

重铬酸钾滴定法测定低品位多金属矿石中全铁含量

李杰阳

(云南锡业股份有限公司 卡房分公司, 云南 个旧 661000)

摘 要 建立了三氯化钛还原重铬酸钾滴定法测定低品位多金属矿石中全铁含量的方法,对操作中各项条件进行优化,并对试样的酸溶分解、还原、氧化、滴定、测定范围、共存元素影响及消除、方法的精密度和准确度等做了详细的研究。实验表明,方法的相对标准偏差 $RSD(n=11)$ 均小于 1.0%,样品加标回收率为 94.6%~100%,可用于低品位多金属矿石中全铁含量在 0.50% 及以上的测定。方法具有快速、准确、容易掌握,分析成本低等优点,同时避免使用剧毒汞盐,能够满足单位的日常铁检测要求。

关键词 三氯化钛还原;重铬酸钾滴定法;低品位多金属矿石;全铁含量

中图分类号:O65

文献标志码:A

文章编号:2095-1035(2020)04-0045-06

Determination of Total Iron Content in Low Grade Polymetallic Ores by Potassium Dichromate Titration

LI Jieyang

(Kafang Branch of Yunnan Tin Co. Ltd., Gejiu, Yunnan 661000, China)

Abstract The determination of total iron content in low-grade polymetallic ore by titanium trichloride reduction potassium dichromate is established. The various conditions in the operation are tested, and the most suitable acid dissolution, reduction, oxidation, titration and determination are selected. The scope, the influence and elimination of coexisting elements, the precision and accuracy of the method, etc. have been studied in detail. The relative standard deviation (RSD) of the method ($n=11$) is less than 1.0%, and the sample recovery rate is 94.6%—100%, which can be used for the determination of total iron content of 0.50% and above in low-grade polymetallic ore. The method has the advantages of fast, accurate, easy to grasp, low analysis cost, and avoids the use of highly toxic mercury salts, which can meet the daily iron detection requirements of the unit.

Keywords reduction of titanium trichloride; potassium dichromate titration; low grade polymetallic ore; total iron content.

前言

云南个旧某矿区多金属矿石中有价金属元素锡、铜等品位逐年在降低,矿石性质越来越复杂,对选矿工艺的影响越来越大。多金属矿石中铁由一种或几种含铁矿物和脉石组成,很容易与其它元素化

合而成各种铁矿物(化合物),其中还夹带一些杂质,脉石亦是如此,都是具有一定的化学组成和结晶构造的化合物。在筛选分析方法上,充分考虑这些因素所带来的干扰,从单一因素到多种共存因素的干扰规律上寻找出它们所共有的消除方法,结合多金属矿物的属性,选用三氯化钛还原重铬酸钾滴定法测定铁

收稿日期:2019-08-21 修回日期:2020-02-06

作者简介:李杰阳,男,工程师,主要从事矿石化验分析研究。E-mail:lijieyang18@qq.com

本文引用格式:李杰阳. 重铬酸钾滴定法测定低品位多金属矿石中全铁含量[J]. 中国无机分析化学, 2020, 10(4): 45-50.
LI Jieyang. Determination of Total Iron Content in Low Grade Polymetallic Ores by Potassium Dichromate Titration[J]. Chinese Journal of Inorganic Analytical Chemistry, 2020, 10(4): 45-50.

含量,具有快速、准确、容易掌握,分析成本低等优点,同时避免使用剧毒汞盐的一种检测方法^[1-7]。

实验基于试样经酸分解,用氨水碱性溶液与干扰元素进行分离,在盐酸或硫酸介质中,完成铁的测定。此外,在研究过程中不断地对实验条件进行优化,探讨并选用最适宜的酸溶分解、还原、氧化、滴定等步骤,最后验证分析方法的可行性和科学性,分析结果的精密度和准确度皆能满足某单位选矿工艺上的检测要求。

1 实验部分

1.1 主要试剂与样品

实验所用试剂为分析纯,实验用水为二次蒸馏水。

硫-磷混合酸(15+15+70,V/V);稀重铬酸钾溶液(0.5 g/L);二苯胺磺酸钠指示剂(5 g/L);

