

二硫代乙二酰胺富集矿石中微量铈和铀

广东省第九实验室 丁耀炜

近年来,用含硫试剂沉淀富集、铈、铀工作不少^[1-3]。本文提出用二硫代乙二酰胺作沉淀剂,在稀硫酸中以毫克量砷为载体,氯化亚锡为还原剂富集微量铈和铀,并拟定了矿石中微量铈、铀的分析流程。本法较之铅试金法^[4]流程简单,操作方便,回收率高。

实验部份

(一) 主要仪器及试剂:

JP-1示波极谱仪,滴汞电极作阴极,饱和甘汞电极作阳极;

二硫代乙二酰胺,分析纯,1%酒精溶液;

铈、铀标准溶液0.25微克/毫升;

砷溶液:10克三氧化二砷,5克氢氧化钠,加热溶于20毫升水中,稀释至700毫升左右,加入硫酸(1:1)118毫升,水稀至1000毫升。

汞溶液:2克硫酸汞加水约50毫升、硫酸(1:1)11.8毫升,水稀至100毫升。

汞-砷混合液:汞溶液和砷溶液按1:9混合。

铈溶液:30克硫酸铈,加水400毫升、硫酸(1:1)59毫升,加热溶解,加水至500毫升,静置,倾出清液使用。

铈的底液:称取0.14克六次甲基四胺(分析纯)溶于2000毫升1.5N盐酸中,(如果室温在20℃以下则称0.28克六次甲基四胺溶于2000毫升1.5N盐酸中)混匀,放置一天后即可使用。稳定7—10天。

(二) 沉淀富集条件的选择

1. 试验方法:

在250毫升烧杯中加入0.25微克铈和铀,加硫酸(3N)100毫升,搅匀,加氯化亚锡60%5毫升,加砷溶液10毫升加热至沸,取下,加入10毫升1%二硫代乙二酰胺煮沸,于沸水浴30分钟,补加砷溶液5滴继续保温1小时。冷却后,用定量滤纸过滤,5%硫酸洗10—15次,将沉淀和滤纸转入原烧杯。下同矿样分析手续。

2. 硫酸酸度的影响:用硫酸调节不同酸度,从实验方法中铈、铀回收情况来看,硫酸酸度在0.2—5N内对铈、铀的回收没有明显影响,实际操作采用2—3N。

3. 二硫代乙二酰胺用量:按实验方法,加入不同量的二硫代乙二酰胺,从铈和铀的回收情况看,二硫代乙二酰胺用量在50—300毫克内,其结果是稳定的,铈回收率在98%以上,铀回收率在93%以上。

4. 氯化亚锡用量:按试验方法,加入不同量的氯化亚锡(60%),测量结果用量在3毫升以上无影响。

5. 标准回收情况:

按实验方法,加入不同量铈、铀,测得结果如表1:

铈、铀标准回收情况 表1

铈、铀加入量 (微克)	测得铈 (微克)	回收率 (%)	测得铀 (微克)	回收率 (%)
0.1	0.097	97	0.096	96
0.2	0.200	100	0.194	97
0.3	0.300	100	0.293	97
0.4	0.390	98	0.380	95
0.5	0.500	100	0.468	94

