

菱铁矿微量分析

陈坪虞

中国科学院地球化学研究所

摘要 本文在以氮气为载气的条件下,用1:2盐酸分解样品,进行二氧化碳、亚铁和全铁的连续测定。用原子吸收光谱在一份试液中测定杂质元素。20mg 试样完成菱铁矿八个主次元素的分析,操作简便,结果较为满意。

菱铁矿属碳酸盐类,与其共生的矿物也以碳酸盐类为主。其中最常见有方解石、白云石、菱锰矿。在地史上分布相当广泛。从太古代到中生代各地质历史时期都有菱铁矿形成。菱铁矿中常见的元素含量对地球化学行为的研究及矿物利用都起着重要作用。

本文所拟定的方法取15毫克试样在同一份待测溶液中完成非水光电滴定法测二氧化碳*,重铬酸钾容量法测亚铁⁽¹⁾和重铬酸钾无汞滴定法测全

铁⁽²⁾,另取5毫克试样完成K、Na、Ca、Mg、Mn等杂质元素的测定。操作简便,测定结果与矿物分子式计算结果吻合。

实验部份

一、主要试剂和仪器

1. DT-1 型光度测定仪,

* 《铝土矿中二氧化碳的测定—光电控制非水滴定法》冶金部地质所蔡琼珍等。

2. DL-551 型原子吸收光谱仪;

3. 二氧化碳吸收液: 970毫升无水乙醇, 加30毫升乙醇胺, 100毫克百里酚酞, 用无水乙醇稀释到1升。

4. 二氧化碳滴定液: 称取约0.3克氢氧化钾溶于970毫升无水乙醇中, 加30毫升乙醇胺用无水乙醇稀释至1升。

二、分析方法

1. 二氧化碳的测定

称样前按图1接好装置, 加吸收液于吸收杯中, 调搅拌器至适当速度, 然后调电流调节和终点调节, 让在所选终点颜色时微安表的读数约为80微安。

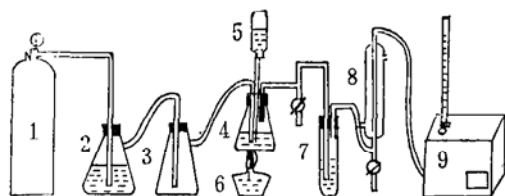


图 1 测定 CO_2 装置图

1. 氮气瓶
2. 洗气瓶 (内盛40% KOH)
3. 缓冲瓶
4. 试样分解瓶 (50ml)
5. 筒形刻度分液漏斗
6. 酒精灯
7. 大试管 (内盛20% CuSO_4)
8. 冷凝管
9. 光度滴定仪。

称取15.000毫克试样于50毫升锥形瓶中, 立即塞紧锥形瓶, 通氮气1—2分钟, 加滴定液使指示至所选微安处, 并稳定不变。从分液漏斗中加入20毫升1:2盐酸, 关闭漏斗, 立即加热10分钟, 慢慢滴加滴定液, 经常维持在所选微安处, 直至1分钟不变为终点。

二氧化碳滴定液的标定: 取高纯碳酸钡作基准物, 按操作方法测定二氧化碳, 计算其滴定度。实验结果说明, 碳酸钡的称量在15毫克以上测定结果精密、准确度高。

2. 亚铁和全铁的测定

取10毫升0.01N的硫酸亚铁溶液, 与试样相同处理; 另取10毫升0.01N的硫酸亚铁, 不经处理, 分别测定亚铁和全铁的量, 两组对照结果一致, 说明在溶解过程中亚铁不被氧化。因此, 滴定完二氧化碳后, 将锥形瓶冷却, 取下。立即加5滴二苯胺

磺酸钠, 用0.012N的重铬酸钾溶液滴定至紫色为终点。在滴定曲线上查得相应的滴定度, 算出亚铁含量。

向滴定完亚铁的锥形瓶中加入5ml浓盐酸, 2滴钨酸钠, 用三氯化钛还原至有钨蓝生成, 用0.012N的重铬酸钾溶液滴定至浅蓝色终点, 计算出全三氧化二铁含量。

差减求得三氧化二铁含量。

试验表明, $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ 标准溶液的滴定度随铁量的高低不同而变化。特别在量低时更为明显。所以应随实验绘制 T—V 曲线进行校正。

