

# 相指标分析中黄铁矿中铁的直接测定

王子玉 曹继安

(中国科学院南京地质古生物研究所)

一般从测定硫(全硫与硫酸盐硫差值)着手换算黄铁矿中铁。这样没有考虑岩石中自然硫、有机硫和其他形式硫化物存在的影响,且操作烦琐、劳动强度大、成本高。若岩石中有较多的盐酸不溶或难溶硫酸盐(如重晶石、明矾石、石膏等)时,则测定更加困难。为此,我们从铁着手,进行了直接测定黄铁矿中铁的试验。

本法采用1:1盐酸和1:1磷酸的混和酸分离可溶铁( $Fe_2O_3$ );残渣以1:1硝酸溶解测定黄铁矿中铁( $FeOFe_2$ )的含量。

## 一、对含铁矿物在酸中溶解情况的试验

直接测定黄铁矿中铁的必要条件是使黄铁矿与其它含铁矿物分离。各种含铁矿物在不同的酸中,其溶解情况是不同的(表1)。黄铁矿不溶于盐酸和磷酸,仅溶于硝酸。与黄铁矿具有相同溶解性质的含铁矿物有黄铜矿、毒砂、钛铁矿等。但在泥质沉积岩中一般是较为少见的。据此,我们采用1:1盐酸和1:1磷酸的混和酸及1:1硝酸对铁矿石进行了溶解测定的试验(表2)。

表1 各种含铁矿物在酸中的溶解情况表

溶于盐酸或磷酸	不溶于盐酸溶于硝酸	不溶于盐酸和硝酸
磁铁矿、赤铁矿、褐铁矿、镜铁矿、菱铁矿、针铁矿、磁黄铁矿、胶黄铁矿、磷绿泥石、胶磷石、臭葱石、高岭石、铁闪石、金云母、黑云母、水云母、绿泥石、海绿石、蒙脱石、多水高岭石、铁铝榴石、橄榄石等。	黄铜矿、白铁矿、黄铁矿、钻黄铁矿、镍黄铁矿、毒砂、绿帘石(难溶)、钛铁矿(难溶)等。	辉石、直闪石、铬铁矿、尖晶石等。

摘自: H. B. 克利门科, 1954, 矿物相分析 N. A. 普列奥布拉任斯基, 1964, 沉积岩矿物  
石油地质文摘1964(1), 1963(4)。

表2 铁矿石在酸中的溶解试验

溶矿酸及铁含量 矿物名称	1:1HCl+1:1H <sub>3</sub> PO <sub>4</sub>	1:1HNO <sub>3</sub>	矿物来源
	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> %	FeO%	
黄铁矿	0.85	58.74	江苏省地质局
黄铁矿	0.90	43.15	本室
磁铁矿	90.00	0.09	江苏省地质局
磁铁矿	84.95	0.07	江苏省地质局
赤铁矿	65.60	无	江苏省地质局
褐铁矿	61.86	0.03	本室
菱铁矿	51.05	3.55*	本室

表2说明,菱铁矿、磁铁矿、赤铁矿、褐铁矿在1:1盐酸和1:1磷酸的混和酸中可完全溶解。黄铁矿则不溶于混和酸而溶于1:1的硝酸。因此,黄铁矿可与其它含铁矿物有效地分离测定。

## 二、黄铁矿分离的验证实验

### 1. 黄铁矿在盐-磷混和酸中的试验

以同一称量的黄铁矿结核岩样,溶于一系列不同浓度的盐-磷混和酸中,试验结果见表3。

表3 同一称量的岩样在不同浓度的盐-磷混和酸中的溶解试验

加入混和酸及量	HCl10ml + H <sub>3</sub> PO <sub>4</sub> 10ml	4:1 HCl10ml + 4:1 H <sub>3</sub> PO <sub>4</sub> 10ml	3:1 HCl10ml + 3:1 H <sub>3</sub> PO <sub>4</sub> 10ml	2:1 HCl10ml + 2:1 H <sub>3</sub> PO <sub>4</sub> 10ml	1:1 HCl10ml + 1:1 H <sub>3</sub> PO <sub>4</sub> 10ml	1:1 HCl10ml + 1:1 H <sub>3</sub> PO <sub>4</sub> 8ml	1:1 HCl8ml + 1:1 H <sub>3</sub> PO <sub>4</sub> 10ml	编号
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> %	2.11	2.41	2.61	2.61	2.61	2.61	2.11	CK545