分析方法

称取矿样 3—5 克放入聚四氟乙烯烧杯中，加氢氟酸 5 毫升，置于电热板蒸干，重复两次，加 2—3 毫升乙醇再蒸干，移入 50 毫升铁坩埚，加粉状氧化镁 0.5 克，搅匀，于 700℃ 马弗炉中灼烧 15 分钟，取出冷却，搅拌，再烧 15 分钟，冷却后加 4 倍过氧化钠，混匀，上面覆盖一层过氧化钠，送入马弗炉，700℃ 熔融 20 分钟。取出坩埚，冷却后，放入 300 毫升烧杯，用 100 毫升热水浸提、坩埚及盖用水洗出。加入 1:1 硫酸 60 毫升，加热至沉淀溶解、冷却移入 250 毫升容量瓶，水稀释至刻度，摇匀。分取 50 毫升，加入 3N 硫酸 100 毫升、氯化亚锡 5 毫升、砷溶液 1 毫升，煮沸、取下，加 1% 二硫代乙二酰胺酒精溶液 10 毫升，置沸水浴中 30 分钟，补加砷溶液 5 滴，继续保温 1 小时，冷却后用定量滤纸过滤，用 5% 硫酸洗 10—15 次，将沉淀及滤纸转入原烧杯，加焦硫酸钾 0.5 克、硝酸 20 毫升、硫酸 3 毫升，加热，滴加硝酸至溶液清亮，取下冷却，加 3~5 毫升盐酸—氢溴酸 (5:2)，蒸干，加 2~3 毫升盐酸—氢溴酸，5 滴 1:1 硫酸重复蒸干二次，加王水 10 毫升、1:1 硫酸 4 毫升，煮沸 15 分钟，移入 50 毫升烧杯中，加高氯酸 10 滴、硝酸 10 滴，蒸发至冒烟，移置电炉，蒸至无绿色气泡，取下冷却，移入 25 毫升比色管，水稀至刻度，摇匀，待测铍、铀^[4,5]。

取二份含 0.25 微克铍、铀标准溶液于 50 毫升烧杯中，加 1:1 硫酸 4 毫升、硝酸、高氯酸各 0.5 毫升，以下操作同分析方法。各取 10 毫升，作铍、铀标准溶液用。

铍标准曲线的绘制：分别吸取含 0.0005、0.001、0.002、0.003、0.004、0.005 微克铍标准溶液于 25 毫升烧杯中，用 8% 硫酸补至 1 毫升，加铍的底液 15 毫升，用玻棒搅

匀，在 JP-1 示波极谱仪上于 -0.9V 开始作导数极谱图。

铀的测定：分取试液 0.5~1 毫升于 25 毫升烧杯中，以下操作同上。

铀标准曲线：吸取含 0、0.002、0.004、0.008、0.012、0.016、0.020 微克铀于标准溶液于 25 毫升比色管中，补加 8% 硫酸至 1 毫升，加入砷汞混合液 5 毫升，摇匀，浸入水中恒温 20 分钟。加入 1 毫升硫酸铈溶液，放置 30 分钟，然后用 1 厘米比色杯，于 400 毫微米波长测吸光度。(系列最高点吸光度

不低于 0.2 为宜) 求 $\lg \frac{1}{A}$ 值，对铀量作图。

铀的测定：分取试液 0.5—4 毫升，以下操作同标准曲线，样品分析结果见表 2。

矿样分析结果 表 2

矿样 编号	铍 克/吨		铀 克/吨	
	本法	原结果	本法	原结果
	0.017	0.016	0.053	0.50
	0.010	0.011	0.025	0.027
	0.030	0.029	0.038	0.036
	0.042	0.040	0.045	0.050
	0.034	0.335	0.392	0.390

1. 所拟分析流程，铀量小于 1 微克时，不影响铍、铀的测定。

2. 二硫代乙二酰胺在酸中分解，产生臭气，沉淀时酸度降低可以减轻，同时应在通风橱内进行操作。

参考文献

- [1] 《分析化学杂志》2, 314—322(1974)俄文
- [2] 钟阴庭、朱寿松、《利用硫脲和活性碳富集铍铁矿中微量铍和铀》，见《全国岩矿分析经验交流会文集》1976年。
- [3] 刘人青《从苯基硫脲富集痕量的铍和铀》广东地质局第九实验室《实验通讯》1978.1
- [4] 岩石矿物分析编写小组，《岩石矿物分析》1973.
- [5] 舒柏松《铍在盐酸—六次甲基四胺溶液中的催化波》。《全国岩矿分析经验交流会文集》1976年

A Preconcentration and Determination of Trace Amounts of Rh and Ir in Minerals with Dithioacetamide

Ding Yao-wei

A method is suggested for determination of Rh and Ir. It is based on using dithioacetamide as precipitating agent for preconcentration of Rh and Ir. In a solution of dilute sulfuric acid Rh and Ir are reduced by stannous chloride, the microgram quantity of arsenic is used as carrying agent. The recoveries obtained are in agreement with those obtained by assay method.

www.yskw.ac.cn