

微波消解-原子吸收光谱法测定矿石中的铁

邱会东 甘小英 邹志斌

(重庆科技学院 化学化工学院, 重庆 401331)

摘要 应用微波消解-原子吸收光谱法测定矿石中全铁含量,利用 HCl、HNO₃、HF 混合酸,在 800 W 的微波功率,利用二步消解程序,终温 150 °C 并维持 10 min 即可将矿石消解完全。与传统消解方式及化学法进行了比较,其测定结果基本一致,相对标准偏差均小于 1.3%。节约分析成本、提高工作效率,同时还可减少分析产生的废液等三废造成的环境污染问题。

关键词 微波消解;原子吸收光谱法;化学分析;矿石;全铁

中图分类号:O657.31;TH744.12 **文献标识码**:A **文章编号**:2095-1035(2011)04-0044-03

Determination of Iron in Ore by Microwave Digestion-Atomic Absorption Spectrometry

QIU Huidong, GAN Xiaoying, ZHOU Zhibin

(Department of Chemistry and Chemical Technology, Chongqing Institute of Science and Technology, Chongqing 401331, China)

Abstract Microwave digestion-atomic absorption spectrometry was applied to determine total irons in ore. The ore can be completely digested with the mixture of HCl, HNO₃ and HF acid at the microwave power of 800 W. A two-step digestion procedure was used. Final temperature was 150 °C and hold for ten minutes. Compared with traditional method and chemical digestion method, the results of ABS method were consistent with them. The relative standard deviation was less than 1.3%. The ABS method saves analysis cost and improves working efficiency, while reducing environmental pollution problems caused by waste liquid and other wastes generated during analysis processes.

Keywords microwave digestion; atomic absorption spectrometry; chemical analysis; ore; total iron

1 前言

矿石中全铁含量分析的方法^[1-7]主要有化学分析法和仪器分析法,通常认为化学分析法主要适合高含量组分分析,仪器分析法适合微量组分分析,两种分析方法适用范围不同,随着仪器技术的不断发展,这种局限性也越来越被淡化。实际在分析程序中,对矿石前处理工作一直是矿石原料整个分析测定过程中最费时、费力,也最容易引进误差的一个环节。现在逐步推广的微波消解处理法与化学法处理

铁矿石样品相比较,在所用试剂、时间、操作步骤等方面具有明显的优势,通过实验研究发现微波消解处理好的试样结合仪器分析手段,基本与国家标准方法分析结果相当,可以满足企事业单位对矿石中全铁的分析要求。

2 实验部分

2.1 主要仪器与实验材料

原子吸收分光光度计 TAS-990(北京谱析通用仪器);微波消解系统 MARS(美国 CEM 公司);马

弗炉(重庆电炉厂);电子天平(0.1 mg,德国赛多利斯)。

实验材料为云南某钢铁厂样品:精矿粉(ZH0420-257)、原矿(ZH0421-269)、球团矿(ZH0421-261)、钒钛精矿粉(ZH0423-287)、锰矿(ZH0425-313)、原矿(ZH0425-314)、氧化铁(ZH0425-315)、纯水(密理博超纯水系统制备一级水)。

2.2 实验方法及仪器工作条件

表1 原子吸收分光光度法测定铁光谱分析条件

Table 1 Parameters for flame atomic absorption spectrometry

灯电流/mA	燃烧器高度/mm	波长/nm	燃气流量/(L·min ⁻¹)	狭缝宽度/nm	线性范围/(mg·L ⁻¹)	检测限/(mg·kg ⁻¹)
12	7	248.3	2.2	0.2	0.02~4.0	0.02

3 结果与讨论

3.1 微波消解试剂选择

用微波消解的常用 HNO₃、HCl、HF、H₂O₂ 等试剂对试样分解,实验控制微波功率为 800 W,温度 150 °C,保持时间 60 min。准确称取 0.2000 g 样品,分别对常用单种酸或混合酸消解各种矿石样品,试验发现单种酸和任意两种酸都无法将矿石试样溶解完全,容器底部始终有少量白色或黑色沉淀物,而只有利用 HNO₃ 的酸性及氧化能力,HCl 的对难溶金属离子配位能力以及 HF 溶解硅酸盐的能力,三种酸混合后才能将试样溶解完全,溶液澄清透明。

3.2 微波消解试剂用量的选择

准确称取 0.2000 g 样品,固定微波消解条件(功率为 800 W,温度 150 °C,保持时间 60 min)。以 HCl+HNO₃+HF 为消解体系进行酸用量试验,随着酸用量的增加,样品分解得越完全。在 HCl 用量为 9.0 mL,HNO₃ 用量为 3.0 mL,HF 用量为 2.0 mL 时试样(除氧化铁矿外)基本都溶解完全,氧化铁矿需要 15.0 mL HCl,5.0 mL HNO₃ 和 2.0 mL HF 才能溶解完全。

3.3 微波消解程序的选择

为快速溶解各种矿石样品,结合微波消解系统的特点,固定各种矿石样品称样量及消解试剂用量,分别采用一步消解、二步消解试验,试验发现在 30 min 内就可将各种矿石样品消解完全,微波消解程序如表 2。

3.4 原子吸收光谱法工作曲线的绘制及样品测定

分别移取 0.00、1.00、1.50、2.50、3.50 mL 铁标准溶液(50 μg/mL)于 50 mL 比色管中用超纯水稀释定容,摇匀待测。按照仪器工作条件绘制铁的