由表3知,黄铁矿结核岩样在此一系列不同浓度的盐-磷混和酸中所溶解出的Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>百分含量基本一致,仅在表中两端的盐-磷混和酸的浓度中结果稍偏低。

再以不同称量的同一岩样(浙西寒武系黄铁矿结核),溶于同体积同浓度的盐-磷混和酸中(1:1HCl 10ml + 1:1H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub> 8ml),试验结果见表4。

表4 不同称量的岩样在同一体积同一浓度的盐-磷混和酸中溶解试验

称量(克)	2	1	0.5	0.2	0.1	0.05	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> % (平均)	编号
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> %	0.49	0.49	0.53	0.50	0.49	0.47	0.50	CK1021

表4表明:铁溶解的百分含量也是一致的。从表3、表4所显示铁含量的一致性和含铁的数量级,进一步地验证了黄铁矿不溶于盐-磷混和酸,而岩石中其它形式的铁(不包括难溶硅酸铁)可全溶于盐-磷混和酸中,达到了分离的目的。

### 2. 混和试样的试验

将含黄铁矿的样品和其它含铁矿物的样品按不同比例混和起来。先用盐-磷混和酸溶解,测出酸溶铁(Fe%),剩余物再以1:1硝酸溶解测定黄铁矿铁(Fe<sub>FeS2</sub>%),试验结果见表5。

表5中所列测定的Fe%、Fe<sub>FeS2</sub>%,与按混和比进行推算之含量进行比较的结果是吻合的。更进一步地证实了盐-磷混和酸能将黄铁矿与其它含铁矿物分离。

### 3. 对含铁矿物的岩样采取多次连续酸溶的试验(表6)

表6说明,矿样经一次酸溶后,酸溶铁能基本全溶,第二次溶解出的铁极少(小于0.015%),第三次处理已完全不含铁。这又证实了在本实验条件下,黄铁矿基本不被

表 5 混和试样的试验

样号	混和比	Fe %		FeFeS <sub>2</sub> %	
		测得	按比例计算	测得	按比例计算
CK5	100%	10.558		1.598	
CK20	100%	0.058		2.302	
CK20 : CK5	4 : 1	2.14	2.16	2.15	2.16
CK20 : CK5	3 : 2	4.30	4.26	2.03	2.02
CK20 : CK5	2 : 3	6.32	6.36	1.88	1.88
CK20 : CK5	1 : 4	8.49	8.46	1.74	1.74

表 6 多次连续溶矿的试验

溶矿方法	矿样		黄铁矿	磁铁矿	赤铁矿	菱铁矿	20	21
	次数							
1 : 1HCl + 1 : 1H <sub>3</sub> PO <sub>4</sub>	第一次	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> %	0.70	89.20	65.00	58.30	0.065	10.56
	第二次		0.013	0.003	无	0.01	0.005	0.01
	第三次		无	无	无	无	无	0.005
1 : 1HNO <sub>3</sub>	残渣	FeS <sub>2</sub> %	99.00	无	0.10	5.30	4.95	4.19

溶解，经过一次盐-磷混和酸处理可达分离目的。

通过以上实验得出：

(1) 采用1 : 1盐酸和1 : 1磷酸的混和酸能满意地溶解岩石中的酸溶铁（黄铁矿和硅酸铁除外）。

(2) 黄铁矿能全溶于1 : 1硝酸。

这些即为建立本法之依据。

### 三、与S<sup>2-</sup>重量法的对比

对浙西寒武系地层含重晶石岩样进行黄铁矿测定（表7），结果表明，本法测得黄铁矿中铁的两次误差不大，绝对平均误差为±0.028。以本法求出之黄铁矿中铁换算为硫与重量法测得之二价硫（已消除有机硫、重晶石和其它硫酸盐硫之影响）对比，其绝对平均误差为±0.03。对比结果非常吻合，证实方法依据可靠。

