

铈—对二甲氨基苯芴酮络合物的示波极谱测定

陈靖英 查立新*

(中国地质科学院矿产综合利用研究所郑州分所)

本文对铈与对二甲氨基苯芴酮络合物的极谱行为进行了研究。在硫酸介质中,得到了一个灵敏的极谱波,其峰电位为 -0.20 伏特(饱和甘汞电极)。波形稳定,具有较好的选择性,经初步试验,认为此波与吸附有关。铈的浓度 $0.004-0.32$ 微克/毫升范围内呈线性关系。可用以直接测定金属铅及含金矿石中的微量铈。

实 验 部 分

一、仪器及主要试剂

JP-1A型示波极谱波,使用三电极。

对二甲氨基苯芴酮, 5.5×10^{-4} M乙醇溶液,含硫酸 0.002 M。

铈的标准溶液:称取 0.2500 克高纯铈粉,用硫酸加热溶解,后转入 250 毫升容量瓶,制备成含 40% 硫酸溶液。每毫升含铈 1 毫克。使用时逐级用稀硫酸稀释至所需浓度。

二、实验方法:

吸取含 2 微克标准铈溶液于 25 毫升比色管中,加入 4 N硫酸 1 毫升,对二甲氨基苯芴酮 0.5 毫升,柠檬酸三钠和焦磷酸钠各 1

毫升,用水稀释至刻度,摇匀。然后在示波极谱仪上的导数部分,置起始电位于 -0.00 伏特处扫描。所得的极谱波呈尖锐峰状,两峰峰宽仅 20 毫伏。

三、底液各组份浓度对波高的影响

1. 硫酸:在确定其他条件下,硫酸的浓度在 $0.1-0.6$ N范围内,波高基本不变。当硫酸浓度低于 0.1 N时,对二甲氨基苯芴酮试剂易析出,波高降低,甚至消失。高于 0.6 N时,则不利于低浓度铈的测定。故溶液酸度选择 0.2 N为宜

2. 对一二甲氨基苯芴酮:铈在酸性介质中,当对一二甲氨基苯芴酮的浓度达到 4.4×10^{-6} M时,峰电流急剧上升,继续增加试剂量,则趋于平稳。试验选用 1.1×10^{-5} M对一二甲氨基苯芴酮。

3. 柠檬酸三钠:随着柠檬酸三钠量的增加,波的高度有所降低,但其浓度在 6.6×10^{-4} M— 2×10^{-3} M之间,波高比较一致。采用 1.32×10^{-3} M柠檬酸三钠。

4. 焦磷酸钠:焦磷酸钠可以防止锡的

* 成都地质学院二系79届毕业生

干扰, 其浓度低于 $1.5 \times 10^{-2}M$ 时, 对波高无影响。

四、锑的浓度和波高的关系

分取不同浓度的锑标准溶液, 按“实验方法”操作, 锑的浓度 $0.004-0.32$ 微克/毫升与波高呈线性关系, 见图 1。

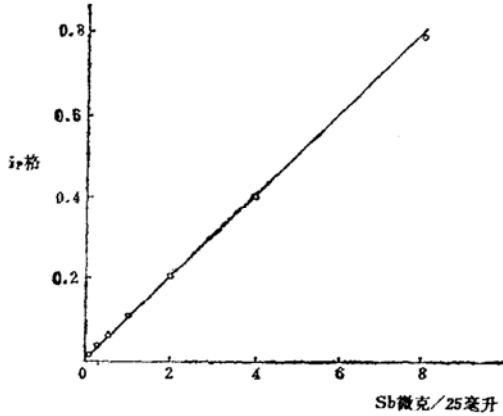


图 1 校正曲线

Fig. 1 Calibration curve of Sb

五、共存离子的影响

对近四十种阳、阴离子的干扰情况, 进行了实验。25毫升溶液中含 2 微克锑时, 4 毫克的 $Al(III)$, $Mg(II)$, 3 毫克的 $Zn(II)$, 2 毫克的 $Fe(III)$, $As(III)$, $Ca(II)$, 1 毫克的 $Mn(II)$, $Ag(I)$, $Pb(II)$, 500 微克的 $Be(II)$, $Co(II)$, $Cu(II)$, $Ni(II)$, $Te(IV)$, 400 微克 $Ti(IV)$, 200 微克的 $Ba(II)$, $Bi(III)$, $Tl(I)$, 100 微克的 $cd(II)$, $Sn(II)$, $In(III)$, $La(III)$, $Y(III)$, 50 微克 $Cr(III)$, $U(VI)$, 40 微克 $V(IV)$, $V(V)$, 30 微克 $Ge(IV)$ 10 微克 $V(V)$, $Au(III)$ 及 5 微克以下 $Nb(V)$, $Hf(IV)$, $Mo(VI)$ 对测定均无影响。 F^- , $EDTA$, NO_3^- 有严重干扰, 适量的 Cl^- , Br^- , I^- 都使波高显著增加, 但同时有铜存在时, 则引起峰电位正移, 影响波的高度。大量金经亚硫酸还原后对测定无干扰。

