

锌-EDTA 掩蔽分光光度法测定铁矿石中铝的含量

吴珂

北京中实国金国际实验室能力验证研究有限公司 北京 100081

摘要: 本文主要针对铁矿石中铝的检测进行研究试验, 使用 Zn-EDTA 做为掩蔽剂, 在缓冲溶液环境下显色 20 min 后, 在波长为 545nm 处测定出吸光度, 从而计算出铝的含量。本方法优点为不分离干扰元素, 不使用有机溶剂, 实验操作简单, 所使用分析时间短, 检测结果准确性符合要求, 对快速分析样品、准确测得实验数据具有重要意义。

关键词: Zn-EDTA; 掩蔽; 铬天青 S; Al_2O_3

Determination of aluminum in iron ore by Zinc-Edta masked spectrophotometry

Ke Wu

Beijing Zhongshiguo Gold International Laboratory Proficiency Testing Co., Ltd., Beijing 100081

Abstract: The main focus of this study is the detection of aluminum in iron ore through experimental research using Zn-EDTA as a masking agent. In this study, after color development for 20 minutes in a buffered solution environment, the absorbance was measured at a wavelength of 545 nm to calculate the aluminum content. The advantages of this method include no separation of interfering elements, no use of organic solvents, simple experimental procedures, short analysis time, and accurate detection results that meet the requirements. This method is of significant importance for rapid analysis of samples and accurate determination of experimental data.

Keywords: Zn-EDTA ; masking ; chrome azure s ; Al_2O_3

一、实验部分

1.1 主要仪器与试剂

紫外-可见分光光度计: TU1901

马弗炉: SRJX-8-13

天平: CP124S

混合溶剂: 碳酸钠: 硼酸 =2:1。

高纯铁粉: $\geq 99.95\%$, 做空白试验。

盐酸: 1+5

Zn-EDTA 溶液: 应控制溶液的 pH 范围, 调节 pH 值为 5.0-6.0。

过氧化氢溶液: 1+9

铬天青 S 溶液: 1g/L

氟化铵溶液: 5g/L

六次甲基四胺溶液: 250g/L

铝标液: 称取 0.1058 g 金属铝, 配制浓度为 200.0 μ g/mL 溶液。再移取配制成 4.0 μ g/mL 和 1.0 μ g/mL 的氧化铝标准溶液。

1.2 实验方法

分取一定量铝标准溶液于 50mL 容量瓶中, 加入 5mL Zn-EDTA 溶液, 2 mL 显色剂溶液, 5mL 缓冲溶液, 显色 20 分钟后于 545nm 处, 测量显色液的吸光度。

二、结果与讨论

2.1 最大吸收波长的确定

取一定量的铝标准溶液, 依据实验操作方法制备显色溶液后, 用紫外-可见分光光度计在 505nm-595nm 范围内, 每隔 10nm 测定一次显色液的吸光度, 记录数据见表 2.1。

表 2.1 不同波长下的吸光度值

波长 (nm)	505	515	525	535	545	555	565	575	585	595
吸光度	0.271	0.282	0.295	0.307	0.321	0.313	0.295	0.286	0.268	0.251

横轴为波长 (nm), 纵轴为吸光度, 绘制吸收曲线, 如图 2.1 所示。

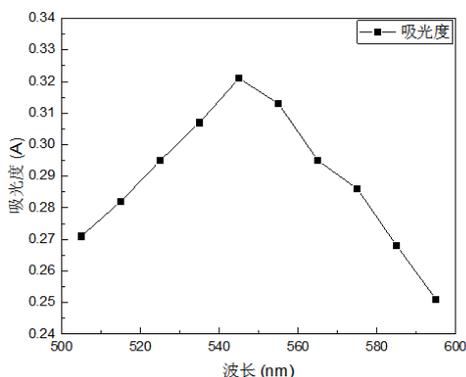


图 2.1 吸收曲线

从图 2.1 中可以得出结论, 溶液在波长 545nm 处吸光度值最大。因此, 确定 545nm 为本实验方法的测定波长。

2.2 显色时间及稳定性的确定

按照上述实验方法显色后, 以最初的 5min 为间隔, 根据所测定数值后延长测试时间到 2 小时, 测定制备好的溶液吸光度, 记录数值与测定时间的关系见表 2.2。