### 四、测定步骤

称取0.5000—1.0000g过100目之岩样于100ml烧杯中，加入10ml1 : 1盐酸和8ml1 : 1磷酸，在电热板上低温加热（电热板温度不高于150℃）。使溶液体积浓缩到5ml左右取下，稍冷，用水稀释到约50ml。以经王水处理过的石棉浆过滤，先用5%热盐酸洗涤滤渣和烧杯三次，再用热水洗至无氯离子。用少于5ml的水将滤渣完全洗入100ml烧杯中，加入5ml硝酸，加热近沸并蒸干。以1 : 1盐酸溶解，转入100ml容量瓶中定容。吸取一定量溶液，以EDTA络合滴定法或原子吸收法测定之。

表7 黄铁矿测定结果对比表

编号	岩性	FeOFeS <sub>2</sub> %			按黄铁矿 折算S <sup>-2</sup> %	重量法S <sup>-2</sup> %	绝对误差
		1	2	绝对误差			
145	黑色页岩	3.36	3.35	0.01	2.98	3.01 3.00	-0.03
8	石煤层	2.83	2.86	0.03	2.50	2.42 2.43	+0.07
168	黑色炭质页岩	1.98	1.92	0.06	1.73	1.18	+0.55
172	硅质岩	1.84	1.90	0.06	1.63	1.56 1.59	+0.05
7	含炭燧石	1.01	1.05	0.04	0.89	0.86	+0.03
105	黑色泥质页岩	1.57	1.65	0.08	1.44	1.43 1.41	+0.01
186	硅质页岩	1.43	1.44	0.01	1.28	1.69	-0.41
184	炭质硅质页岩	1.16	1.10	0.06	1.00	1.16 1.17	-0.16
183	硅质岩	2.16	2.19	0.03	1.95	2.02 2.03	-0.07
185	炭质硅质页岩	0.67	0.63	0.04	0.58	0.58	0
177	磷块岩	0.28	0.32	0.04	0.28	0.32	-0.04
109	泥质页岩	0.29	0.29	0	0.26	0.27	-0.01
33	白云质灰岩	0.28	0.27	0.01	0.25	0.23	+0.02
163	黑色硅质岩	0.33	0.29	0.04	0.28	0.30	-0.02
17	白云质灰岩	0.28	0.29	0.01	0.26	0.27	-0.01
73	微细晶白云岩	0.07	0.06	0.01	0.05	0.05	0
187	石煤层	0.15	0.13	0.02	0.13	0.19	-0.06
19		4.32	4.30	0.02	3.83	3.70	+0.13
22		8.53	8.50	0.03	7.57	7.51	+0.06
12	含白云石硅质岩	0.01	0.02	0.01	0.01	0.005	+0.005
平均误差				0.028			0.03

本实验部份内容曾经过地矿部石油地质中心实验室陈丕济高级工程师审阅。样品由本室薛耀松和江苏省地矿局提供，特致谢。

(收稿日期：1988年3月22日)

### 参 考 文 献

- [1] H.克尼波维奇等, 1960, 矿物原料分析(卷二), 化学工业出版社。
- [2] H.B.克利门科, 1954, 矿石物相分析, 地质出版社。
- [3] 波诺马列夫, 1959, 矿石原料化学分析法(下), 地质出版社。

# DIRECT MEASUREMENTS OF FERRO FROM PYRITE IN FACIES ANALYSIS

Wang Ziyu    Cao Jian

(Nanjing Institute of Geology and Palaeontology,  
Academia Sinica, China)

## Abstract

The ferrous content is used to be converted from the sulfur determination (the difference between total sulphur and sulphate - sulphur). Therefore, the influence of natural sulphur, organic sulphur and other forms of sulphid matters existing in the rocks are not taken into consideration. Besides the whole process is a complicated operation needing a lot of time, costs and overlaborate procedures. Should there be considerable indissoluble or indissolvable sulphate (such as barite, alumstone, gypsum) in hydrochloric acid of the rock, the measurements would be even more difficult. For this reason, the experiments of direct measurements on ferro from pyrite are carried out.

In the experiments, soluble ferro ( $\text{Fe}_2\text{O}_3$ ) was separated by a mixed acid with 1 : 1 hydrochloric acid and 1 : 1 phosphoric acid solutions, and then the residue of which is dissolved with 1 : 1 nitric acid, and the ferrous content ( $\text{FeOFeS}_2$ ) is determined from pyrite.