

## 二氯化锡-重铬酸钾容量法快速测定硫铁矿中全铁量

周凤英

(铜陵化学工业集团新桥矿业公司)

**摘要:**研究了用硫磷混酸溶样,二氯化锡还原 $Fe^{3+}$ ,以钨酸钠为还原指示剂,二苯胺磺酸钠为指示剂,重铬酸钾滴定现场快速分析硫铁矿中全铁的分析方法。

**关键词:**二氯化锡;钨酸钠;重铬酸钾

**中图分类号:** O 655.2

**文献标识码:** B

**文章编号:** 1009-5683(2006)05-0037-02

### 1 前言

目前,测定硫铁矿中全铁量一般采用国标 GB/T 2463.2—1996,但具体操作时易造成系统偏差。本方法在吸取原有方法的基础上作了一些改进,以硫磷混酸溶解试样,以二氯化锡还原 $Fe^{3+}$ ,加入含磷酸的钨酸钠溶液,以形成“钨蓝”指示还原终点,用二苯胺磺酸钠为指示剂,重铬酸钾标准溶液滴定来测定铁。改进后的方法不用汞和三氯化钛,减少了对环境的污染,也节省了试剂。用本法测得的结果与用标准方法测得的结果基本一致,适合于现场硫铁矿中全铁的快速分析。经实验,本法也可用于铁矿石中全铁的分析。

### 2 实验部分

#### 2.1 试剂

**硫磷混酸:**将 200mL 硫酸( $\rho$  1.84g/mL)在搅拌中缓慢注入 500mL 水中,冷却后再加入 300mL 磷酸( $\rho$  1.70g/mL),混匀。

**二氯化锡溶液:**50g/L。称取 5g 二氯化锡溶于 20mL 热盐酸中,稀释至 100mL,混匀(用时现配)。

**钨酸钠溶液:**250g/L,称取 25g 钨酸钠溶于适量水中(若混浊需过滤),另 5mL 磷酸( $\rho$  1.70g/mL),用水稀释到 100mL,混匀。

**二苯胺磺酸钠溶液:**2g/L,称取二苯胺磺酸钠 0.2g 溶于 100mL 水中,加硫酸(1+9)1 滴,贮于棕色

瓶中。

**重铬酸钾标准溶液:** $C(1/6K_2Cr_2O_7) = 0.04000$  mol/L。称取 1.9612g 已于 150℃ 烘干 1h 的重铬酸钾(基准试剂)溶于水中,移入 1000mL 容量瓶中,用水稀释到刻度,混匀。

**硫酸亚铁铵溶液:**0.05mol/L,称取 1.96g 硫酸亚铁铵 $[(NH_4)_2Fe(SO_4)_2 \cdot 6H_2O]$ 溶于少量水中,放入 10 滴硫酸( $\rho$  1.84g/mL),移入 100mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

#### 2.2 实验方法

称取已烘干的试样 0.2000g 于 250mL 锥形瓶中,加入 15mL 硫磷混酸,轻轻摇动锥形瓶,使试样分散,在高温电炉上加热分解,至冒硫酸白烟并腾空距瓶底 3~4cm 高时,取下自然冷却。用少量水冲洗瓶壁,加入 10mL 盐酸,于 60~80℃ 试液中,边摇边滴加二氯化锡溶液至瓶中试液黄色刚褪尽,冷却,补加蒸馏水使体积至 150mL 左右,加入钨酸钠溶液 15 滴,此时溶液应呈浅蓝色(如若不呈浅蓝色,可再滴加  $SnCl_2$  溶液;如若蓝色较深,可滴加  $K_2Cr_2O_7$  溶液至浅蓝色),加入二苯胺磺酸钠指示剂 5 滴,用重铬酸钾的标准溶液滴至试液由亮绿色变为稳定的紫色即为终点,同时做空白试验。

### 3 结果与讨论

#### 3.1 溶解用酸的选择

电设备安装试运行,再加上施工前准备工作 2 个月,矿井建设工期估算为 19.1 个月。

### 10 技术经济指标

本设计固定资产投资 5 966.06 万元,其中井巷工程 1 565.58 万元,土建工程 1 037.11 万元,机电设

备购置 1 653.47 万元,安装工程 683.21 万元,其他基本建设费用 636.39 万元,预备费 390.30 万元,吨煤投资 198.87 元/t。

估算正常年份原煤生产单位成本为 100.36 元/t,销售收入为 5 700 万元,年利润总额为 2 044.85 万元,投资回收期 3.51a。

周凤英(1969-),女,工程师,244132 安徽省铜陵市铜化集团新桥矿业公司质计站化验室。

(收稿日期 2006-03-23)