表 2.2 显色时间与吸光度的实验数据

显色时间 /min	0	5	10	15	20	25	30	45	90	120
吸光度	0	0.233	0.267	0.307	0.321	0.322	0.322	0.320	0.319	0.318

横轴为显色时间 (min), 纵轴为吸光度, 绘制关系曲线, 如图 2.2 所示。

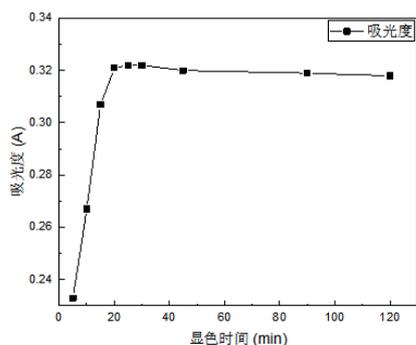


图 2.2 显色时间与吸光度的关系

从图 2.2 中可以得出结论, 有色溶液在常温下放置 20min 后的吸光度值达到最高且趋于稳定, 因此本实验选择 20min 为显色时间。

2.3 显色剂的用量

铬天青 S (CAS) 为红棕色粉末, 溶于水为棕黄色溶液, 微溶于乙醇呈红棕色。由于显色剂溶液本身是有颜色的, 所以该显色剂的用量对显色反应分析结果有一定的影响^[1]。

按照实验方法, 保持其它试验条件不变只改变显色剂溶液的加入量进行实验, 分别测定出不同加入量所对应的吸光度的值见表 2.3。

表 2.3 显色剂加入量与吸光度的实验数据

显色剂加入量 (mL)	0.5	1.0	1.5	2.0	2.5	3.0	3.5	4.0
吸光度	0.203	0.258	0.279	0.322	0.314	0.305	0.291	0.282

横轴为显色剂的加入量, 纵轴为吸光度, 显色剂加入量与显色液吸光度的曲线见图 2.3 所示。

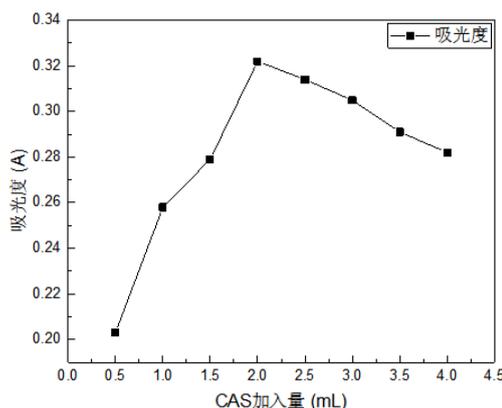


图 2.3 显色剂加入量与吸光度的曲线

从图 2.3 中可以得出结论, 显色剂加入量在 0.5-4.0mL 之间时, 有色溶液的吸光度最大值出现在显色剂用量 2.0mL 处。因此, 本实验选择 2.0mL 作为铬天青 S 的加入量。

2.4 酸度的影响

铬天青 S 溶液的颜色与性质受溶液本身酸碱度影响较大, 当溶液偏酸性时溶液呈红棕色, 当溶液偏碱性时溶液呈蓝紫色。一般实验操作时选择溶液酸碱性在 5-6 范围内, 作为比较合适的显色环境。为了控制溶液 PH 在有效范围内, 采用六次甲基四胺溶液作为缓冲溶液。六次甲基四胺是一种较弱的碱, 与盐酸构成缓冲溶液, 缓冲范围在 pH=5.0-6.0 之间^[2]。

