

文章编号: 0254-5357(2008)06-0479-02

## 硫氰酸汞分光光度法测定矿石中氯

陈芸平, 唐劲松

(云南省有色地质测试中心, 云南 昆明 650216)

**摘要:** 岩石样品经氧化锌-碳酸钠烧结预处理, 用水浸取后澄清, 取清液用硫氰酸汞间接分光光度法进行氯的测定。方法用于实际样品的分析, 结果与其他方法测定值一致, 误差均在允许范围内; 对氯含量为 1.08% (质量分数) 的样品重复测定 6 次, 精密度 (RSD) 为 1.74%。方法适用于 0.02% ~ 2% 氯的测定, 并且方法简单、快捷、准确, 避免了用高氯酸调节酸度的繁琐操作。

**关键词:** 分光光度法; 氯; 硫氰酸汞; 氧化锌-碳酸钠; 矿石

**中图分类号:** O657.32; O613.42; P578 **文献标识码:** B

## Mercury Thiocyanate Spectrophotometric Determination of Chlorine in Ores

CHEN Yun-ping, TANG Jin-song

(Yunnan Research Center for Nonferrous Geoanalysis, Kunming 650216, China)

**Abstract:** A method for the mercury thiocyanate spectrophotometric determination of chlorine in ore samples was reported in this paper. The sample was sintered with zinc oxide-sodium carbonate and then leached with water. Chlorine in the sample solution was indirectly determined by mercury thiocyanate spectrophotometry. The results are in good agreement with those from other methods with precision of 1.74% RSD ( $n=6$ ) for the sample with 1.08% chlorine. The method is suitable for the determination of chlorine in the samples with 0.02% ~ 2% of chlorine with the advantage of simplicity, rapidity, accuracy and less tedious procedure.

**Key words:** spectrophotometry; chlorine; mercury thiocyanate; zinc oxide-sodium carbonate; ore

岩石样中氯的含量很低, 多用硫氰酸汞间接光度法测定<sup>[1-5]</sup>。原理为: 氯离子在酸性介质中能取代硫氰酸汞中的  $\text{SCN}^-$ , 加入  $\text{Fe(III)}$ , 使之与游离的  $\text{SCN}^-$  作用, 从而间接测定氯的含量。

目前岩石样中氯的分析方法为: 样品经碱熔浸取后用高氯酸调节酸度<sup>[1]</sup>, 然后取清液进行比色分析。在浸取后需水浴加热, 同时用 60% ~ 70% (质量分数) 的高氯酸中和至  $\text{pH}=7.00$  (用试纸检查), 然后水浴保温至氢氧化物凝聚。该法操作繁琐, 中和时高氯酸会向四周飞溅, 保温耗时长, 极其不好掌控。针对这个缺点, 本文将样品碱熔改用  $\text{ZnO}-\text{Na}_2\text{CO}_3$  在高温下烧结, 然后用水浸取后澄清, 取清液分析。方法经过实验论证, 精密度和准确度较好, 操作简单、快捷、可靠。

### 1 实验部分

#### 1.1 标准溶液和主要试剂

**氯标准储备溶液:** 准确称取 0.2103 g 优级纯 KCl, 完全溶解后转移至 100 mL 容量瓶, 稀释至刻度, 摇匀。此氯标准储备溶液浓度为  $\rho(\text{Cl}^-)=1 \text{ g/L}$ 。

**氯标准溶液:** 用 10 mL 单刻线移液管移取 10 mL 氯标

准储备溶液, 置于 100 mL 容量瓶中, 定容, 配制成 100 mg/L 的氯标准溶液。

**饱和硫氰酸汞溶液:** 称取 1.5 g  $\text{Hg}(\text{SCN})_2$  溶解于 500 mL 无水乙醇中, 剧烈振荡后即可 (浑浊可过滤), 保存于棕色瓶中。

**硫酸铁铵溶液 (30 g/L):** 称取 150 g  $\text{NH}_4\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$  溶于水中, 加入 150 mL  $\text{HNO}_3$ , 配制成 500 mL 溶液。

**$\text{ZnO}-\text{Na}_2\text{CO}_3$  熔剂 (质量比 1:4):** 将 50 g  $\text{ZnO}$  和 200 g  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  充分混匀即可 (有颗粒则需要研细后再混匀)。

