7.34%。

2.8 共存离子的影响

按实验方法,当其吸光度测量误差在 $\pm 5\%$ 内时,共存离子允许量 (μg) 为: Cu^{2+} (50); Pb^{2+} (25); Fe^{3+} (10); Mo(V) (22); Sr^{2+} (26); Si(IV) (24)。 Zn^{2+} 对测定无影响。 Fe^{3+} 可加抗坏血酸掩蔽,抗坏血酸能掩蔽 500 倍数量的 Fe^{3+} ,其它离子可通过溶样时用沉淀的方法过滤除去,方法中所使用的阴离子均无干扰。

3 样品分析^[5,6]

准确称取 0.5000g 灰锌矿(红锌矿称取 1.000g)试样,置于聚四氟乙烯坩埚中,加入 10mL HNO_3 [ρ 约 1.42g/mL], 红锌矿要加 20mL HNO_3 , 且以下操作中所加入 HNO_3 , H_2SO_4 , HF , HCl 的量均要比灰锌矿加倍]于电热板上加热(温度不宜过高),蒸至近干时,加入 5mL HNO_3 (ρ 约 1.42g/mL), 0.3mL H_2SO_4 (ρ 约 1.84g/mL), 及 8mL HF (ρ 约 1.15g/mL), 继续加热至白烟冒尽,再加入 5mL 6mol/L HCl , 加热溶解盐类,取下冷却后过滤至 50mL 容量瓶中,加水稀释至刻度,摇匀。以下按实验方法进行测定,结果见表 1。

表 1 样品中钛的分析结果

Table 1 Analytical results of titanium in samples

样品 Sample	加入量($\mu\text{g}/\text{mL}$) Added	回收量($\mu\text{g}/\text{mL}$) Recovered	平均值($\mu\text{g}/\text{mL}$) Average	回收率 Recovery	测定值 Found
灰锌矿	0.350	0.367, 0.360, 0.363 0.363, 0.365, 0.367	0.364	97.7	0.061
红锌矿	0.520	0.522, 0.528, 0.524 0.526, 0.522, 0.524	0.524	98.8	0.044

参考文献

[1] 张 静, 田淑贵, 高思登. 稀有元素微量半微量化学分析 [M]. 上海: 上海科学技术出版社, 1989.
 [2] 郭承基. 稀有金属矿物化学 [M]. 上海: 上海科学技术出版社, 1974.

[3] 四川省地质研究所. 矿物原料分析方法 [M]. 四川: 地质出版社, 1972.
 [4] 康云月. 工业分析 [M]. 北京: 北京理工大学出版社, 1995.
 [5] 程介克, 刘进春, 江祖成. 痕量分析 [M]. 北京: 化学工业出版社, 1993.
 [6] 张 毅. 岩石矿物分析 [M]. 北京: 高等教育出版社, 1991.

Determination of trace titanium in zinc mineral by spectrophotometry with morin

SUN Yun-feng, HUANG Li-li

(Chemical Engineering Branch Institute, Shenyang Institute of Technology, Shenyang 110045, China)

Abstract: In 0.1mol/L NaNO_3 medium and under the function of anion surfactant, the reaction of morin and titanium have higher selection and sensitivity. Therefore, a new method is developed for determining titanium in zinc mineral by spectrophotometry. The complex of morin and titanium exhibits maximum absorption at 410nm, with apparent molar absorptivity of $2.23 \times 10^4 \text{L} \cdot \text{cm}^{-1} \cdot \text{mol}^{-1}$. RSD is 4.92%~7.34%. Beer's law is obeyed in the range of 0.01 $\mu\text{g}/\text{mL}$ ~0.70 $\mu\text{g}/\text{mL}$ for titanium. The detection limit is 0.014 $\mu\text{g}/\text{mL}$.

Key words: morin; titanium; spectrophotometry