

碘回收工艺中硫酸盐含量的快速测定

贾双珠 解田^{①a} 黄海英^b 钟宏波^b

(贵州大学化学与化工学院 贵阳市贵工路 1 号 550003)

^a瓮福(集团)有限责任公司 贵州省福泉市马场坪 550501]

^b贵州省化工产品质量监督检验站 贵阳市晒田坝路 1 号 550002)

摘要 介绍了一种用 UV-1600 型紫外可见分光光度计快速测定碘回收工艺中硫酸盐含量的方法。以氯化镁、乙酸钠、硝酸钾和乙醇为缓冲溶液,在 440nm 处测量吸光度,硫酸盐浓度在 0—50 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 符合比耳定律,可决系数为 0.9996。将所得碘吸收液中硫酸盐含量与重量法所得结果对比,确定分光光度法是实验室快速测定碘回收工艺中硫酸盐含量的适宜方法。

关键词 硫酸盐;分光光度法;重量法;碘回收

中图分类号: O657.32

文献标识码: A

文章编号: 1004-8138(2011)06-3179-04

1 引言

用二水物法生产湿法磷酸过程中,磷矿石中的碘大部分进入稀磷酸料浆中,加入氧化剂反应后,用热空气吹扫稀磷酸,碘离子会被氧化为碘单质升华进入空气中,含碘的热空气通入 SO_2 的水溶液中,得到主要含有 I^- 和 SO_4^{2-} 的吸收液。

目前测定硫酸盐的方法主要有重量法、紫外分光光度法^[1-3]、离子选择电极电位法^[4]、高氯酸钡容量法^[5]和 EDTA 滴定法^[6]、原子吸收光谱法^[7,8]、红外光谱法^[9]和 ZCL 定硫仪法^[10]等。重量法的测定方法为经典方法,测定结果相对准确,然而其测定手续繁琐,费时费力;电极法对于实验的前期处理工作要求很高;容量法的干扰大;原子吸收和红外光谱法设备费用昂贵,不适宜快速测定的普及。结合实验室的现有条件,选择合适的缓冲液,采用分光光度法测定碘吸收液中硫酸盐含量,所得结果经与硫酸钡重量法对比后,证明此方法快速、准确,适合碘回收工艺中硫酸盐含量的测定,具有一定的现实意义。

2 实验部分

2.1 仪器与试剂

UV-1600 型紫外可见分光光度计(北京瑞利分析仪器公司);JJW-1KVA 型精密净化交流稳压电源(上海全力电器有限公司);HH-4 型数显恒温水浴锅(江苏常州国华电器有限公司);78-1 型磁力加热搅拌器(上海浦东物理光学仪器厂);玻璃比色皿 7 个(4.5cm \times 1.2cm \times 1.2cm)。

$\text{MgCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$, $\text{CH}_3\text{COONa} \cdot 3\text{H}_2\text{O}$, KNO_3 , $\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$, 37% 盐酸, 95% 乙醇(所用试剂均为 AR); K_2SO_4 (基准,纯度: 99.95%—100.05%,批号: 20090415,天津市光复精细化工研究所)。实验

① 联系人,手机: (0) 13595439537; 传真: (0854) 2188937; E-mail: chemostar@126.com

作者简介: 贾双珠(1982—),女,内蒙古宁城县人,在读硕士,主要从事精细化学品开发研究工作。

收稿日期: 2011-03-22; 接受日期: 2011-04-20

用水为实验室一级水。

1+ 1 盐酸: 将盐酸与水按体积比 1 : 1 混合。

1+ 5 盐酸: 将盐酸与水按体积比 1 : 5 混合。

缓冲盐溶液: 称取 40g 氯化镁, 4.1g 醋酸钠, 0.83g 硝酸钾和 28mL 95% 乙醇, 加少量水溶解后, 用水定容于 1L 容量瓶中, 摇匀备用。

硫酸盐标准溶液: 称取 0.1814g K_2SO_4 (105℃ 烘干至恒重), 加少量水溶解后, 用水定容于 1L 的容量瓶中, 摇匀, 备用。溶液中硫酸根离子浓度为 $100\mu\text{g}/\text{mL}$ 。

2.2 实验方法

2.2.1 分光光度法

打开 UV-1600 型紫外可见分光光度计和精密净化交流稳压电源, 预热 0.5h, 进行仪器自检, 仪器参数见表 1。

表 1 仪器参数表

项目	参数
比色皿校正	关
换灯点	356.5
样池数	6
波长数	1

2.2.1.1 校准曲线的绘制

分别移取 0.5.00、10.00、15.00、20.00、25.00mL 硫酸盐标准溶液于 50mL 容量瓶中。然后加入 2.00mL 1+ 5 盐酸和 10.00mL pH 5.0 的缓冲盐溶液, 用水定容, 摇匀, 再倒入装有 0.3g $BaCl_2$ 的烧杯中, 用磁力加热搅拌器搅拌 1min, 倒入 4.5cm 比色皿中, 在 5—30min 以内, 用分光光度计在波长 440nm 处比色, 读取吸光度。