对硝基苯酚溶液 (10 g/L), 6 mol/L  $\text{HNO}_3$  (无  $\text{NO}_2^-$ )。

#### 1.2 实验方法

称取 0.2 ~ 0.5 g 样品 (精确至 0.0001 g) 于镍坩锅中, 加入 2 ~ 5 g  $\text{ZnO}-\text{Na}_2\text{CO}_3$  熔剂, 搅匀, 放入 740 °C 马弗炉中灼烧 20 ~ 30 min, 然后升温至 800 °C, 灼烧 10 min, 待样品半熔后, 取出冷却, 用 10 ~ 15 mL 沸水浸取煮沸, 冷却后转移至 25 mL 比色管中, 稀释至刻度, 摇匀, 澄清。取清液 1 ~ 5 mL 于 25 mL 比色管中 (不足体积的用空白补足), 加 1 滴对硝基苯酚溶液, 用  $\varphi=50\%$  (体积分数, 下同) 的  $\text{HNO}_3$  中和至黄色消失后补加 1 mL 50% 的  $\text{HNO}_3$ , 加入 4 mL 饱和硫氰酸汞溶液, 3 mL 硫酸铁铵溶液, 稀释至刻度, 摇匀, 放置 30 min, 于波长 460 nm 处比色测定。

收稿日期: 2007-12-16; 修订日期: 2008-06-01

作者简介: 陈芸平 (1984-), 男, 云南永胜县人, 助理工程师, 从事化学分析工作。E-mail: checcyp@163.com。

移取0.0、0.5、1.0、1.5、2.0 mL 氯标准溶液于25 mL 比色管中,与样品同条件操作,绘制校准曲线。

## 2 结果与讨论

### 2.1 烧结温度和时间的选择

实验表明,无需要进行过长时间或更高温度的烧结。对于大多数矿石样品,只需要在740℃马弗炉中灼烧20 min,然后升温至800℃,灼烧10 min即可。

### 2.2 干扰离子的影响

溶液中 $\text{Br}^-$ 、 $\text{I}^-$ 有严重影响。实验结果表明,共存离子 $\text{SO}_4^{2-} > 200 \text{ mg}$ 、 $\text{NO}_3^-$ 为800 mg、 $\text{Cr}_2\text{O}_3 > 0.03 \text{ mg}$ 、 $\text{P}_2\text{O}_5 > 0.1 \text{ mg}$ 时均会使结果偏低; $\text{SiO}_3^{2-}$ 、 $\text{AsO}_4^{3-}$ 、 $\text{F}^-$ 低于1 mg均不影响测定。

### 2.3 准确度和精密度

取4个氯的矿石样(均为云南省有色地质测试中心管理样)进行分析,由表1结果可见,测定值与推荐值基本符合。

表1 方法对照

Table 1 Comparison of analytical results of Cl in ore samples

| 样品编号    | $w(\text{Cl})/\%$ |       | 相对误差<br>RE/% |
|---------|-------------------|-------|--------------|
|         | 推荐值               | 本法测定值 |              |
| Cl-1    | 1.41              | 1.43  | 1.42         |
| M90-261 | 1.08              | 1.07  | -0.93        |
| 滇勘-2    | 0.56              | 0.54  | -3.57        |
| 滇勘-1    | 0.22              | 0.21  | -4.54        |

选取氯的矿石样(云南省有色地质测试中心管理样,氯含量参考值为1.08%),分别平行称取6份,按照本法进行分析,结果为1.05%、1.06%、1.10%、1.07%、1.07%、1.05%,平均值为1.07%,计算方法精密度(RSD)为1.74%。

## 3 结语

样品经氧化锌-碳酸钠烧结预处理,用硫氰酸汞间接分光光度法测定岩石中的氯,方法简单、快捷、准确,避免了高氯酸调节酸度的繁琐操作,准确度和精密度均满足要求。

在操作过程中注意防止污染,所用的坩埚、烧杯、比色管、移液管等必须先用2 mol/L 氢氧化钠溶液洗涤,然后用浓硫酸洗,再用水反复冲洗,最后用蒸馏水反复洗涤;在操作时防止手上的汗渍沾污。

## 4 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,1991:177-178.
- [2] 张汝爱,潘红月. 工业硫磺中氯化物的测定——硫氰酸汞分光光度法[J]. 硫酸工业,1988(5):32-36.
- [3] 白林山,仇进. 硫氰酸汞吸光度法同时测定水中微量氯离子及余氯[J]. 理化检验:化学分册,2001,37(6):251-252.
- [4] 马时申,俞晓琛,孙世平,谢淳,文希孟. 核级金属钠中微量氯的分析[J]. 原子能科学技术,2000,34(6):534-539.
- [5] 黄和明. 二氧化锆中氯的测定——硫酸铁铵-硫氰酸汞间接光度法[J]. 江苏冶金,1986(3):58-60.