2.5 试剂加入顺序的影响

随着不同试剂的加入, 溶液的 pH 会发生变化。针对此种情况, 分两组进行试验, 主要对比显色剂铬天青 S 和缓冲溶液六次甲基四胺的加入先后顺序对测试结果的影响。A 组先加入显色剂溶液, 再加入缓冲溶液。B 组先加入缓冲溶液, 再加入显色剂溶液。结果表明, A 组所测数据均略高于 B 组所测数据, 说明铝的离子状态对铬天青 S 与铝络合反应有一定的影响。而铝的离子状态和溶液的 pH 值密切相关, 铝离子在酸性水溶液中的状态是很复杂的, 随着 pH 值的升高逐级水解。在强酸环境中, 铝主要以 Al^{3+} 的形式存在, 有利于与铬天青 S 络合反应的进行。先加显色剂溶液, 后加缓冲溶液, 在酸性溶液环境中更适合 Al^{3+} 与铬天青 S 的反应^[3]。

2.6 标准曲线及线性范围

分取浓度为 $4 \mu\text{g/mL}$ 的铝标液共六个点, 分别为 0、1、

3、5、7、9 (单位为 mL) 于 50mL 容量瓶中, 用试剂空白溶液作为参比液, 测量出吸光度后, 横轴为铝含量, 纵轴为吸光度, 作出标准曲线。见图 2.4。

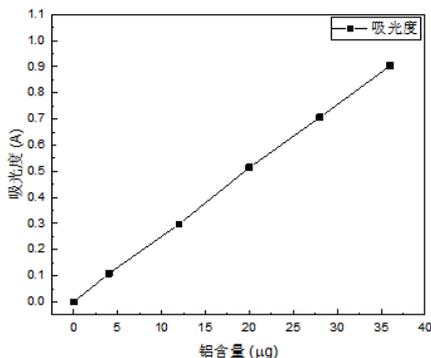


图 2.4 标准曲线测定结果

结果表明, 在确定的实验条件下, 铝浓度在 $0\mu\text{g}/50\text{mL}$ – $36\mu\text{g}/50\text{mL}$ 范围内的吸光度值与溶液含量存在线性关系, 系数 $R=0.9995$ 。

2.7 加标回收试验

取 3 份含铝溶液 M1、M2、M3, ($M3>M2>M1$), 分别按试验方法显色后测定, 计算出 M1、M2、M3 的浓度值。再取和 M1、M2、M3 相同的一组待测溶液 M4、M5、M6, 分别向待测溶液中加入铝标液 ($1\mu\text{g}/\text{mL}$) 1mL、2mL、4mL, 用分光光度计测定 M4、M5、M6, 计算结果见表 2.4。

表 2.4 加标回收试验测定结果

本底含量 (μg)	加标值 (μg)	实测值 (μg)	回收率 (%)
0.75	1	1.73	98.0
2.95	2	4.93	99.0
4.35	4	8.25	97.5

从表 2.4 中可以得出, 此试验的回收率为 97.5%–99.0%, 接近 100%, 说明方法准确可靠。

三、样品分析

3.1 样品处理

称取 0.1000g 铁矿石试样, 精确至 0.0001g。用铁粉作空白实验, 铁粉的加入量需计算, 原则是与铁矿石中的铁含量相近或相同。将试样装入底部装有溶剂的白金锅中, 搅拌均匀。将白金锅至于 950°C 的高温炉中高温溶解 5–15min, 取出, 用 75mL 盐酸 (1+5), 加热溶解固体物后用 250mL 容量瓶定容, 混匀。

根据含铝量分取两份试液于两个 50mL 容量瓶中, 分取试液中铝量在 $36\mu\text{g}$ 以内。显色液中加入 5mL Zn-EDTA 溶液, 滴加 6 滴 H_2O_2 溶液, 混匀, 静止 2–3min, 加入 2mL 显色剂溶液, 混匀后加入与分取储备液相同体积的缓冲溶液, 控制 $\text{pH}=5.0$ – 6.0 之间, 以水定容后摇匀。参比液加 5 滴氟化铵溶液之后再加入显色剂溶液。显色液与参比液静止 20min 后, 选择 1cm 比色皿, 用波长 545nm, 以参比液为参比测量显色液的吸光度^[4]。

3.2 分析样品的标准曲线

在一组 50mL 容量瓶中加入底液, 底液用含铁溶液制备, 溶液中含铁量与试样溶液中含铁量相同。根据试样的铝含量分取适当铝标准溶液作标准曲线, 按样品分析方法制备显色液与参比液, 用波长 545nm, 测量出吸光度后, 横轴为铝含量, 纵轴为吸光度, 绘制标准曲线。