沉淀溶液:取 2~3 g 氯化铵和 20 mL 氨水(市售,28%),加水稀释至 120 mL,摇匀。

洗涤溶液:取 2 g 氯化铵和 2 mL 氨水(市售,28%),加水稀释至 100 mL,摇匀。

二氯化锡($\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$)溶液(100 g/L):储存在盐酸(1+9,V/V)介质中,加少许锡粒,确保 Sn^{2+} ,现用现配。

钨酸钠($\text{Na}_2\text{WO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$)溶液(250 g/L):储存在磷酸(1+19,V/V)介质中。

三氯化钛盐酸溶液:将市售三氯化钛稀盐酸溶液(市售,15%)用盐酸(1+9,V/V)稀释 20 倍,摇匀。加 1 粒无砷锌粒,确保 Ti^{3+} ,现用现配,置于冷水中备用。

高纯铁粉(市售, $\omega_{\text{Fe}} \geq 99.95\%$)或三氯化铁(市售, $\omega_{\text{FeCl}_3} \geq 98.00\%$)

铁标准储备溶液(1 mg/mL):盐酸(1+9,V/V)介质,购于标准物质研究中心。

重铬酸钾标准滴定溶液:1.00 mL 溶液 A ($c_{(1/6\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7)} \approx 0.0035 \text{ mol/L}$)相当于 0.2 mg 铁,1.00 mL 溶液 B 浓度($c_{(1/6\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7)} \approx 0.035 \text{ mol/L}$)相当于 2.0 mg 铁。必要时以铁标准溶液标定。

低品位多金属原矿 1[#]、低品位多金属原矿 2[#]、低品位多金属原矿 3[#]、铜铅锌原矿、硫铁精矿。

1.2 实验方法

1.2.1 试样前处理

方法 1:试样(样品粒度应不大于 0.075 mm,样品应在 100~105 °C 烘 1 h 后置于干燥器中,冷至室温)中全铁含量在 30% 以下时,称取 0.2 g(精确至 0.000 1 g)、在 30% 及以上称取 0.1 g(精确至 0.000 1 g)于 300 mL 锥形瓶中,记为 m ,用少许水润湿试样(硅、钛含量较高时,加入 0.5 g 氟化钠;砷、锑、硫含

量较高时,加入 5 mL 氢溴酸),加入 20 mL 盐酸,低温加热溶解至 15 mL,取下稍冷,加 5 mL 硝酸,摇匀,继续加热溶解至 3~5 mL,冷却,加 4 mL 硫酸(1+1,V/V),摇匀,继续加热蒸发至冒浓三氧化硫白烟,取下稍冷,用少许水吹洗杯壁,摇匀,加热蒸发至冒浓三氧化硫白烟,再持续加热 1 min 以上,取下稍冷,加入 5~10 mL 盐酸(1+1,V/V),摇匀,加热使可溶性物质完全溶解后,取下。

方法 2:同方法 1 称取相应的试样于 300 mL 锥形瓶中,用少许水润湿试样,加入 15 mL 硫-磷混合酸(1+1,V/V),摇匀,放在高温电炉上加热至冒白烟,并不断地摇动锥形瓶以加速分解,瓶底无黑颗粒,分解完全,取下,冷却至室温,加入 5~10 mL 盐酸(1+1,V/V),摇匀,加热使可溶性物质完全溶解后,取下(只适用于三氯化铁含量不大于分析结果允许误差内;大于时,则先用 50 mL 热水溶解 30 min 以上,过滤,滤液用作后续加水的一部分,滤渣按此方法溶解)。

1.2.2 氨水分离,制备待测试液

待试样分解完全,冷却,加入沉淀溶液 120 mL 或至体积约为 150 mL,加热煮沸至冒均匀的小气泡,取下,以快速定量滤纸过滤,用洗涤溶液洗涤沉淀 8~10 次,将沉淀滤纸一起移入原锥形瓶中,加入 50 mL 盐酸(1+1,V/V),摇匀,低温加热溶解并不断地摇动锥形瓶以加速分解至滤纸浆,使沉淀物溶解完全,取下。