准确称取粒度为 0.15 mm 的样品 0.20 g(精确至 0.0001 g)于聚四氟乙烯反应罐中,滴加少量纯水润湿样品,然后加入浓盐酸 9.0 mL,浓硝酸 3.0 mL,氢氟酸 2.0 mL,加纯水约 10 mL,使溶液体积小于 30 mL,旋紧反应罐,置于微波消解系统消解后,溶液经赶酸处理后稀释定容,乙炔为燃烧气体,空气为助燃气,按照原子吸收光谱条件进行仪器分析,仪器分析条件如表 1 所示。

工作曲线,回归方程为 $Y=0.0746X+0.0004$, $R^2=0.9999$,工作曲线如图 1。

表2 微波消解各种铁矿石消解程序

Table 2 Conditions of microwave digestion

消解步骤	微波功率 / W	微波效率 / %	升温时间 / min	温度 / °C	保持时间 / min
1	800	50	10	100	5
2	800	100	5	150	10

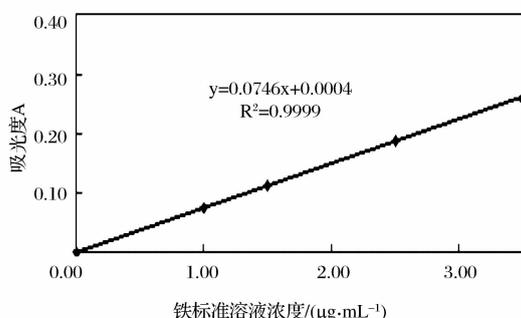


图1 原子吸收法测铁工作曲线

Figure 1. A working curve for iron determination by atomic absorption.

将微波消解方法分解的各种矿石样品溶液各移取 0.50 mL 于 50 mL 的比色管,用超纯水分别稀释定容,摇匀,按照工作曲线的光谱条件分别测定各种矿石样品中的全铁含量,试验结果见表 3。

3.5 化学分析与仪器分析测定全铁的方法比较

由于国家标准方法分析矿石中全铁非常经典,对其从样品制备到全铁含量测定不再详述。但是通过微波消解法对矿石样品处理,原子吸收光谱法测定试样中全铁的含量试验可知,两种方法所得矿石中全铁结果基本一致,但是两种方法过程中所用试剂种类与用量、分析速度等却存在很多差别,比较情

况见表3。

表3 两种分析方法的比较

Table 3 Comparison of two analysis methods

样品	主要试验试剂种类		试样消解速度		测定结果/%	
	化学法	仪器法	传统方式	微波法	国家标准	仪器分析法
精矿粉	HCl				56.49	56.58
原矿	HNO ₃	HCl			42.37	42.38
球团矿	H ₂ SO ₄	HNO ₃			53.13	53.36
钒钛精矿	K ₂ Cr ₂ O ₇	HF	60 min	30 min	52.78	52.88
锰矿	SnCl ₂	铁标液			3.43	3.57
原矿	氯化汞指示剂	等5种试剂			53.34	53.38
氧化铁	等10余种试剂				72.92	73.17

通过试验及表3可知,微波消解法处理矿石样品,原子吸收光谱法测定全铁含量的仪器分析方法,从试样溶解速度、试验试剂种类、各种试验试剂用量、分析人员的分析环境、分析速度等多方面均优于传统分解方式及化学分析方法,并且仪器化分析方法试样溶液用量非常少,可以利用一个试样溶液对

矿石进行全分析。同时通过试验分析发现两种分析方法所测各种矿石中全铁含量基本一致。

为了验证分析方法的精确度,分别选取了原矿、精矿粉和锰矿三种样品按照实验方法的步骤进行精密密度实验,方法分析结果精密密度良好,结果见表4。

表4 方法精密密度实验

Table 4 Experiments for determination of the precision of the method

试样	国家标准法测定值		AAS法测定值		平均值	相对标准偏差/%
原矿	42.37	42.13	42.37	42.65	42.38	0.61
精矿粉	52.78	52.98	52.39	53.28	52.88	0.86
锰矿	3.43	3.53	3.62	3.57	3.57	1.31

4 结语

通过不同试验方法的比较,微波消解溶样无人值守、试剂用量少、速度快、损失小、多样品同时消解(可同时消解40个),结合仪器分析技术对矿石中全铁分析,分析结果可以满足企事业单位要求,矿石中的全铁及其它离子的分析基本上可以实现仪器化手段,解决一些企业分析人员短缺给分析带来的问题,从长期效益评价有利于企业节约分析成本、提高工作效率,同时还可减少分析产生的废液等三废造成的环境污染问题。

参考文献

[1] 赵雷,邱会东. 铁矿石中全铁分析方法研究现状[J]. 重庆科技学院学报:自然科学版,2010,12(3):83-85.

[2] 黄宝贵,张志勇,杨林,等. 中国化学物相分析研究的新成就(下)[J]. 中国无机分析化学,2011,1(3):8-15.

[3] 罗学辉,张勇,艾晓军,等. 熔融玻璃片-波长色散X射线荧光光谱法测定铁矿石中全铁及其它多种元素的分析进展[J]. 中国无机分析化学,2011,1(3):23-26.

[4] 梁庆勋,朱霞萍,尹继先. 重铬酸钾滴定法测定钛铁时钒钛磁铁矿试样的微波消解研究[J]. 冶金分析,2010,30(7):44-47.

[5] 刘毅生,林秀华. 铬铁矿的ICP-AES法分析[J]. 理化检验:化学分册,1992,28(2):80-80,82.

[6] 黄雪生. 重铬酸钾滴定法连续测定钛铁矿中二氧化钛及总铁[J]. 理化检验:化学分册,2001,37(3):136-136,138.

[7] 叶彬,孙涛,万爱福,等. X射线荧光光谱法测定高锰铁矿石中铁[J]. 理化检验:化学分册,2008,44(10):1011-1011,1016.