

铁矿石中钾钠锌检测样品预处理的改进

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:本文通过对样品溶解过程的深入解析, 加上对试剂、容器本身的特性合并分析, 摸索出更加科学、高效地溶解样品的梯度升温法。其次, 对比钾、钠检测方法和锌检测方法的特点, 最终摸索出一种高效、快捷、省时省力的钾、钠、锌联合检测方法, 从而使日常检验更加方便, 数据能够及时准确的报出。

关键词: 梯度升温 铁矿石 K Na Zn

Improvement of sample pretreatment for determination of potassium, sodium and zinc in iron ore

Wu Ke

Beijing Zhongshiguojin International Laboratory Capability Verification Research Co., Ltd., Beijing 100081

Abstract: in this paper, through the in-depth analysis of the dissolution process of samples, together with the analysis of reagents, containers of their own characteristics, to find a more scientific and efficient solution of samples gradient heating method. Secondly, by comparing the characteristics of potassium, sodium and zinc detection methods, a high-efficiency, fast, time-saving and labor-saving combined detection method of potassium, sodium and zinc is found, which makes the daily inspection more convenient, the data can be reported timely and accurately.

Keywords: gradient heating, iron ore kna Zn

1 实验部分

1.1 实验仪器与试剂

电热加热板: 可调式电热板

电子天平: CP124S

测温枪: SMART SENSOR

原子吸收光谱仪: 赛默飞 ice3300

盐酸: (ρ 1.19g/ml)

氢氟酸: (ρ 1.13g/ml)

高氯酸: (ρ 1.67g/ml)

钠标准溶液: (1000 μ g/ml)

钾标准溶液: (1000 μ g/ml)

锌标准溶液: (1000 μ g/ml)

原子吸收光谱仪参数设置见表 1。

表 1 原子吸收光谱仪参数设置

参数	钾方法	钠方法	锌方法
测量次数	3	3	3
分析时间 (s)	4	4	4
波长 (nm)	766.5	589	213.9
灯电流 (%)	100	75	100

火焰类型	空气—乙炔	空气—乙炔	空气—乙炔
雾化器提升时间 (s)	4	4	4
燃烧器高度 (mm)	7	7	7
可接受的线性拟合	>0.995	>0.995	>0.995
燃气流量 (L/min)	1.2	1.1	1.0

1.2 实验方法

称取 0.1000g 样品置于聚四氟乙烯烧杯中, 加入 10ml 盐酸、10ml 氢氟酸、5ml 高氯酸于电热板上使用梯度升温法加热溶解直至溶液蒸干, 取下冷却。加入 5ml 盐酸、40ml 水放在电热板上缓慢加热至盐类溶解, 冷却后移入 100ml 聚乙烯容量瓶中, 用水稀释至刻度, 混匀^[1]。

2 梯度升温法

2.1 梯度升温法原理

采用聚四氟乙烯烧杯溶解样品, 由于聚四氟乙烯烧杯正常工作温度为 250℃, 当高于此温度烧杯就会变软, 且温度过高会发生裂解, 产生有毒气体, 因此电热板不能高于此温度。根据恒沸水溶液特点, 常见浓盐酸浓度是 35.5%, 是盐酸和水的恒沸混合物浓度, 挥发时水和氯化氢同时按照这个比例挥发, 直到全部挥发这个比例不会改变^[2]。

如果低于 35.5% 的盐酸, 氯化氢和水也是同时挥发, 挥发的水比氯化氢多, 盐酸的浓度不是降低, 而是逐步提高, 直到 35.5% 氯化氢和水按照这个比例挥发, 到挥发完全为止。所以溶解样品的温度应高于水的沸点, 先让水挥发还要保证酸度。试验中所使用高氯酸来赶净氢氟酸(沸点 112℃), 温度达到高氯酸沸点 203℃ 后成白色烟雾挥发掉, 本试验溶解样品的盐酸浓度小于 35.5%, 故试验过程采用梯度升温法, 先缓慢加热让酸尽量溶解样品, 待样品溶解完后升高到合适温度让酸蒸发, 此方法以标准样品来验证梯度升温试验, 先缓慢加热在 110℃ 左右保持 15-30 分钟, 待样品慢慢溶解后维持温度在 210℃ 左右, 一直到溶液近干^[3]。

此试验过程中用红外测温枪监测电热板的温度, 由于电压不稳定会带来温度波动, 因此在时间上会有差异, 温度越高反应越剧烈, 试验选取 50ml 的聚四氟乙烯烧杯, 为避免溶液蒸发溅出影响测定结果, 所以选取在冒高氯酸烟时缓慢升温。通过使用标准样品的试验结果对比得出结论采用此法溶解样品, 可以使样品溶解完全获得准确结果^[4]。

2.2 结果分析

分析所用标准物质为烧结矿 (YSBC28777-2008), 测定结果见表 2-表 4。

表 2 烧结矿 K₂O 检测结果

序号	梯度升温法 K ₂ O (%)	GB/T6730.49 测 K ₂ O (%)
1	0.044	0.044
2	0.045	0.046
3	0.047	0.042
4	0.043	0.043
5	0.042	0.041
平均值	0.044	0.043
标准值	0.045	
E	-0.001	-0.002
RE	-2.22	-4.44
SD	0.001924	0.001924
RSD	4.4	4.5

表 3 烧结矿 Na₂O 检测结果

序号	梯度升温法 Na ₂ O (%)	GB/T6730.75 测 Na ₂ O (%)
1	0.031	0.032
2	0.030	0.030
3	0.033	0.031
4	0.034	0.032
5	0.035	0.036
平均值	0.033	0.032
标准值	0.034	
E	-0.001	-0.002

RE	-2.94	-5.88
SD	0.002074	0.002280
RSD	6.3	7.1

表 4 烧结矿 ZnO 检测结果

序号	梯度升温法 ZnO (%)	GB/T6730.53 测 ZnO (%)
1	0.0071	0.0071
2	0.0074	0.0073
3	0.0077	0.0070
4	0.0072	0.0074
5	0.0073	0.0074
平均值	0.0073	0.0072
标准值	0.0078	
E	-0.0005	-0.0006
RE	-6.41	-7.69
SD	0.00023	0.000182
RSD	3.1	2.5

表 2-4 测定结果表明, 测定误差均小于标样允许误差 ±0.010, 试验的精密度和准确度符合生产要求, 梯度升温法结果稳定, 分析结果数值准确, 试验过程样品溶解完全, 使用此法可以获得准确结果。

3 新方法的优点

- (1)、梯度升温法与原方法所测得数据准确一致。
- (2)、溶样过程温度可控性较强。
- (3)、试剂使用种类少, 溶盐过程简单。
- (4)、待测液准备时间较短, 操作简单。
- (5)、待测液可同时用于钾、钠、锌含量的检测, 适用于大量样品的日常检验。

4 结论

针对以上实验过程及结果数据分析, 可以得出结论, 使用盐酸、氢氟酸、高氯酸采用梯度升温法溶解样品, 数据结果的准确性能够满足生产要求, 此溶样方法给日常大批量分析钾、钠、锌带来极大地便利性, 数据结果的准确性能够满足生产要求。

参考文献

- [1]周心如.化验员读本[J].化学工业出版社.2021,4.
- [2]王海舟.冶金分析前沿[J].科学出版社. 2004,10.
- [3]郑爱玲.化学基础分析检验[J].中国计量出版社 2003,2.
- [4]李华昌.原子吸收光谱分析技术[J]. 2011,9.