1.2.3 还原与氧化

趁热用二氯化锡溶液边摇边滴至试液呈浅黄色(若黄色消失,说明二氯化锡过量加入,则滴加 3% (V/V)的过氧化氢至溶液呈浅黄色,避免锡(II)的影响;只能用于过量不大,否则重做),加水至体积约为 150 mL,用流水快速冷至温水状态(不烫手,近 40 °C),滴加 15 滴钨酸钠溶液,用三氯化钛盐酸溶液边摇边滴至出现稳定蓝色,过量 1~2 滴,用稀重铬酸钾溶液边摇边滴至蓝色刚好消失(不计数)。

1.2.4 滴定

加入 20 mL 硫-磷混合酸溶液、4 滴二苯胺磺酸钠指示剂,立即用重铬酸钾标准滴定溶液浓度为 c ,滴定至稳定的紫色为终点(液温控制在 20~40 °C),记为 V 。用同样方法平行做空白实验,记为 V_0 。

1.2.5 计算

用式(1)计算矿石中全铁(TFe)百分含量

$$\omega_{\text{TFe}} = \frac{c \times (V - V_0) \times \frac{55.85}{1000}}{m} \times 100 \quad (1)$$

式中: ω_{TFe} —矿石中全铁质量百分数,%;

C —重铬酸钾标准滴定溶液浓度 $[C_{(1/6K_2Cr_2O_7)}]$,mol/L;
 V —滴定试样消耗重铬酸钾标准滴定溶液的体积,mL;
 V_0 —滴定空白消耗重铬酸钾标准滴定溶液的体积,mL;
 m —称取试样的质量,g;
55.85—铁的摩尔质量,g/mol。

2 结果与讨论

2.1 酸溶解方法的选择

根据当地多金属矿石的性质及组分,大体可分

为成分单一和比较特殊的两类矿石。若成分单一、易溶解的矿石可直接用盐酸溶解,但应置于低温,不能煮沸,以避免三氯化铁部分挥发;而对于成分比较特殊、且含有多种杂质元素的矿石,用三酸分解;如果分解好的样液中还是留有残渣,说明矿石中含有某种不溶于盐酸的成分,只能用分解力更强的硫-磷混酸来溶解试样,此时应置于高温。

选取当地矿物中代表性的试样,泛指多金属原矿样品(砷含量 $\leq 0.50\%$ 和硫含量 $\leq 10.0\%$),按实验方法操作,用不同酸溶法溶解试样,测得结果见表 1。

表 1 酸溶解试样情况的选用
Table 1 Selection of acid dissolution sample

溶样酸	实验操作及现象
盐酸	10、20、30、40 mL 溶解至 5~10 mL,溶液都轻微浑浊
盐酸-硝酸-硫酸	先盐酸,再盐酸+硝酸,之后用硫酸驱除硝酸成分,取下稍冷,加入 5~10 mL 盐酸(1+1,V/V),摇匀,加热片刻;过程中只要盐酸与硝酸体积比不小于 1:3 且用量在 15 mL 及以上,溶液清亮
硫-磷混酸	5 mL 溶样,溶液浑浊;10 mL 溶样,溶液轻微浑浊;15、20 mL 溶样,溶液都清亮
	取 50.0 mg 铁量,用 15 mL 硫-磷混酸(2+3、1+1、3+2,V/V)三种比例来溶样,回收率都在 99.0%~101%;但考虑到磷酸溶解试样时,掌握不好瓶底将析出焦磷酸盐或偏磷酸盐的情况,使结果不稳定,故选用硫-磷混酸(1+1)。

结果表明:矿物结构不完全属于易溶、单一的氧化矿体,优选“盐酸-硝酸-硫酸”溶解试样;若用硫-磷混酸溶样,要预先考虑三氯化铁成分,否则,使分析结果偏低。

2.2 二氯化锡还原条件的选择

按实验方法操作,在不同酸度、不同体积的盐酸溶液中,“趁热、不趁热、室温”用二氯化锡还原方式,实验结果见表 2~4。

表 2 酸度对二氯化锡还原结果的影响
Table 2 Selection of reduction of hydrochloric acid solution with different acidity by tin dioxide

铁量/mg	盐酸溶液浓度/ (mol·L ⁻¹)	盐酸溶液体积/ mL	测得铁量/ mg	回收率/ %
50.0	0.0	10	4.81	9.62
	1.2		48.3	96.6
	2.4		49.3	98.6
	3.6		49.6	99.2
	4.8		49.7	99.4
	6.0		50.0	100
	7.2		50.1	100
	8.4		50.1	100
	9.6		50.2	100
	10.8		50.1	100
	12.0		50.2	100

