



# 矿石中硫的快速测定

(EDTA容量法)

辽宁冶金107地质队 邓庆鹏

用硫酸钡重量法测定硫，精度较高，是公认的一种标准经典方法。但该方法操作手续繁杂，耗电量大，费时间。碘量法间接测定硫同样手续繁琐，很少为人采用。近年来，用燃烧法测定硫虽逐渐有所流行，但该方法对零星试料的测定也不合算，费时费电，而且操作者经验不多时难于掌握。为此，我们本着寻找一种多快好省的分析方法的精神，在队领导的支持和帮助下，经多次试验，试成了硫的容量测定方法，现简介如下。

## 一、方法的理论根据

本法采用硝酸-氯酸钾饱和溶液溶解，碳酸钠溶液浸出，使Sr、Ca、Pb、Ba等难溶性硫酸盐溶解。在硝酸介质中加入铅盐，使硫酸根生成硫酸铅沉淀，测定铅量后间接求得硫的含量。

## 二、试验部分

### 1. 酸度试验

取硫标准溶液49.9毫克，加水80毫升，

表1

编号	加入硫 (毫克)	加入1:1 HNO <sub>3</sub> (毫升)	回收硫 (毫克)	回收率 (%)
1	49.9	1.0	49.52	99.23
2	49.9	2.0	49.52	99.23
3	49.9	3.0	48.80	97.7
4	49.9	4.0	47.80	95.79
5	49.9	5.0	45.10	90.38
6	49.9	6.0	43.80	87.77
7	49.9	7.0	42.70	85.57
8	49.9	8.0	41.0	82.16
9	49.9	9.0	—	—
10	49.9	1.00	38.70	77.55

注：K<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>系三级品

分别加入1:1硝酸1.0, 2.0, 3.0, 4.0, 5.0……10.0毫升煮沸。在激烈搅拌下，徐徐加入1M硝酸铅溶液10毫升，煮沸后取下，放入冷水槽中冷却30分钟过滤。沉淀以冷水洗涤8~10次。将沉淀用热水吹入原烧杯中。用50毫升热的醋酸-醋酸铵缓冲液

表2

试料号	加入1:1 HNO <sub>3</sub> (毫升)	重量法结果	外验结果 (燃烧法)	本法测定结果
1078	中和至红色	10.44%	10.79%	10.66%
"	中和至红色	"	"	10.66
"	中和至红色过量0.5	"	"	10.66
"	" " 1.0	"	"	10.52
"	" " 2.0	"	"	10.29
"	" " 3.0	"	"	10.08
"	" " 4.0	"	"	9.90
"	" " 5.0	"	"	9.58
"	" " 6.0	"	"	9.04
"	" " 7.0	"	"	8.65

(pH=5)冲洗滤纸，加热至沸，然后用水稀至150~200毫升，加入0.2%的二甲酚橙指示剂7~9滴，用0.1MEDTA标准溶液滴定。试验结果(表1)表明，在100毫升左右的体积里沉淀硫酸铅时，1:1的硝酸不能超过2毫升。取0.5克已知结果的样品于烧杯中，加入硝酸-氯酸钾饱和溶液10毫升，加热溶解，并蒸发至显盐。取下稍冷，加入5%硫酸钠溶液50毫升，煮沸2分钟，取下过滤。沉淀用热水洗涤6~8次(滤液体积保持在100毫升左右)，滤液以甲基橙为指示剂，用1:1硝酸中和至红色，并由不过量到分别过量0.5, 1.0, 2.0, 3.0, 4.0, 5.0, 6.0, 7.0毫升，然后按前述手续测定。实际样品测定结果(表2)表

明,在硝酸酸性中沉淀硫酸铅时,酸度不宜过大,否则结果偏低。为了获得较好的沉淀颗粒,并避免硫酸铅沉淀中混入杂质,在100毫升体积内最好加入过量的1:1硝酸0.5~1.0毫升。

## 2. 试料的对比试验

列于表3。试验的条件是1:1硝酸全部过量1毫升,其他条件同表2。

表3

样品号	重量法结果(%)	外 验 结果(%)	本 法 结果(%)	绝对误差(%)		允许误差(%)
				与重量法比较	与外检比较	
1078	10.44	10.80	10.47	0.03	0.33	0.52
1111	7.60	7.58	7.52	0.08	0.06	0.38
1141	8.28	8.62	8.26	0.02	0.36	0.41
1554	15.47	15.54	15.38	0.09	0.16	0.77
1559	5.42	5.44	5.41	0.01	0.03	0.27
1577	2.38	—	2.46	0.08	—	0.12
2138	8.72	8.70	8.70	0.02	0.00	0.44
2328	28.39	28.20	28.26	0.13	0.06	0.57
2358	34.73	35.04	34.77	0.04	0.27	0.67
2418	1.00	—	1.00	0.00	—	0.05

## 三、操作规程

### 分析手续

称取样品0.2~2.0克于杯中,加入10~20毫升硝酸-氯酸钾饱和溶液,放在砂浴上低温加热溶解,并蒸发至恰干。取下稍冷后,加入5%碳酸钠溶液50毫升,加盖表面皿煮沸2分钟。取下趁热用定性滤纸过滤。用热水洗烧杯两次(并用带橡皮头的玻棒擦净烧杯),洗沉淀6~8次。滤液以甲基橙为指示剂,用1:1硝酸中和至红色,并过量1毫升。然后加热煮沸,在激烈搅拌下徐徐加入硝酸铅溶液10毫升。煮沸澄清后取下,放于冷水槽中冷却30分钟以上,用新华

定量滤纸过滤。用冷水洗烧杯两次,洗沉淀8~10次,然后把滤纸展开,用热水将沉淀吹入原烧杯中,并用50毫升热的醋酸-醋酸铵缓冲液冲洗滤纸。之后,加热煮沸,使沉淀溶解,取下用水稀至150~200毫升,加二甲酚橙指示剂7~9滴,用EDTA标准液滴定至黄色,然后,将滤纸放入杯中继续滴定至黄色。

$$\text{计算} \quad S\% = \frac{T \cdot V}{G} \times 100$$

式中: T-EDTA对硫的滴定度; V-消耗EDTA的毫升数; G-试料重量(克)。

## 四、几点说明

1. 为使低品位试样也能得到准确的分析结果,含量在1~2%的试样应称取2克。

2. 样品溶解时温度不宜太高,亦不能蒸发过干,以免含铁高的样品粘附杯底,导致分析结果偏低。

3. 加入5%碳酸钠后,一定要保持充分煮沸,否则一些难溶的硫酸盐得不到完全溶解,会造成结果偏低。

4. 若品位太高,硫酸铅沉淀很多不好溶时,可增加醋酸-醋酸铵的用量至70~100毫升。

试验结果表明,本法虽经两次过滤,但过滤速度都较快,可比采用硫酸钡重量法提高工效两倍以上。而且消耗材料低,省电,适于野外分析。操作方法简便,易于掌握,准确度和重现性都较好。无论是零星试样,还是大批生产;无论是用电或无电,都能照常生产。这是重量法和燃烧法所不能比拟的。但对含有大量钡的样品和在酸中不能分解的样品,不能应用此法。