2009 年 2 月 岩 矿 测 试 Vol. 28, No. 1
February 2009 ROCK AND MINERAL ANALYSIS 77 ~ 78

文章编号: 0254 - 5357(2009)01 - 0077 - 02

碘量法测定铜矿石中铜方法的改进

李 凤, 席永婷
(核工业新疆理化分析测试中心, 新疆 乌鲁木齐 830011)

摘要: 针对铜矿石中铜含量的测定方法——碘量法在应用过程中存在碘的挥发及碘化铜沉淀对碘的吸附所引起的误差问题,通过大量的调研和试验提出改进方案,即在聚乙烯醇存在下碘量法测定铜,增大了碘化铜沉淀的溶解度;聚乙烯醇与碘生成较稳定的络合物,减小了碘的挥发损失,操作简单;聚乙烯醇可直接代替淀粉作指示剂,成本低廉。

关键词: 碘量法; 聚乙烯醇; 铜; 铜矿石
中图分类号: O655.2; O614.121; P578.11 **文献标识码**: B

Improvement on the Iodometric Method for Determination of Copper in Copper Ores

LI Feng, XI Yong-ting
(Nuclear Industry Xinjiang Testing Center for Physical and Chemical Analysis, Urumqi 830011, China)

Abstract: In order to reduce the error in copper analysis due to the volatilization of iodine and precipitation of CuI when the iodometric method is used for copper analysis, some improvements for the iodometric determination of Cu in copper ores are made through the experiments. The addition of polyvinyl alcohol improves solubility of CuI and prevents CuI from precipitation loss. And a stable complex of polyvinyl alcohol with I_2 is formed, which prevents I_2 from volatilization loss. Polyvinyl alcohol can also substitute starch as an indicator. The improved method provides the advantages of reliablity, simple operation and low cost.

Key words: *iodometry; polyvinyl alcohol; copper; copper ore*

碘量法和碘氰法是测定铜的经典方法[1],广泛用于地质、冶金等领域。作者近几年工作实践中,根据国标 GB/T 3884.1—2000 碘量法[2]分析铜矿石中铜含量时常出现系统偏低、重现性差且易超差等现象,经过认真研究发现,碘量法测铜的标准方法存在碘的挥发及 CuI 沉淀对碘的吸附所引起的误差。为避免或减少误差,文献[3]报道了加入表面活性剂聚乙烯吡咯烷酮,取得了较好的效果。本文在价格低廉的表面活性剂聚乙烯醇存在下,用碘量法测定铜矿石中的铜,也取得了令人满意的结果。

1 实验部分

1.1 标准溶液和主要试剂

铜标准溶液:准确称取 1.0000 g 高纯铜于 100 mL 烧杯中,加入 5.0 mL 8 mol/L HNO_3,溶解后移入 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度。此溶液 $\rho(Cu^{2+}) = 10$ mg/mL。

$Na_2S_2O_3$ 标准溶液:按常规方法配制,用铜标准溶液标定 $Na_2S_2O_3$ 标准溶液,得到滴定度 $T(Cu/Na_2S_2O_3) = 0.002655$ g/mL。

$\varphi = 5\%$(体积分数,下同)的聚乙烯醇溶液,KI(固体),NH_4HF_2 等。

1.2 实验条件

取 5.00 mL 铜标准溶液(含 Cu^{2+} 50.00 mg)于锥形瓶中,加入 HAc - NaAc 缓冲溶液、一定量的 5% 聚乙烯醇溶液和固体 KI,释放出的 I_2 用 $Na_2S_2O_3$ 标准溶液滴定,终点由蓝色变为浅乳白色。

通过多次铜标准溶液中 Cu 的回收试验,得出聚乙烯醇存在下碘量法测定 Cu 的适宜条件为:pH 3.5 ~ 4.0,固体 KI 用量 1.20 g(Cu 含量约 50.00 mg 时),5% 聚乙烯醇溶液 5 mL。

1.3 铜矿石中铜的测定和计算

准确称取 0.2000 g 矿石试样溶解,按测定条件调试后,用本法测定试样中的 Cu,按下式计算 Cu 含量 $w(Cu)$。

$$w(Cu) = T(V_1 - V_0)/m \times 100\%$$

式中, T—滴定度(g/mL); V_1—试样滴定体积(mL); V_0—空白滴定体积(mL); m—称取试样质量(g)。

收稿日期: 2008-02-29; 修订日期: 2008-03-20
作者简介: 李凤(1981 -),女,河南周口人,助理工程师,从事铀矿样品分析工作。E-mail: lxylxy0422@sina.com。