表 3 盐酸溶液的体积对二氯化锡还原的影响
Table 3 Choice of reducing different volumes of hydrochloric acid solution with tin dioxide

铁量/ mg	盐酸溶液浓度/ (mol·L ⁻¹)	盐酸溶液的体积/ mL	测得铁量/ mg	回收率/ %
50.0	6.0	5	49.9	99.8
		10	50.0	100
		15	50.0	100
		20	50.1	100
		25	50.1	100
		30	50.2	100
		40	50.3	101
		50	50.1	100
		60	49.9	99.8

表 4 二氯化锡还原方式的选择
Table 4 Selection of reduction methods for tin dioxide

铁量/mg	还原方式	测得铁量/ mg	回收率/ %	实验现象
50.0	趁热	50.0	100	1 滴,立刻褪色
	不趁热	50.0	100	1 滴,稍缓褪色
	室温	49.9	99.8	1 滴,迟缓数秒后褪色

二氯化锡将试液中大部分的 Fe³⁺ 还原为 Fe²⁺ 时,应保持小体积和较高的酸度(6 mol/L 及以上)和温度,否则还原慢,且氯化亚锡容易发生水解。当酸度为 0.0~1.2 mol/L 时,溶液呈浑浊且滴定

终点颜色不稳定(放置数秒后褪色,有零价铁存在);酸度在 3.6 mol/L 及以上溶解速率相差不大,但在 9.6 mol/L 及以上容易出现沸腾状态;待铁粉完全溶解,溶液颜色(黄色)随酸度的增大而加深,大于或等于 6.0 mol/L 时加深明显。故实验选用在 10~50 mL 盐酸(1+1,V/V)时趁热还原。

2.3 滴定试液体积的选择

按实验方法操作,加水至不同体积,测定结果见表 5。

表 5 滴定试液体积的选择

Table 5 Selection of volume of titration test solution

铁量/mg	加水至体积数/ mL	测得铁量/ mg	回收率/ %	实验现象
50.0	50	50.3	101	清亮
	100	50.2	100	
	120	49.9	99.8	
	150	50.0	100	
	200	49.9	99.8	

故实验选择加水至溶液体积约为 150 mL。

2.4 钨酸钠溶液用量的选择

按实验方法操作,滴加不同量的钨酸钠溶液,实验结果见表 6。

表 6 钨酸钠溶液用量的选择

Table 6 Selection of dosage of sodium tungstate solution

铁量/mg	加入钨酸钠溶液用量/滴	测得铁量/mg	回收率/%
50.0	9	50.2	100
	12	50.0	100
	15	50.0	100
	18	50.1	100
	21	49.9	99.8

故实验选择滴加钨酸钠溶液 15 滴,约为 1 mL。

2.5 过量三氯化钛盐酸溶液滴数的选择

按实验方法操作,在溶液中加入不同量的过量三氯化钛盐酸溶液,测定结果见表 7。

表 7 过量三氯化钛盐酸溶液的滴数选择

Table 7 Selection of drops of excess titanium

trichloride hydrochloric acid Solution

铁量/mg	过量三氯化钛盐酸溶液量/滴	测得铁量/mg	回收率/%
50.0	1	50.0	100
	2	49.9	99.8
	3	49.9	99.8
	5	49.8	99.6
	10	49.5	99.0

钛离子过多时, Ti^{6+} 容易发生水解而生成白色沉淀,有干扰,故实验选择过量 1~2 滴三氯化钛盐酸溶液。

2.6 硫-磷混合酸用量的选择

按实验方法操作,加入不同体积的硫-磷混合

酸,测定结果见表 8。

表 8 硫-磷混合酸用量的选择

Table 8 Selection of dosage of sulfurphosphorus mixed acid

铁量/mg	加入硫-磷混合酸体积数/mL	测得铁量/mg	回收率/%
50.0	10	50.0	100
	15	50.0	100
	20	50.0	100
	25	49.88	99.8
	30	50.1	100