六、锑一对二甲氨基苯酚络合物的组成及其波的性质:

络合物的稳定性: 三价锑在硫酸介质

中, 加入对一二氨基苯酚后立即形成稳定络合物, 并在滴汞电极上产生一个灵敏的极谱波。其络合物可稳定 24 小时。

络合物的组成: 采用摩尔比法求得锑: 对二甲氨基苯酚 = 1:1。

温度试验: 从 $8-18^\circ C$, 波高随温度升高而增加。 $20-26^\circ C$ 波的高度基本稳定, 从 $32-70^\circ C$, 波高随温度降低而减低, 测得温度系数为负值 ($-7\% \text{度}^{-1}$)。

电毛细管曲线试验: 图 2 所示, 锑一对二甲氨基苯酚络合物 (曲线 III), 在峰电位 -0.20 伏特处出现一个切口。

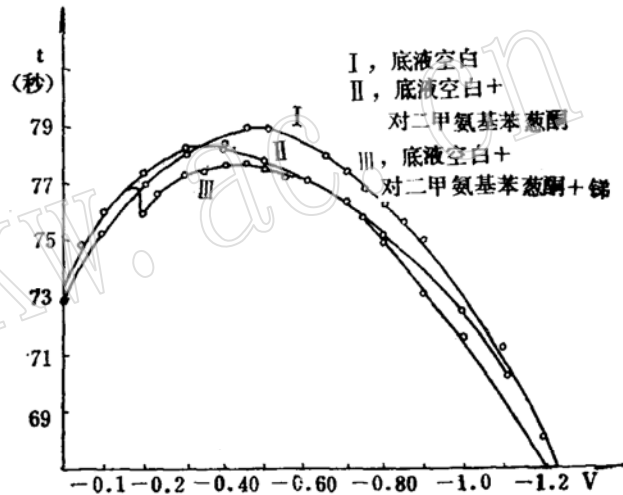


图 2 电毛细管曲线

Fig. 2 Electro-capillary curves

上述试验证明, 在 -0.20 伏特处得到的灵敏极谱波是锑一对二甲氨基苯酚络合物所产生的, 与吸附有关⁽¹⁾, 并表现出明显络合物吸附波的性质和特征。

七、分析手续

含铅样品的分析: 称取 $0.02-0.1000$ 克样品于 100 毫升烧杯中, 加入 0.5 克焦磷酸钠, 5 毫升硫酸, 在电炉上加热分解。取下稍冷, 用 2N 硫酸洗表皿并稀释至 30 毫升左右, 煮沸, 冷却, 用 2N 硫酸冲至 50 毫升容量瓶, 并稀释至刻度, 摇匀, 吸取 2-10 毫升 (视锑含量), 在电热板上蒸至近干, 按“实验方法”操作。

标准曲线绘制: 吸取含0.25, 0.5, 1.0... 8 微克锑于100毫升烧杯, 加入空白溶液2毫升, 蒸至近干, 同“实验方法”操作。

含金矿石分析: 称取0.1—0.2000克样

表1 分析结果
Table 1 Measured data

样品编号	比色法结果 %	本法结果 %
8116	0.002	0.0016, 0.0016
8117	0.004	0.004, 0.004
8118	0.010	0.010, 0.011
362	0.029	0.029, 0.029
363	0.014	0.013, 0.013
364	0.064	0.060 0.059

注: 8116—8122 为金属铅
362—365 为含金矿石

品于聚四氟乙烯坩埚中, 加入2毫升氢氟酸, 5毫升硝酸, 分解完后, 蒸干, 加入1:1硫酸5毫升, 加热至冒烟, 取下, 冷却, 加入亚硫酸1毫升(必要时加小片滤纸), 蒸至冒烟, 按含铅样品分解后的分析步骤操作。样品结果见表1。

八、方法的精密度:

我们对含量0.054%的样品进行了七次平行测定, 求得标准偏差为0.0002, 变动系数为3.7%

参 考 文 献

高小霞, 姚修仁: 铂族元素的极谱催化波, 科学出版社 第9页, 112页, 1977。

Catalytic Wave of Sb-dimethylamino Phenylfluorone and Its Application

Chen Jing-yin

A sensitive polarographic catalytic wave of Sb-dimethylamino phenylfluorone complex is obtained in sulphuric acid medium within the concentration range of 0.1—0.6N. About 40 kinds of metals ions do not interfere. F^- , EDTA and NO_3^- interfere seriously. The method permits to determine 0.004—0.32 $\mu g/ml$ of antimony, The wave peak appears at -0.20 volt.