2.2.1.2 样品的测定

取 1mL 碘吸收液置于 200mL 容量瓶中, 用水定容, 摇匀。

取 20mL 待测液于 50mL 容量瓶中, 然后加入 2.00mL 1+ 5 盐酸和 10.00mL pH 5.0 的缓冲盐溶液, 用水定容, 摇匀。再倒入已装有 0.3g $BaCl_2$ 的 50mL 烧杯中, 用磁力加热搅拌器搅拌 1min, 在 5—30min 以内, 用分光光度计在波长 440nm 处比色, 读取吸光度。

2.2.2 重量法

依照磷酸分析方法中三氧化硫的测定方法, 取 3 份 10mL 碘吸收液, 分别加入 1+ 1 盐酸 4mL, 稀释至 300mL, 沸腾下逐滴加入 20g/L 氯化钡溶液 25mL, 在沸水浴中保温 1h, 用 4# 坩埚(事先在 180℃ 干燥, 称重)抽滤, 用水洗涤至无氯离子, 将坩埚放入 180℃ 烘箱中干燥 45min, 冷却, 称重, 硫酸盐含量按下式计算。

$$SO_4^{2-} (\text{g}/\text{mL}) = \frac{m \times 0.4116}{V}$$

式中: m —— $BaSO_4$ 质量, g; V —— 碘吸收液体积, mL; 0.4116 —— $BaSO_4$ 换算为硫酸根离子的折合系数。

3 结果与讨论

3.1 硫酸盐标液最大吸收峰的确定

取 10.00mL 硫酸盐标准溶液放入 50mL 容量瓶中, 按 2.2.1 实验步骤, 分别在 430—460nm 测

定其吸光度, 绘制硫酸盐标准溶液吸收曲线(见图 1), 确定其最大吸收波长为 440nm。

按照 2.2.1 实验方法, 测定硫酸盐标准溶液的吸光度并绘制校准曲线(见图 2)。

硫酸盐校准曲线的线性范围是 0—50 $\mu\text{g}/\text{mL}$, 用此方法得到硫酸根离子的含量为 11484.69 mg/L 。

按照 2.2.2 实验方法, 测得碘吸收液中硫酸根离子含量为 11119.49 mg/L 。

3.2 杂质离子的干扰及消除

对于碘吸收液中含有的少量碳酸盐及碳酸氢盐, 可以在测定前加入适量的盐酸, 防止生成的碳酸钡沉淀干扰测定结果。

3.3 缓冲溶液的选择

碘吸收液中含有碘离子, 缓冲溶液中加入中性强氧化剂硝酸钾, 可使碘离子被氧化为碘单质; 在具有粘合作用的氯化镁和缓冲剂乙酸钠的共同作用下, 不仅可以缓和待测液氧化过程颜色变化的现象, 同时可防止待测液被稀释以及硫酸根的引入带来待测体系 pH 的明显改变, 从而保证了测定结果的可靠性。

3.4 精密度实验

取 10.00 mL 硫酸盐标准溶液 6 份, 按照 2.2.1 实验方法测定, 结果见表 2。

表 2 精密度结果

测定次数	1	2	3	4	5	6
吸光度 A	0.2208	0.2330	0.2294	0.2276	0.2331	0.2251
RSD(%)	0.55					

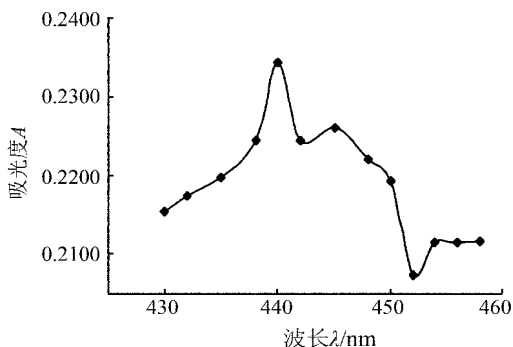


图 1 硫酸盐标准溶液吸光度与波长关系曲线

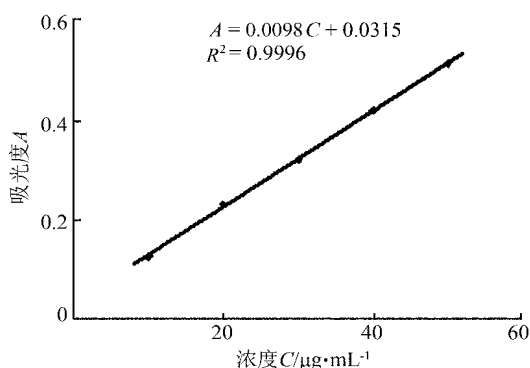


图 2 硫酸盐校准曲线

计算得到测定硫酸盐的相对标准偏差为 0.55%, 具有较好的重现性。

3.5 加标回收率实验

分别在 7.00、15.00 mL 和 20.00 mL 样品溶液中, 加入 5.00、8.50 mL 和 10.00 mL 硫酸盐标准溶液, 按 2.2.1 实验方法测定吸光度, 结果见表 3。