硫-磷混合酸中硫酸是维持滴定时溶液的浓酸度在 1~3 mol/L 范围内;磷酸是消除 Fe^{3+} 所带来的影响,但使 Fe^{2+} 更易被空气氧化,所以加入磷酸后应立即滴定。故实验选择加 20 mL 硫-磷混合酸。

2.7 铜的干扰实验

按实验方法操作,加入不同量铜,测定结果见表 9。

表 9 铜的干扰实验

Table 9 Interference test of copper

铁量/ mg	加入铜量/ mg	测得铁量/ mg	回收率/ %	实验现象
50.0	0.5	50.03	100	有稳定的紫色滴定终点
	1.0	49.75	99.5	
	1.5	49.29	98.6	
	2.0	48.35	96.7	紫色呈现后边褪色边滴
	2.5	48.06	96.1	
	3.0	47.67	95.3	
	3.5	-	-	滴定过程中溶液颜色呈
	4.0	-	-	
	6.0	-	-	
	8.0	-	-	铬酸钾标准滴定溶液的
	10.0	-	-	
	12.0	-	-	

试液中有锡(II)存在,会加剧铜的干扰;铜量小于或等于 1.0 mg 且铁量与铜量的比例大于等于 50:1 时,对测定结果无影响;有影响时,需要用氨水来分离铜量。

2.8 用氨水分离铜的实验

按实验方法操作,加入不同量铜,溶解好后,溶液冷却至室温,加入 2~3 g 氯化铵、100 mL 水,摇匀溶解,在边摇动下用氨水滴加中和至氢氧化铁完全沉淀,再过量 5 mL(总用量大约 20 mL),过滤,将沉淀物(滤渣)移入原锥形瓶中,加入 50 mL 盐酸(1+1,V/V),摇匀,低温加热至沉淀物溶解完全,取下。测得结果见表 10。

用氨水分离铜后,对测定结果无影响。两种沉淀物的处理方式,回收率相差不大;但不含滤纸浆处理方式比较烦琐且热的盐酸(1+1,V/V),操作安全

需谨慎,有稳定的紫色滴定终点;含有滤纸浆处理方式简单,时间短,观察滴定终点颜色变化不是很敏锐,但还是能够辨识得出来的,有稳定的紫色与白色乳液(滤纸成分)相间的滴定终点。

表 10 用氨水分离铜的实验

Table 10 Test of separating copper with ammonia water					
铁量/ mg	加入铜量/ mg	滴定液中不含滤纸浆		滴定液中含有滤纸浆	
		测得铁量/ mg	回收率/ %	测得铁量/ mg	回收率/ %
50.0	0.5	50.02	100	49.99	100
	1.0	49.99	100	50.03	100
	1.5	50.01	100	50.07	100
	2.0	50.05	100	50.10	100
	2.5	50.02	100	49.95	99.9
	3.0	49.75	99.5	50.17	100
	3.5	49.51	99.0	50.27	101
	4.0	49.47	98.9	50.50	101
	6.0	49.31	98.6	50.17	100
	8.0	49.29	98.6	50.05	100
	10.0	49.18	98.4	49.85	99.7
	12.0	48.98	98.0	49.55	99.1

2.9 共存元素干扰及消除

2.9.1 砷、锑、钒和硫的干扰

在硫-磷混合酸介质中,As⁵⁺ 较难被 Ti³⁺ 还原为低价状态,≤30 mg 对测铁无明显干扰。As³⁺ 可被重铬酸钾所氧化,当 As³⁺ >1 mg 时,结果偏高。Sb⁵⁺ 或 Sb³⁺ >0.5 mg 时,干扰测铁,结果偏高;V⁵⁺ >0.3 mg 严重干扰测铁。硫对测铁无明显干扰,分解时可能会包裹试样,妨碍试样的溶解;硫和砷、锑、钒的氯化物和溴化物的沸点比较低,所以加入氢溴酸、盐酸能使硫大部分呈硫化氢,砷、锑和钒呈氯化物和溴化物挥发消除干扰,但溴化物具有颜色(浅黄色),在含量不高时,不影响试样溶解时,不赞成使用氢溴酸,如必须用,则要用硫酸冒烟或盐酸低温反复蒸干驱除干扰。