加入磷酸能与三价铁离子生成无色络离子,可防止三价铁离子对指示剂的氧化作用,使终点明显。另外对于一些难溶的或含有有机物的样品,可在溶样时加几滴硝酸,但硝酸的存在会严重影响还原和滴定终点的观察,因此必须用硫酸将硝酸完全赶走。若试样含少量硅酸铁时,加入 1~2 滴氢氟酸溶解。

### 3.2 溶解温度的选择

溶样时需用高温电炉(700 左右),并不断地摇动锥形瓶以加速分解,否则在瓶底将析出焦磷酸盐或偏磷酸盐,使结果不稳定。

### 3.3 氧化还原温度的控制

在用二氯化锡还原时,温度应控制在60~80 ,并不断摇动。而在最后的氧化滴定中,溶液温度应控制在20~40 为好,以使反应能较快进行。

### 3.4 还原终点的确定

用二氯化锡还原三价铁离子时,若二氯化锡过量,必然使重铬酸钾标准溶液过量,导致结果偏高。加入钨酸钠溶液,可以指示 $Fe^{3+}$ 被还原的终点。但如果加入的二氯化锡不慎过量,则加入钨酸钠溶液后,

试液的蓝色较深,可用重铬酸钾溶液返滴至呈浅蓝色,不计体积。

### 3.5 分析结果与国家标准方法比较(见表1)

表1 试样中全铁含量对比( $n=3$ ) (%)

| 样品 | 标准方法  | 本法    | 绝对误差  | 超差与否 |
|----|-------|-------|-------|------|
| 1# | 39.56 | 39.27 | -0.29 | 否    |
| 2# | 43.56 | 43.22 | -0.34 | 否    |
| 3# | 51.34 | 51.77 | 0.43  | 否    |
| 4# | 62.76 | 62.36 | -0.40 | 否    |

从表1可以看出,用本法测得的结果与GB/T2463.2—1996比较,铁矿石化学分析方法测得的结果基本一致,本方法可以用于硫铁矿及铁矿石样品的全铁快速分析。

### 参 考 文 献

- [1] 硫铁矿和硫精矿分析方法[S]. GB/T2460~2469—1996, 国家技术监督局发布.
- [2] 铁矿石化学分析方法[R]. 冶金部铁精矿质量监督检测中心, 1993.5.

(收稿日期 2005-00-28)

(上接第9页)

## 5 结论

(1) 建立健全国际铜产品生产竞争体系,充分发挥中国铜产品生产的整体优势,积极参与公开、公平、有序的国际竞争。

(2) 解决好市场竞争带来的恶性问题,特别是要规避一些外商有意挑起中国企业间的恶性竞争,避免中国铜产品生产企业蒙受巨大损失。

(3) 增强对铜冶炼技术研究,最大化提取铜共生矿,减少浪费,增强效益。

(4) 加强企业间的合作,避免恶性价格的形成,

促进中国国家铜产品生产积极健康发展。充分发挥CSPT的作用,实施铜原料联合采购,争取铜精矿进口价格谈判中取得主动地位,避免在铜产品生产中不必要的损失。

### 参 考 文 献

- [1] 国际铜业协会. 中国成为世界第一大铜消费国[N]. 人民日报, 2003.4.24.
- [2] 徐匡迪. 中国制造业的现状与面临的挑战[J]. 中国发展观察, 2005.4.

(收稿日期 2005-12-22)

## · 信息平台 ·

### 宿迁探明一处千万吨储量陶土矿

经江苏省有关部门组织专家审查,探明位于宿迁市晓店镇新窑居委会有一处储量过千万吨的大型陶土矿,可望成为江苏省一个新的陶瓷矿产资源基地。

在勘查过程中,除采用野外调查、钻探、试验等传统找矿方法外,还委托“瓷都”江西景德镇陶瓷研

究所开展了成瓷试验和可行性研究,并从“陶都”宜兴组织陶瓷专家对陶土资源矿投产后的生产工艺进行论证,经矿产资源储量评估师、资源开发利用和水文地质专家初步评审,该处陶土资源储量约1.066万t,标志着宿迁市在矿产资源开发与利用上将增添一个新亮点。