

www.yskw.ac.cn

高温热解硫氰酸汞铁盐溶液直接吸收光度法测定微量氯

北京地质局实验室 陈 超 五

微量氯的测定至今还不能令人满意，如离子选择电极法灵敏度不高，比色法则空白值太高，比浊法也因试剂污染而引起影响。为此本法采用一特制的以哈夫炉作炉膛带有石英管的小型热解炉高温热解试样，直接以硫氰酸汞—铁盐溶液吸收被分解出来的氯，以光度法测定之，这样消除了试剂空白给

测定带来的影响，操作简便，获得良好效果。本法取样量只需几毫克至二十毫克。

一、小型热解炉装置

这是自行装置的一套小型热解炉，采用哈夫炉作炉膛。见图 1。

哈夫炉中间是一根长 43 厘米，内径 1.7 厘米的

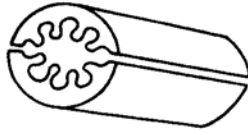


图 1 炉膛

石英管，在炉壁与炉膛之间充填保温性能良好的泡沫水泥碎屑，炉子两端各有几片铝制散热片，炉子直径为11厘米，长17厘米，顶部插有热电偶连接。

小型热解炉结构示意图

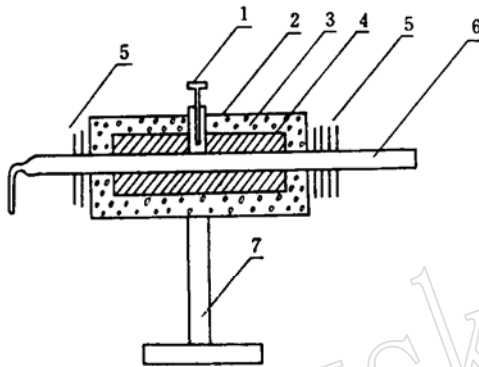


图 2 热解炉结构

1—热电偶；2—炉外壁；3—泡沫水泥碎屑；4—哈夫炉膛；5—铝制散热片；6—石英管；7—炉支架

空气的去净和干燥：空气用小型空压泵压送。通入石英管前先通过装有硫酸铜和高锰酸钾的洗气瓶以及装有硅胶的U形管。

二、实验条件

(1) 试剂配制

氯标准溶液：称取0.8243克110℃干燥过的氯化钠，溶于小量水后，移入500毫升容量瓶中，用水稀至刻度，混匀。此溶液1毫升相当于1毫克氯。分取适量上述标液，配制成1毫升相当于10微克氯的工作溶液。

硫氰酸汞溶液：称取0.3克 $\text{Hg}(\text{SCN})_2$ 溶于100毫升无水乙醇中，过滤后使用。

$\text{Hg}(\text{SCN})_2$ 亦可自行制备，取一定量的硝酸汞溶于水，加些硝酸和少许三氯化铁溶液，边搅拌边滴加硫氰酸钾溶液至沉淀析出，溶液呈淡红色为止。过滤出沉淀并用水洗去过剩的硫氰酸钾，将沉淀在阴暗通风处干燥后备用。

硫酸铁铵溶液：称取30克 $\text{NH}_4\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$

溶于100毫升30%的硝酸溶液中，可稍加热溶解，冷后过滤备用。

(2) **硫氰酸汞加入量对消光的影响：**在含有20微克氯的10毫升测试溶液中，固定铁溶液为1毫升，加有不同量的硫氰酸汞。实验证明，硫氰酸汞的加入量对消光有明显的影晌。所以必须准确加入。本实验采用加入1毫升。

(3) **乙醇加入量对消光的影响：**在含有20微克氯的10毫升溶液中，加入1毫升铁溶液、1毫升硫氰酸汞溶液，及不同量的乙醇。实验证明，加入乙醇1—3毫升对消光无影响，超过此范围消光则随乙醇量的增加而下降。本实验采用加入1毫升。

(4) **显色溶液稳定时间：**经试验可稳定6小时。

三、分析手续

称取2—20毫克试样（视氯含量高低而定）于予先经1000℃灼烧过并冷至室温的瓷舟中（难分解的试样可加小许纯铜粉，一般可不加）。将小型热解炉升温至1000℃，开动小型空压泵，使空气流通过和干燥后进入石英管，持续5分钟，以排除管中杂质。

于10毫升比色管中加水约5毫升，然后准确加入1毫升30%硫酸铁铵，摇匀。再准确加入1毫升硫氰酸汞，摇匀。将比色管置于盛有冷水的150毫升烧杯中，将石英管出口处的玻璃管插入比色管中。

将盛有试样的瓷舟推入热解炉石英管的中部，通入空气流高温分解试样5分钟后，将比色管取下，以水稀至刻度，10分钟后以试剂空白作参比，波长460毫微米处，2厘米液池，于721分光光度计测其消光值。

标准曲线：取0、2.5、5、10、15、20、30、40、50微克氯标准液分别置于已加有小量水和1毫升硫酸铁铵、1毫升硫氰酸汞并摇匀了的10毫升比色管中，以水稀至刻度，摇匀，10分钟后按分析手续进行比色。

四、分析结果对比

结果 试样	本法结果 $\text{Cl}_2\%$					原结果 $\text{Cl}_2\%$
鄂磷11高	0.037	0.041	0.039	0.033		0.03
川磷11中	0.034	0.027	0.035	0.034		0.03
5*	0.51	0.49	0.45	0.45	0.47	0.49

下转第63页

www.yskw.ac.cn

(上接第72页)

Spectrophotometric Determination of Trace Chlorine by Direct
Absorption in Mercuric Thiocyanate-Ammonium Ferric Sulfate
Solution after Decomposition at a High Temperature

Chen Chaowu

A method is suggested for spectrophotometric determination of chlorine in ores. It is based on pyrolysis of the sample a high temperature furnace, The chlorine is absorbed in the mixture solution of mercuric thiocyanate and ammonium ferric sulfate.