3.3 准确度和精密性试验

选取标准样品赤铁矿 (YSBC11702-94)、铁矿 (W88301a) 做为试验样品, 按本实验方法分别进行 10 次测定。样品指定值和 10 次测定分析结果见表 3.1。

表 3.1 标准样品测定结果 单位 (%)

名称	牌号	指定值	测定值				
			0.51	0.51	0.50	0.50	0.52
赤铁矿	YSBC11702-94	0.52	0.50	0.53	0.51	0.51	0.53
			1.57	1.57	1.60	1.59	1.56
铁矿	W88301a	1.58	1.57	1.58	1.58	1.57	1.59

赤铁矿 (YSBC11702-94) 中 Al_2O_3 10 次分析结果的单值控制图见图 3.1。

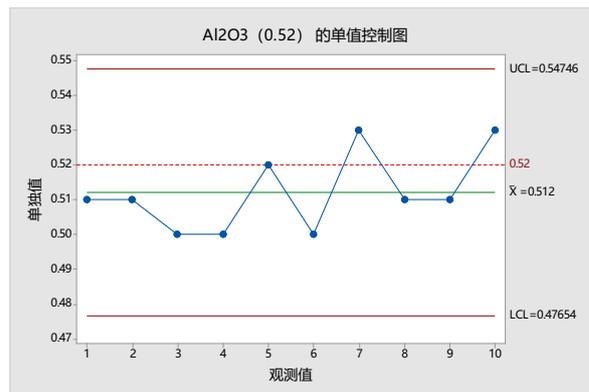


图 3.1 赤铁矿 Al_2O_3 含量的单值控制图

铁矿 (W88301a) 中 Al_2O_3 10 次分析结果的单值控制图见图 3.2。

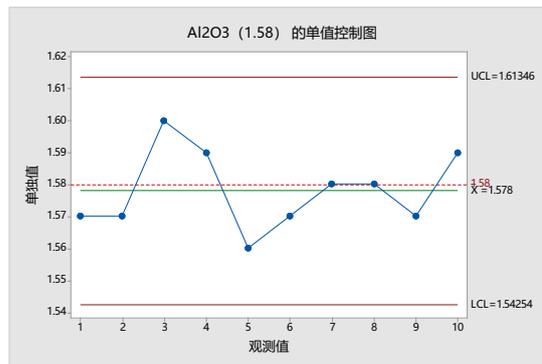


图 3.2 铁矿 Al_2O_3 含量的单值控制图

从以上图表分析中可以得出结论, 针对两种标准样品中 Al_2O_3 含量测定的 10 次检测结果均在控制上下限范围内, 说明此试验方法准确、可靠。

四、结论

本试验确定了铬天青 S 光度法测定铁矿石中铝含

量的实验条件,使用 Zn-EDTA 作为掩蔽剂,最大吸收波长选择 545nm,显色时间定为 20min, CAS 的用量为 2mL,选取六次甲基四胺为缓冲溶液其 pH: 5.0-6.0 间,先加入 CAS,再加入缓冲溶液。加入 Zn-EDTA 溶液可以掩蔽铁、锰等离子从而消除干扰。在波长为 545nm 处测定出吸光度,根据标准曲线计算出铝的含量。本方法准确可靠,杜绝了实验人员和有机溶剂的接触,确保了实验的操作安全。并且实验操作简单,分析测试时间短,对铁矿石中铝含量的准确检测具有重要意义。

参考文献:

- [1] 段群章. 铬天青 S 及其在金属光度分析中的实际应用 [J]. 新疆有色金属 .1999,3.
- [2] 张宗贵. 铝的光度分析简介 [J]. 光谱实验室, 1995,12,(2).
- [3] 赵树宝. 砷化氢分离砷钼蓝分光光度法测定铁矿石中的砷. 测试计量技术及仪器 ,2008-01.
- [4] 赵志君;王艳;原红霞. 分光光度法测定墨旱莲中总黄酮的含量. 中医学 ,2012-01.