

ICP-AES 法测定锰矿和烧结锰中 锰铁钙镁铝钛磷

王桂群, 许祥红, 刘洪清

(安徽马钢股份有限公司 技术中心, 马鞍山 243000)

中图分类号: O657.37

文献标识码: B

文章编号: 1001-4020(2005)11-0849-02

锰矿、烧结锰中的 TMn、TFe、CaO、MgO、Al₂O₃、TiO₂、P 用湿法测定通常采用不同的试样分解方法,用分光光度法或容量法分别测定,方法繁琐费时。本实验用 ICP-AES 法测定锰矿、烧结锰中主体成分,方便快捷,无明显的化学干扰,准确性好。通过研究对比,选择无明显干扰的两条谱线,所选择的波长符合在同一溶液中能同时测定其它组分含量的要求。同时采用与试样组分相近的标准样品绘制工作曲线,用标准样品进行对照,结果吻合。

1 试验部分

1.1 主要仪器与试剂

IRIS Intrepid II 型垂直全谱直读等离子光谱仪,固体检测仪(CID),波长范围 165~1 050 nm 中阶梯光栅,分辨率 0.005 nm(200 nm 处),玻璃同心雾化器,高效旋流雾室,486 计算机,TEVA 1.4.2 软件。

试剂为优级纯

1.2 仪器工作条件

功率 1 150 W,雾化器压力 28.0 kPa,蠕动泵转速 1.74 r·min⁻¹,辅助气压力 1.0 kPa,短波积分时间 17 s,长波积分时间 10 s,高纯氩气。

1.3 试验方法

称试样 0.100 0 g 于 300 mL 聚乙烯烧杯中,加入盐酸(1+1) 5 mL,高氯酸 2 mL,氢氟酸 5 mL,摇匀,低温溶解至白烟冒尽,取下稍冷,加入浓盐酸 10 mL 吹水,低温溶解盐类,将试液转移至 500 mL 容量瓶中,用蒸馏水稀至刻度,摇匀,待测^[1]。

2 结果与讨论

2.1 分析元素光谱线选择

仪器 CID 固体检测器共有 512×512 个检测单元,在 165~1 065 nm 波长范围内包括了可检测元素的所有谱线,为避开干扰谱线,对所选择的若干条谱线进行了试验,确定了最佳光谱线,每个元素选择两条谱线,这样可提高分析的准确性,见表 1。

表 1 分析元素的光谱线

Tab. 1 Analytical spectral lines selected for the elements determined

谱线波长			谱线波长		
元素 Element	Wavelength of spectral line (λ/nm)	级次 Order	元素 Element	Wavelength of spectral line (λ/nm)	级次 Order
Ca	184.006	182	Fe	240.488	139
	315.887	106		238.204	140
Al	308.215	109	Ti	323.904	104
	396.152	85		368.520	91
Mn	346.033	97	Mg	285.213	117
	408.363	82		285.213	118
P	178.287	188			
	213.618	157			

2.2 稀释倍数、盐酸介质浓度对分析结果的影响

取锰矿标准样品溶液 10 mL 于 100 mL 容量瓶中,加浓盐酸 2 mL,稀至刻度,摇匀,测定。试验结果表明,溶液稀释 10 倍后,对低含量的 CaO、TiO₂、P 等元素的测定不利。本试验不经稀释,直接测定。

试验结果表明,盐酸的浓度在 0%~10% 时对 TFe、Al₂O₃、TMn 的影响不明显,MgO 略有偏低,而 TiO₂、P 偏高,尤其 CaO 偏高最大。因此应控制标准工作曲线与试样溶液酸度一致,本试验严格控制酸度在 2%。

2.3 工作曲线

本法使用与试样成分类似的标样配制多点工作曲线,工作曲线浓度范围则视样品中待测元素的含

表2 锰矿标准样品测定结果

w(%)

Tab. 2 Analyt. results of some standard samples of manganese ores

测定项目 Analyzing item	503		GBW 07262		YT 9101		BH 0114-3	
	测定值 Values found	标准值 Standard values	测定值 Values found	标准值 Standard values	测定值 Values found	标准值 Standard values	测定值 Values found	标准值 Standard values
TFe	5.86	6.01	2.30	2.24	6.22	6.13	9.44	9.43
CaO	0.834	0.94	3.55	3.60	3.62	3.67	0.008	—
Al ₂ O ₃	0.764	0.78	2.99	3.00	1.86	1.89	5.36	5.22
MgO	0.764	0.78	1.39	1.44	1.86	1.89	0.197	—
TiO ₂	0.314	0.306	0.107	0.10	0.221	—	0.317	0.318
TMn	27.56	27.61	36.91	36.99	33.52	33.40	29.45	29.30
P	0.094	0.097	0.082	0.081	0.109	0.105	0.368	0.362

表3 锰矿精密度试验(n=5)

Tab. 3 Test of precision

测定项目 Analyzing Item	测定值 w(%) Values found by this method		RSD (%)	
	1#	2#	1#	2#
TFe	10.60	13.20	0.67	0.54
CaO	0.599	1.04	1.13	3.29
Al ₂ O ₃	8.50	13.34	0.70	0.67
MgO	0.545	0.461	0.36	0.29
TiO ₂	0.359	0.532	0.42	0.41
TMn	29.08	25.68	0.29	0.33
P	0.046	0.089	1.93	1.29

量而定。

2.4 样品分析

按试验方法测定锰矿标准样品,测定结果见表2。

由表2看出,本法测定结果与标准值基本相符。应用本法对锰矿样品进行5次测定,结果见表3。

参考文献:

- [1] Rudolf. Bock[德]. 分析化学分解方法手册[M]. 贵州: 人民出版社, 1981. 62~64, 70.

(上接第844页)

在室温条件下,镉配合物在瞬间即显色完全; 180 min内吸光度稳定,测定误差在5%范围内; 180 min后吸光度缓慢下降。

2.6 工作曲线及灵敏度

按试验方法,配制镉标准系列溶液,测定其吸光度并绘制工作曲线。试验结果在有机萃取相中镉含量在0~8.0 μg/5 mL符合比耳定律,由工作曲线求得摩尔吸光系数(ε)为 $6.0 \times 10^4 \text{ L} \cdot \text{mol}^{-1} \cdot \text{cm}^{-1}$, Sandell 灵敏度为 $0.0019 \mu\text{g} \cdot \text{cm}^{-2}$ 。

2.7 方法的精密度

按试验方法分取含5 μg 镉的标准溶液作10次平行测定,单次测定的标准偏差为0.096 μg,相对标准偏差为1.9%。

2.8 样品测定结果

按试验方法对电镀废液样品进行硝解反应后,测定其镉含量,并在此试样中加4.0 μg 镉标准进行

回收试验。样品测定结果为(n=6) $3.26 \text{ mg} \cdot \text{L}^{-1}$,分析结果的相对偏差小2.8%,回收率为99.5%。

参考文献:

- [1] 中国医学科学院卫生研究所. 地面水水质监测检验方法[M]. 北京: 人民卫生出版社, 1979.
- [2] Sandell E B. Colorimetric Determination of Traces of Metals Sanded[M]. New York: Interscience, 1959. 102~106.
- [3] 胡忠于, 罗道成, 易平贵, 等. 改性海泡石对电镀废水中 Pb²⁺, Cu²⁺, Cd²⁺ 的吸附[J]. 材料保护, 2002, 35(5): 45~46.
- [4] 潘教麦, 陈亚森, 严恒太. 显色剂及其在光度分析中的应用[M]. 上海: 上海科学出版社, 1988.