

## 黄铁矿单矿物分析

中国地质科学院岩矿测试技术研究所 秦大章

黄铁矿常规分析多采用单独取样,针对某些元素采用有关分析方法。因而手续较繁琐,需要样品量也大。为了简化分析流程,减少样品用量,经试验拟定了黄铁矿单矿物系统分析流程。其特点是在一分称样中通过阳离子交换树脂分离,使阴阳离子分成两部分。在含阴离子溶液中可测定硫、砷、硒、磷等元素;在含阳离子溶液中可测定铁、铜、锌、镉、钴、镍、锰、铟、钙、镁等元素。解决了黄铁矿单矿物主要项目的测定。

### 试剂及装置

强酸性苯乙烯系阳离子交换树脂,强酸1号(南开大学化工厂产品)<sup>[1]</sup>。

离子交换柱(如图1),交换柱长7 cm,直径1 cm,贮液容积30 ml。

装柱:树脂用水浸泡后倒出水,再用2N盐酸浸泡数小时,倒去酸,用水冲洗几次,用吸管移取树脂装入交换柱中,用30毫升2N的盐酸淋洗树脂,再用水洗去过量的酸,用0.2N盐酸淋洗平衡备用。离子交换柱可反复使用。

### 实验部分

#### 一、铁的淋洗曲线

取铁标准溶液(含 $\text{Fe}_2\text{O}_3$ 30毫克),控制盐酸浓度为0.2N,倒入交换柱中交换,流出液弃去。交换柱用2N的盐酸淋洗,每次收

集5毫升淋洗液,用EDTA容量法测定铁的含量,以铁量对淋洗液体积作淋洗曲线。

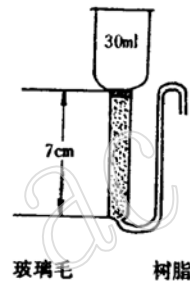


图1 离子交换柱

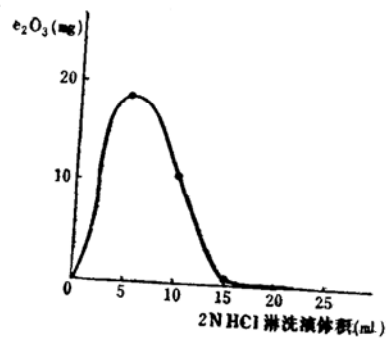


图2 铁的淋洗曲线

从图2淋洗曲线可以看出:30毫克的铁只需要2N的盐酸20毫升就可将铁全部淋洗出。实际工作收集淋洗液40毫升。

将黄铁矿样品按分析手续处理,通过离子交换树脂交换,用2N的盐酸淋洗,测定

用不同方法测定黄铁矿中铁的结果 表 1

测定方法	测定结果 (Fe%)	平均值
试样经王水分解, 除硝酸后重铬酸钾容量法	42.53, 42.76, 42.47	42.52
试样经王水分解, EDTA容量法	42.65, 42.76, 42.48	42.63
试样按本法处理, 分取3毫克试样, 磺基水杨酸比色法	42.66, 42.54, 42.73	42.64

铁, 回收率达100%。

## 二、混合阳离子交换淋洗回收试验

取两份阳离子混合溶液, 制备成0.2N的盐酸溶液, 浓度为100毫升中含三氧化二铁70毫克, 氧化锰0.5毫克、铝1毫克、铜1毫克、氧化镍0.5毫克、镓0.5毫克、氧化钴0.5毫克、镉0.5毫克、锌1毫克、钢0.5毫克、氧化钙1毫克、氧化镁1毫克。其中一份通过强酸性阳离子交换树脂交换, 用2N的盐酸淋洗, 淋洗液收集于烧杯中蒸发除去过量的酸, 制备成酸度与未经交换分离的混合阳离子溶液酸度相近的溶液100毫升。两份溶液分别稀释成相应倍数的稀溶液, 以原子吸收分光光度法分别测定其吸收值。检查对比回收情况。