表 3 回收率结果

样品含量(μg)	加标量(μg)	测定值(μg)	回收率(%)
401.96	500	912.24	102.1
403.58	500	921.43	103.6
861.35	850	1743.40	103.8
859.50	850	1706.60	99.7
1144.60	1000	2145.90	100.1
1148.50	1000	2131.60	98.3

加标回收率结果为 98.3%—103.8%, 表明硫酸盐在测定过程中很少损失, 且实验的准确度高。© 1994-2012 China Academic Journal Electronic Publishing House. All rights reserved. <http://www.c>

4 结论

本法测定结果与重量法结果一致,误差在允许范围内,经过比较得出:分光光度法是普通实验室及工厂测定碘回收工艺中硫酸根离子含量较为准确、便捷的方法。

参考文献

- [1] 黄继红,田晓燕,王文芹等.味精中硫酸盐含量的测定[J].发酵科技通讯,2005,34(1):37—39.
- [2] 胡宝珍.紫外分光光度法测定水中硫酸盐[J].理化检验(化学分册),2006,42(9):768—775.
- [3] 文俊斌,曹金峰.分光光度法测定工业氯化铁中的硫酸盐含量[J].化肥标准化与质量监督,2004,(1):30—33.
- [4] 李占灵,汪振辉.电位法测定水中硫酸盐的研究[J].周口师范学院学报,2005,22(5):71—72.
- [5] 宋晓红,陶志国,高姗等.高氯酸钡滴定法测定湿法烟气脱硫系统中硫酸盐含量[J].河北化工分析与测试,2010,33(10):62—65.
- [6] 李晖.氧化铁红中氯根和硫酸根的测定[J].企业标准化,2003,(10):34—35.
- [7] 石景燕,龙潇,马东伟.高压消化-原子吸收法间接测定火电厂煤灰中的硫化物[J].热力发电,2009,38(7):110—113.
- [8] 孙智敏,张德强,孙汉文.火焰原子吸收光谱法间接测定水中硫酸盐[J].理化检验(化学分册),2005,41(8):573—574.
- [9] 林木松,傅强,张宏亮.应用红外光谱法快速测定粉煤灰中硫酸盐[J].理化检验(化学分册),2004,40(6):345—348.
- [10] 彭斌.煤中全硫及各种形态硫的快速测定[J].煤质技术,2002,(增刊):31—34.

Rapid Determination of Sulphate Content in Iodine Recovery Process

JIA Shuang-Zhu XIE Tian^a HUANG Hai-Ying^b ZHONG Hong-Bo^b

(School of Chemistry and Chemical Engineering, Guizhou University, Guiyang, 550003, P. R. China)

^a[Wengfu(Group) Co., Ltd., Fuquan, Guizhou 550501, P. R. China]

^b(Quality of Chemical Industry Supervision and Examination Apartment, Guiyang 550002, P. R. China)

Abstract A method for rapid determination of the content of sulphate in the iodine recovery process by UV-1600 UV-V is spectrophotometer was introduced. With magnesium chloride, sodium acetate trihydrate, potassium nitrate and ethyl alcohol as buffer solution, the sulphate concentration obeyed the Beer's law in the range of 0—50 μg/mL at absorption wavelength of 440 nm, and the coefficient of determination was 0.9996. Compared with results of gravimetric method, the content of sulphate in the iodine absorption liquid by spectrophotometry was confirmed the suit method, that was the optimal one for the laboratory to determine rapidly the content of sulphate in the iodide recovery process.

Key words Sulphate; Spectrophotometry; Gravimetric Method; Iodine Recovery

招聘启事

本刊招聘编辑 1 名

因工作需要,本刊招聘编辑 1 名,条件如下:

1. 大学化学或物理学本科(包括同等学力、博士、硕士等)毕业,成绩良好;
2. 身体健康,不吸烟,对人诚实、守信、和善;
3. 工作认真负责,任劳任怨,勤奋节俭,热爱科学,沉潜专注,甘于寂寞;
4. 不限户口,性别,年龄,民族,党派,信仰等。

免费提供在北京市住宿,工资 3000—5000 元/月,上保险。有意者,请将本人简历发至《光谱实验室》编辑部电子邮箱: gpsys@periodicals.net.cn。

《光谱实验室》编辑部