2.9.2 钛的干扰

Ti⁴⁺ 的干扰,可在用二氯化锡还原之前加入适量的氟化物消除干扰。

2.9.3 硅的干扰

硅对测铁无明显干扰,可能会包裹试样,妨碍试样的溶解与还原,可用氢氟酸、硫酸处理来消除干扰。

2.9.4 钴、镍、钨、钼的干扰

钴、镍、钨、钼含量高时,钴、镍离子本身具有颜色,有干扰,钨被还原为钨蓝,钼也能被二氯化锡还原并严重干扰测定,用氨水或氢氧化钠碱性溶液进行分离,消除干扰。

2.9.5 有机物的干扰

若试样中含有有机物或含碳时,不易溶解于盐酸、

硫酸等酸性物质时,需要用适量的硝酸或硝-硫混酸(1+1,V/V)助溶来消除干扰。

2.10 硝酸的干扰实验

按实验方法操作,溶液中含硝酸量不同时,测定结果见表 11。

表 11 硝酸的干扰实验

Table 11 Interference test of nitric acid			
加入铁量/mg	加入不等体积的 硝酸量/滴	测得铁量/mg	回收率/%
50.0	1	48.95	97.9
	5	48.42	96.8
	7	-	-
	15	-	-
	23	-	-
	30	-	-

含 1 滴硝酸,溶液清亮,有稳定的浅紫色滴定终点;5 滴硝酸,溶液浑浊,呈现稳定的浅紫色白色乳液滴定终点;7~30 滴硝酸,溶液浑浊,滴定终点无法辨别。溶液中硝酸含量越高,溶液颜色越深,对铁的测定结果影响越大,原因是硝酸的存在严重影响还原和滴定终点的观察,可用硫酸冒烟或盐酸低温反复蒸干驱除干扰。

2.11 综合干扰及回收实验

按实验方法操作,取 0.200 0 g 多金属原矿试样(含铜量 0.75 mg),测得结果见表 12。

不分离,有干扰,无法辨识滴定终点;分离后,共存元素对铁的测定无明显影响,有稳定的滴定终点。结合铜的干扰,确认分析试液中铜含量不能大于 0.5 mg,若大于 0.5 mg 时,需预先用氨水分离(其它干扰元素也能被分离,效果会更好)。

表 12 综合干扰及回收实验

Table 12 Comprehensive interference and recovery test				
铁加入量/ mg	共存元素百分含量	测得铁量/ mg	回收铁量/ mg	回收率/ %
0.0		21.4		
2.5	钨、铋、锡、砷、钒、银	23.8	2.4	96.0
5.0	(≤0.50%); 铜、钛、	26.3	4.9	98.0
7.5	氟(≤0.70%); 硫(≤	27.8	7.4	98.7
10.0	10.0%); 锰、铅、锌、	31.3	9.9	99.0
30.0	硅(≤2.0%); 钴、镍、	51.3	29.9	99.7
50.0	锑、钼(≤0.20%)等。	70.8	49.4	98.8
80.0		100.2	78.8	98.5

3 样品分析

3.1 精密度实验

选取当地 5 个不同铁含量多金属矿石,按分析方法操作,每个试样独立分析 11 次,结果见表 13。

从表 13 中可看出本方法测定低品位多金属矿石中全铁含量的相对标准偏差 $RSD(n=11)$ 均小于 1.0%, 能满足日常铁的检测要求。

3.2 加标回收实验

在 5 个不同铁含量多金属矿石试样中加入相适宜的不同的铁量, 按分析方法操作, 结果见表 14。

表 13 精密度实验

Table 13 The precision test($n=11$)

/%

样品编号	测定值铁的百分含量											平均值	标准偏差	相对标准偏差
低品位多金属原矿 1 [#]	11.12	11.24	11.09	11.19	11.18	11.16	11.35	11.18	11.23	11.38	11.25	11.22	0.089	0.79
低品位多金属原矿 2 [#]	14.62	14.47	14.59	14.51	14.54	14.60	14.56	14.56	14.48	14.69	14.52	14.56	0.065	0.45
低品位多金属原矿 3 [#]	16.32	16.12	16.32	16.33	16.12	16.09	16.13	16.23	16.04	16.24	16.14	16.19	0.103	0.64
铜铅锌原矿	35.20	35.16	35.26	35.13	35.11	35.25	35.29	35.35	35.41	35.39	35.25	35.25	0.101	0.29
硫铁精矿	56.38	56.32	56.41	56.23	56.59	56.54	56.33	56.73	56.47	56.55	56.29	56.44	0.151	0.27