实验结果表明, 混合阳离子溶液通过强酸性阳离子交换后, 阳离子的回收是完全的。

## 三、大量铁对原子吸收测定的影响

由于黄铁矿中含有大量铁, 在不分离铁的条件下, 用原子吸收测定锌、镍、铅、锰、钴、钢、镉等金属离子, 铁的影响必然

是一个值得注意的问题。为此, 试验了两份浓度相同的混合阳离子溶液, 其中一份加2.8毫克三氧化铁, 另一份不加铁, 同时用原子吸收测定各阳离子的吸收值。从试验结果看, 铁的影响并不大。在一般生产中可以不考虑铁的影响。也可在标准系列中, 加入相应量的铁或者用背景扣除方法以消除其影响。

## 四、部分阴离子的回收试验

### (1) 硫的回收

黄铁矿中硫为主要成分, 用王水分解试样能否将硫全部氧化成硫酸根, 然后经阳离子交换树脂分离出阳离子, 使硫酸根等阴离子全部流出, 在流出液中测定硫。

为此, 直接用黄铁矿分别以常规碱熔分离, 硫酸钡沉淀重量法; 和王水分解试样, 离子交换分离, 分取流出液硫酸钡沉淀重量法。对比实验结果列于表2。

从以上结果看出, 黄铁矿中硫的测定, 用王水分解试样, 经阳离子树脂交换分离后测定硫是可行的。

(2) 在流出液中, 还作了硒和砷等回收试验, 结果都很满意。此外在流出液中还可测定磷。

### 分析手续

准确称取黄铁矿试样40毫克于100毫升烧杯中, 加几滴水润湿试样, 盖上表皿, 加王水5毫升(预先配制好放冷), 在室温下放置30分钟, 使其慢慢分解。然后放置水浴上(瓷盘盛水亦可)加热, 继续分解到全溶。

不同处理方法测定硫的结果

表 2

测定方法	次数	测定结果 (S%)	平均
碱熔、硫酸钡重量法	1	48.27, 48.19, 48.19, 48.22	48.23
本法硫酸钡重量法	1	48.79, 48.72, 48.99	48.83
	2	48.62, 48.72, 48.80, 48.55	48.67
	3	48.22, 48.38, 48.45, 48.41	48.37

注: 1, 3为分取25毫克试样, 2为分取20毫克试样测定结果。

掀开盖蒸发至近干,取下,加盐酸2毫升继续蒸发至干。加热的0.2N盐酸溶液10~20毫升溶解盐类至溶液透明,取下,冷至室温。通过阳离子交换柱交换,流出液用100毫升容量瓶承接,用0.2N盐酸淋洗烧杯及交换柱至60~80毫升,用水淋洗至约100毫升,取下,用水稀释至刻度,摇匀。供测定硫、砷、硒、磷等用。

阳离子交换柱用2N盐酸淋洗(每次5毫升),用150毫升烧杯承接,收集淋洗液40毫升,低温或水浴上蒸发除去过量的酸,制备成原子吸收测定时所需酸度(约2%盐酸),转入50毫升容量瓶中,水稀释至刻度。分取溶液以分光光度法测定铁及原子吸收分光光度法测定阳离子。

#### (1) 硫的测定

分取离子交换后的0.2N盐酸流出液(试样20毫克)于250毫升烧杯中,以水稀释至150毫升,加热至微沸,按常规以硫酸钡重量法测得硫的含量。或用EDTA容量法测定硫。

#### (2) 砷的测定<sup>[2]</sup>

分取离子交换后的0.2N盐酸流出液(试样1~2毫克)于10毫升比色管中,加1滴5%抗坏血酸,……按常规用示波极谱法测定砷。

#### (3) 硒的测定

##### a. 诱导比色法<sup>[3]</sup>

分取离子交换后的0.2N盐酸流出液(试样1~2毫克)放于25毫升比色管中,加0.1M氢氧化钠1毫升,混合试剂5.0毫升(含金1毫克/毫升的6M盐酸溶液10毫升,含铜10毫克/毫升的6M盐酸溶液10毫升,与氯化钠饱和的6M盐酸溶液375毫升相混合),加1%的阿拉伯胶1毫升(沸水配制,过滤使用),加水至10毫升刻度,混匀。与标准系列同时加次磷酸钠(10%)水溶液0.50毫升,塞上塞子,充分摇匀。放置15~