万方数据

2　结果与讨论

2.1　方法精密度与准确度

取 10 mg/mL 铜标准溶液 5.00 mL(含 Cu^{2+} 50.00 mg),调节 pH=4.0,加入 5 mL 5% 的聚乙烯醇溶液、1.20 g 固体 KI,用本法与标准方法分别进行 Cu 回收试验,由表 1 结果可知,本法测定 Cu^{2+} 含量的平均值与标准方法的平均值仅相差 0.01 mg,相对标准偏差(RSD)均小于 1%。由此可见,本法的准确度和精密度均与标准方法测定水平相当。

表 1　本法与标准方法精密度和准确度①

Table 1　The precision and accuracy tests by this method and standard method

项目	$m(Cu^{2+})$/mg	
	本法	标准方法
分次测定值	50.14　50.07	50.18　50.16
	50.15　50.09	50.02　50.10
平均值	50.11	50.12
RSD/%	0.077	0.14

① Cu^{2+} 的加入量为 50.00 mg。

2.2　干扰离子的影响

碘量法测定 Cu 的干扰有两类:① 实验条件下与 I^- 或其他物质生成沉淀的物质;② 能氧化 I^- 或还原 I_2 的物质。

铜矿石中常含有 Fe、Pb 等干扰物质,经典碘量法在测定前必须先分离干扰元素[1]。

聚乙烯醇存在下碘量法测定 Cu 时,在铜标准溶液中加入一定量的 Pb^{2+},通过测定 Cu^{2+} 分析 Pb^{2+} 的干扰情况,结果表明,当 Pb^{2+} 含量为 Cu^{2+} 量的 5% 以下时,Pb^{2+} 对 Cu^{2+} 的测定无干扰(因为聚乙烯醇对 PbI_2 沉淀同样具有增溶作用);当 Pb^{2+} 含量不大时,PbI_2 沉淀量很小,故不干扰 Cu^{2+} 的测定;Pb^{2+} 含量为 Cu^{2+} 量的 10% 时,大约产生 0.5% 的负误差,终点由蓝色变为乳黄色。

Fe^{3+} 能将 I^- 氧化为 I_2,使 Cu^{2+} 测定结果偏高,必须加入 NH_4HF_2 将其掩蔽[4]。

测定条件下,Mn^{2+}、Zn^{2+}、Sn(Ⅳ)等离子均不干扰 Cu^{2+} 的测定。

3　标准物质分析

用铜矿石标准物质 GBW 9103 [w(Cu)标准值 21.69%]为样品,准确称取 10 份 0.2000 g 试样溶解,按测定条件调试后,分别用本法和标准方法测定试样中 Cu 的含量。由表 2 结果可知,对铜矿石中 Cu 含量的测定,虽标准方法测定的平均值(21.66%)接近于铜矿石标准样品的标准值(21.69%);但是其标准偏差却大于本法的标准偏差。本法所用试剂种类少,尤其是 Pb^{2+} 含量不高时,不干扰 Cu^{2+} 的测定,免去了分离 Pb^{2+} 的程序,测定方法简便。

表 2　分析结果对照

Table 2　*Comparison of analytical results of Cu in National Standard Reference Material by this method and standard method*

项目	w(Cu)/%							
	本法				标准方法			
分次测定值	21.70	21.50	21.77	21.57	21.90	21.11	21.50	21.64
	21.64	21.64	21.11		22.17	21.70	22.04	
	21.90	21.17	21.57		21.57	21.17	21.84	
平均值	21.56				21.66			
标准偏差	0.247				0.345			
RSD/%	1.14				1.59			

4　结语

聚乙烯醇存在下,碘量法测定铜与标准方法相比有三处改进:① 增大了 CuI 沉淀的溶解度,从而可减小 CuI 对 I_2 的吸附所带来的误差,临近终点时不加 KSCN;② 聚乙烯醇与 I_2 生成较稳定的络合物,降低了 I_2 的蒸汽压,减小了 I_2 挥发带来的损失,使操作变得容易;③ 聚乙烯醇与 I_2 生成蓝色络合物,化学计量点时 I_2 被滴定,蓝色消失,因此聚乙烯醇可直接代替淀粉作指示剂。

5　参考文献

[1] 岩石矿物分析编写组. 岩石矿物分析(第一分册)[M]. 3 版. 北京:地质出版社,1991:411-414.

[2] GB/T 3884.1—2000,铜精矿化学分析方法——碘量法测铜[S].

[3] 陈义镛. 功能高分子[M]. 上海:上海科学技术出版社,1988:339-341.

[4] 武汉大学,中国科技大学,中山大学. 分析化学[M]. 2 版. 北京:高等教育出版社,1984:163-167.

万方数据