表 14 加标回收实验

Table 14 Standard addition recovery experiment

样品编号	试样中铁量/mg	铁加入量/mg	测得铁量/mg	回收铁量/mg	回收率/%
低品位多金属原矿 1 [#]	22.21	20.0	41.78	19.57	97.9
	22.43	40.0	60.75	38.32	95.8
低品位多金属原矿 2 [#]	29.05	30.0	59.06	30.01	100
	29.13	50.0	77.72	48.59	97.2
低品位多金属原矿 3 [#]	32.27	30.0	61.98	29.71	99.0
	32.55	50.0	82.11	49.56	99.1
铜铅锌原矿	35.17	30.0	63.55	28.38	94.6
	35.33	50.0	83.02	47.69	95.4
硫铁精矿	56.23	30.0	85.07	28.84	96.1
	56.69	40.0	96.39	39.70	99.2

从表 14 中可看出, 样品加标回收率为 94.6%~100%, 能满足日常铁的检测要求。

4 结论

研究了低品位多金属矿石酸溶解试样处理方法, 并对各项操作条件进行选用实验, 考察了各干扰因数及消除方法; 通过实验数据, 筛选出用三氯化钛还原重铬酸钾滴定法测定低品位多金属矿石中全铁含量的方法是可行的, 分析结果的精密度和准确度皆能满足某单位选矿工艺上的检测要求, 具有快速、准确、容易掌握, 分析成本低等优点, 同时避免使用剧毒汞盐, 值得推广。

参考文献

- [1] 孙淑媛, 孙龄高, 殷齐西, 等. 矿石及有色金属分析手册[M]. 北京: 冶金工业出版社, 1990: 92-94.
SUN Shuyuan, SUN Linggao, YIN Qixi, et al. Handbook of analysis of ores and nonferrous metals[M]. Beijing: Metallurgical Industry Press, 1990: 92-94.
- [2] 兰绿灯. ICP-OES 测定低品位铬铁矿中 Cr 含量[J]. 中国无机分析化学, 2019, 9(6): 45-48.
LAN Lvdeng. Determination of chromium in low-grade chromite by inductively coupled plasma optical emission spectrometry[J]. Chinese Journal of Inorganic Analytical Chemistry, 2019, 9(6): 45-48.

- [3] 张锦柱. 分析化学实验教程[M]. 重庆: 重庆大学出版社, 1998: 41-42.
ZHANG Jinzhu. Course of analytical chemistry experiment[M]. Chongqing: Chongqing University Press, 1998: 41-42.
- [4] 蒲雪萍. 复合熔剂熔融-ICP-AES 法测定萤石中钾钠硅铁磷[J]. 中国无机分析化学, 2019, 9(3): 28-32.
PU Xueping. Determination of K, Na, Si, Fe and P in fluorite by ICP-AES with compound flux fusion sample preparation[J]. Chinese Journal of Inorganic Analytical Chemistry, 2019, 9(3): 28-32.
- [5] 涂盛华. 一种重铬酸钾容量法测定铁矿石中全铁的新方法: CN201410207468. 8[P]. 2014-10-22.
TU Shenghua. A new method for determination of total iron in iron ore by potassium dichromate volumetric method: CN201410207468. 8[P]. 2014-10-22.
- [6] 张洪波, 田鹏, 秦雨, 等. 滴定分析法测定铁矿石中铁含量[J]. 沈阳师范大学学报(自然科学版), 2011, 29(4): 546-548.
ZHANG Hongbo, TIAN Peng, QIN Yu, et al. Titration analysis method was used to determine iron content in iron ore[J]. Journal of Shenyang Normal University (Natural Science Edition), 2011, 29(4): 546-548.
- [7] 安中庆, 范兴祥. 1, 10-二氮杂菲分光光度法测定金属硅中铁[J]. 中国无机分析化学, 2019, 9(6): 49-53.
AN Zhongqing, FANG Xingxiang. Determination of iron in metallic silicon with spectrophotometric method of 1, 10-Diazaphenanthrene[J]. Chinese Journal of Inorganic Analytical Chemistry, 2019, 9(6): 49-53.