3. 杂质元素含量的测定

① 试液的制备

在微量天平上称取5.000mg 试样于5~10ml铂金坩埚中, 用1ml1:2盐酸低温溶解, 蒸干。加入含1%氯化铈的2%盐酸溶液定容于5ml容量瓶中。同时带两份空白。

② 氧化钾、氧化钠的测定

将上述制备好的溶液立即用原子吸收光谱测定。量程扩展10倍。

③ 氧化钙和氧化镁的测定

用微量取样器分别取100 μl 上述溶液于微量进样杯中, 脉冲进样, 原子吸收光谱测定。量程扩展为0.1倍。

④ 氧化锰的测定

取上述溶液1ml于5ml容量瓶中, 用2%的盐酸定容, 原子吸收光谱测定。

三、分析结果及分子式的计算

方法用于试样分析, 结果列于表1。方法精密度试验结果汇于表2。

表 1 样品分析结果(%)

成份	结果	To 50		I	
		含量	$\bar{x}$	含量	$\bar{x}$
CaO		2.44	2.34	0.75	0.75
		2.39		0.73	
		2.23		0.74	
		2.29		0.78	
MgO		2.53	2.51	2.06	2.12
		2.49		2.27	
		2.56		3.03	
		2.46		2.13	

续表

MnO	4.30	4.36	2.65	2.57
	4.49		2.44	
	4.24		2.52	
	4.41		2.67	
FeO	51.21	51.22	55.53	55.44
	51.13		55.35	
	51.08		55.61	
	51.16		55.11	
	51.54		55.60	
Fe ₂ O ₃	-0.35	0	0.05	0
	-0.27		0	
	0.14		0.06	
	0		-0.20	
CO ₂	38.63	38.58	38.63	38.43
	38.34		38.43	
	38.28		38.47	
	38.76		38.37	
	38.89		38.25	
合 计		99.01		99.31

根据表1计算分子式:

试样 To50: $(\text{Ca}_{0.048} \text{Mg}_{0.071} \text{Mn}_{0.070} \text{Fe}_{0.813})_{1.002} \text{C}_1\text{O}_{3.002} \text{M}^{2+}_{1.002} \text{C}_1\text{O}_{3.002}$

即 MCO_3

试样 I: $(\text{Ca}_{0.015} \text{Mg}_{0.080} \text{Mn}_{0.041} \text{Fe}_{0.884})_1 \text{C}_1\text{O}_3$
 $\text{M}^{2+}_{1.002} \text{C}_1\text{O}_{3.002}$

即 MCO_3

根据所得分子式表明分析结果是正确的。

本工作中的原子吸收部分得到周竟业同志的帮助, 仅此表示感谢。

表 2 方法的精密度

成 份	标准偏差(%)		变动系数(%)	
	To 50	I	To 50	I
CaO	0.09	0.02	3.8	2.7
MgO	0.04	0.09	1.6	4.2
MnO	0.11	0.11	2.5	4.3
FeO	0.18	0.21	0.35	0.38
CO ₂	0.26	0.14	0.67	0.36

参 考 文 献

〔1〕 岩石矿物分析编写小组,《岩石矿物分析》,地质出版社,1974。

〔2〕 金继红,《分析化学》,5(1), 80, 1977。

(收稿日期: 1988年4月27日)

Microchemical Analysis of Siderite

CHEN Yeyu

(Institute of Geochemistry, Academia Sinica, Guiyang)

A rapid and simple micro scheme was devised in which a weighing portion of 15 mg was decomposed under protection of nitrogen, CO_3^{2-} , Fe^{2+} and Fe^{3+} were determined chemically. Another Sample Portion(5mg) was analyzed for K, Na, Ca, Mg and Mn by AAS. The results Were Satisfactory.