

影响燃烧中和法测定黄铁矿中全硫诸因素的探讨

四川省地质局重庆实验室 姚宗虞 陈菊英

用燃烧中和法测定黄铁矿中硫含量是一简捷的方法,但也存在一些问题有待以研究。第一,硫转化率是一个普遍性问题。不少资料用补正值来解决,而未涉及到、样品内部矛盾,实际上关系到矿物中硫的赋存状态,硫酸盐越高则转化率越低。燃烧法定硫如果采用理论值计算势必形成系统偏低。为此必须以标样来标定滴定液。第二,国内外介绍助熔催化剂问题。第三,对影响燃烧中和法定硫的其它因素诸如:分解温度、灼烧时间、吸收液温度、氯化物等等各种因素的影响有必要进行工作,本文对此三方面进行了试验。

实验部分

甲基红和次甲基蓝混合指示剂称取 0.125 克甲基红溶于100毫升95%乙醇中,称0.083克次甲基蓝溶于100毫升95%乙醇中,需要时将此两指示剂等体积混合使用。

条件试验

1. 助熔剂试验

试验条件是:灼烧温度1300℃,灼烧时间15分钟,按常法用两个内盛2%过氧化氢100毫升的吸收瓶,每个吸收瓶加混合指示剂5滴,并用标准溶液调至亮绿色,下述各条件试验除特殊注明外,均与此相同。

按上述试验条件我们使用了五氧化二钒(熔点690℃)、磷酸铁(未达熔点即分解)、还原铁粉(熔点1535℃)、三氧化二铁(熔点1565℃)、氧化铜(分解温度1026℃)、三氧化二铝(熔点2015℃)、二氧化硅(熔点1710℃)等七种常用助熔剂以较难分解的硫酸钡(熔点1580℃)、硫酸钙(熔点1450℃)称相当于5、10、20、30毫克硫,并研究上述七种助熔剂对它们助熔催化能力。试验结果表明以五氧化二钒和磷酸铁效果最好。对上述两种硫酸盐四个称量硫的回收率都在90%以上。不同熔剂分解速度也相差很大,五氧化二钒和磷酸铁灼烧3—5分钟>80%硫都分解出来了。其它五种助熔剂对硫酸盐分解极为缓慢,终点拖得很长(超过半小时)。

2. 灼烧温度:在不同温度熔融样品时,硫的

回收率也不同。采用五氧化二钒作助熔剂时,在1300℃熔融15分钟,硫的回收率最高,可达98%,用磷酸铁作助熔剂时,在1300℃熔融15分钟,硫的回收率为97.5%以上。

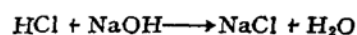
3. 磷酸盐和五氧化二钒的空白试验:由实验可见磷酸铁作助熔剂时,空白较高,且随温度增高而增加。五氧化二钒用量0.2克,在1300℃灼烧15分钟后,空白消耗标准溶液为0.1~0.15毫升,为此选用五氧化二钒作助熔剂。试验了五氧化二钒的用量为50~100毫克。

4. 温度对过氧化氢吸收的影响:燃烧法测定硫时,分解出来的二氧化硫和三氧化硫被过氧化氢吸收,吸收液的温度由试验表明最好是在10℃以下,这时硫的回收率达98%。

5. 过氧化氢浓度对硫吸收的影响:试验了最佳条件是2—4%的过氧化氢。

6. 矿样中如有碳酸盐和有机碳时,通入2%过氧化氢后3分钟即恢复正常色调。

7. 矿样中氯化物在高温灼烧时也被过氧化氢吸收而多消耗标准液。为此,含氯化物高时可加入羟基氧化汞,然后用标准硫酸液滴定,经换算后,从总碱量中扣除。其反应如下:



分析手续

准确称取黄铁矿0.1克,倒入已在1000℃灼烧过的瓷舟中,加入五氧化二钒0.1克,搅拌均匀,用金属钩将瓷舟迅速推入瓷管中1300℃温区处,迅速紧塞胶塞,暂不通气加热20—30秒,以免样品在未熔化前被气流所吹走,打开抽气泵以每秒3—5个气泡通入空气,通过燃烧管末端将气流引入盛有2%过氧化氢吸收液100毫升,加混合指示剂5滴,并用标液将溶液调至亮绿色,为了保证吸收完全,通过第一吸收瓶后的气体继续通过第二吸收瓶,三分钟后用0.05N的氢氧化钠滴定至吸收液颜色由紫色至

分析结果对照

化 验 号	S%		误 差
	燃烧中和法	重 量 法	
S 001	24.08	24.00	+ 0.08
S 002	40.40	39.67	+ 0.73
S 003	11.93	12.18	- 0.25
S 004	34.77	35.18	- 0.41
S 009	1.97	1.98	- 0.01

亮绿色，两分钟后颜色不变即为终点，分析结束前略为开大气流半分钟，取下第一吸收瓶相连胶管，用少量蒸馏水吹洗内壁，如吸收液转蓝要用标液将它和第二吸收瓶中的吸收液滴至亮绿色。用标准样按相同操作进行灼烧，并换算成滴定度，计算硫含量^{〔1〕}

参 考 文 献

〔1〕《钢铁化学分析》，上钢一厂中心室，上海师大化学系合编，205—207页

A STUDY OF THE EFFECT OF VARIOUS FACTORS ON DETERMINING TOTAL SULFUR IN PYRITE BY COMBUSTION METHOD

Yao Zougyu Chen Juying

The determination of total sulfur in pyrite by combustion method generally gives low result. This article systematically discusses various catalytic fluxes used in this method and all kinds of factors such as fusion, combustion and absorption which influence the combustion determination. It has been convinced that vanadium pentoxide is a desirable catalytic flux.