30分钟,目视比色。

标准系列配制为:同上体积中含硒0.000~0.050微克。试剂加入同上。

##### b. 催化极谱法<sup>[4]</sup>

分取离子交换后的0.2N盐酸流出液(试样1~2毫克)放于25毫升烧杯中,滴加8滴高氯酸,加热蒸发并冒烟至近干,取下放冷。按常法在示波极谱仪上测定硒。

#### (4) 磷的测定<sup>[5]</sup>

分取离子交换后的0.2N盐酸流出液(试样5~10毫克)放于100毫升烧杯中,加入氢溴酸2毫升,加热蒸发至干,加浓硝酸2毫升,加热蒸发至干,取下放冷。按常法进行磷钼黄或磷钼兰比色测定。

#### (5) 铁的测定—邻菲绕啉差示分光光度法

分取2N盐酸淋洗出的阳离子溶液(试样2毫克)放于100毫升容量瓶中,加入2%抗坏血酸5毫升,0.4%邻菲绕啉溶液10毫升,25%乙酸钠溶液15毫升,加水至刻度,摇匀,在SP-1700分光光度计上,以波长510毫微米、1厘米比色池测定吸光度。

标准系列配制:在100毫升体积中含 $F_2eO_3$ 1000~1600微克。试剂加入同上。测定以1000微克调零。

(6) 氧化钙和氧化镁的测定—原子吸收分光光度法按常法进行测定。

(7) 铜、锌、钴、镍、镉、锰、钨的同时测定—原子吸收分光光度法按常法进行测定。

试样中镍、钴含量很低时,用原子吸收分光光度法测定,铁的影响较大,易造成结果偏高。可分取溶液分别采用分光光度法或其他方法测定。

### 小 结

1) 由于分析流程系稀盐酸体系,对于含铅、银高的样品不适用。为此,也可改为硝

酸体系分析流程。在测定某些元素时，硝酸的影响可蒸发除去。

(2) 如果黄铁矿不纯，含酸不溶成分较高，可在王水分解后，盐酸蒸干，稀盐酸浸取，过滤后进行离子交换分离。沉淀可经

灼烧、氢氟酸挥发法测定二氧化硅。残渣溶解后，合并于2 N盐酸淋洗出的阳离子溶液中，可测定铝、钛等。

附黄铁矿样品主要项目分析结果(表3)。

黄铁矿样品主要项目分析结果(%)

表3

项 目	217746		217750		218699		黄 铁 矿
	原 结 果	本 法	原 结 果	本 法	原 结 果	本 法	本 法
S	50.85	51.09	51.97	51.55	51.33	51.37	48.62
As	0.72	0.87	1.01	1.14	0.93	1.13	0.17
Se	0.00091	0.0014	0.0022	0.0023	—	0.00015	0.0031
Fe	44.95	44.72	45.50	45.51	44.95	45.13	42.80
Zn	0.77	0.74	0.33	0.30	0.21	0.20	0.048
Cd	0.0062	0.0068	0.003	0.0036	0.0035	0.0044	0.002
Ni	0.0038	0.005	0.0015	0.0012	0.0025	0.0027	0.006
Co	0.0007	0.0014	0.0008	0.0012	0.0007	0.0004	0.006
Cu	0.013	0.0135	0.014	0.011	0.01	0.012	0.63
In	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.014
CaO	0.14	0.10	0.091	0.104	0.04	0.046	2.12
MgO	0.008	0.006	0.007	0.008	0.025	0.018	1.28
MnO	0.009	0.012	0.006	0.0077	0.081	0.096	0.19
P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	未 测	0.043	未 测	0.038	未 测	0.044	未 测

## 参 考 文 献

〔1〕 VOGEL'S Textbook of Quantitative Inorganic Analysis, Fourth Edition p. 187(1978)

〔2〕 地质部岩矿测试技术研究所：一九八〇年度岩矿测试科研及试验成果汇编，p. 65 (1981)

〔3〕 陈四箴：分析化学，6,342 (1982)

〔4〕 岩矿测试技术研究所：岩矿分析试行操作方案(二) p. 25 (1981)

〔5〕 岩矿测试技术研究所：岩矿分析试行操作方案(一) p. 21 (1979)

## Pyrite Analysis

Qin Da-Zhang

A sample solution in 0.2 N hydrochloric acid was passed through a cations exchange column. The cations such as Fe, Cu, Cd, Zn, Co, Ni, Mn, In, Ca and Mg were quantitatively separated from S, As, P, Se and etc. 2 N hydrochloric acid was selected to eluate the above metals. The metals were determined by aas, spectrophotometry, polarography and induced colorimetric method separately.