

原子吸收法测定氧化铝中氧化锂溶样的改进

萨日娜

内蒙古锦联铝材有限公司 内蒙古 029200

摘要:当前氧化铝用量较大,所以产量也在不断不断增加,在实际生产中要更好地测定氧化锂,就应当采用适合的方法,才能有效地提高测定准确性,进而测定出氧化锂含量,通过一些有效的改进方法,进一步地提高测定准确性。

关键词:原子吸收法;氧化铝;氧化锂;溶样方法;改进

氧化铝是进行电解铝的主要原料,其化学性能对电解铝可以产生非常大的影响,其中的微量元素也会影响原铝的品质。在实际生产中由于高锂氧化铝的工艺难度较大,会影响生产的稳定性,能耗也会大幅度地增加。随着电解铝的需求不断加大,就要降低氧化铝中的锂含量,这样才能有效地提高生产的稳定性。氧化铝当中含有一些杂质,主要是二氧化硅,还有三氧化二铁,同时还含有一些氧化钠,其含量和粒度是重要的质量指标。随着对低锂产品需求的增加,对氧化铝当中的锂,以及具体含量也有了新要求,氧化锂测定是质量控制的重要标准。基于这样的要求,碱在火焰中非常容易挥发,采用原子吸收光谱法进行测定,灵敏度较高,而且有一定的准确度性,根据国家的相关标准,对样品也有具体要求,就将样品放入到溶样器当中,加入一些盐酸,然后放到 $240\pm 3^{\circ}\text{C}$ 的烘箱中,保温需要在6小时,但是这种方式的检测时间比较长,操作也比较的繁琐。为了避免这些问题,提出了用硫和磷混酸方式,并将其放到烧杯当中,之后放入 300°C 电热板上,这样就可以快速溶解氧化铝,在硫一磷和空气乙炔火焰的作用下,能够将原子吸收在光谱仪上,这时的波长可以达到 670.8nm ,这时测量溶液的吸光度情况,就可以指导氧化锂含量。这种方法可以有效地缩短分析时间,提升了实际的检测工作效率,获得了满意的结果。而且这种方法,操作简单干扰少、准确度也非常的高。在氧化铝产品当中,微量元素锂的具体含量,会对铝的电解和生产产生很大影响,目前在电解铝企业当中,都要求进行氧化铝当中的氧化锂检测,通过具体的检测,才能提出相关具体的指标。虽然国家在这方面有现行的规定和标准,但是也需要进行不断地研究。在具体测试过程中,可以采用原子吸收法,这种方法进行测定时有避免明显的优势,用这种方法测定氧化铝当中的氧化锂含量,不仅操作比较简单,而且准确度相对较高,检测成本却很低,所以这种方法应当

进行广泛地使用。提高了检测效率的同时,准确度还较好,正适合当前的实际发展需求。随着时代的发展,在任何领域中,都比较注重效率,进行相关检测也非常重视效率,同时对准确度也有一定要求,只有效率和准确度都较高的情况下,才能更好地时应时代发展需求。

1 我国氧化铝的现状分析

1.1 资源不够充分

我国的铝用量较大,但是矿产资源较少,不能满足市场需求,铝土资源是氧化铝生产的关键资源,如果出现了铝土资源枯竭情况,许多企业会倒闭、破产。当前新增氧化铝企业虽然多,但是这些企业都没有形成一定规模。而我国的铝土矿山虽然很多,但是开采秩序混乱,许多都是在无序开采的状态。这种方式会导致产能无序增长,破坏铝资源,让氧化铝资源逐渐地枯竭,这严重地影响了我国氧化铝行业的发展。铝的应用量非常大,不仅在我国,全世界的铝用量都非常地大,当前我国使用铝主要还是依赖进口,要想有效地解决这一问题,就需要提高我国的铝产量,在进行开采过程中,要有计划地进行开采,同时也要注意提高铝的质量,这样才能降低对进口的依赖。

1.2 进口铝价格持续不断地上升

我国80%以上的铝土矿,品质都比较低,随着不断地生产,高品质铝土逐渐地少了,所以供矿品位也在不断地降低,导致产量不断地降低,而矿耗指标,还有碱耗指标却是不断地提升,造成了成本的增加,而且在价格方面,也没有逐渐地失去了优势。在铝的使用上,也很大程度上依赖进口,而进口的价格不断上涨,这是当前不得不面对的问题了。当前要努力提高我国铝产量,同时也要注意提高铝的质量,这样才能在一定程度上减少进口量。

1.3 环保方面的问题

当前我国非常环保,执法力度也不断地加强了,对

于工业污染情况, 相关限制也在不断地增加, 当前对环境治理要求较高, 所以就要重视氧化铝在生产中排放的粉尘和废气情况, 还有产生的废水和废渣, 以及噪声带来的污染问题, 这些情况都有给予充分地考虑, 并采取妥善方式进行解决, 而且这些问题都属于环保范围内的。随着矿品的存储量不断地降低, 要想增加氧化铝的产量, 就要注重生产速度, 而随着生产速度的不断加快, 环保问题也会越来越严重, 解决起来就越困难。当前要重点考虑的问题是, 如果降低废水零排放, 加强对赤泥的管理, 如何对尾矿进行资源化, 最终实现无害化。在这个过程中, 要提高赤泥库的资源化程度, 并逐渐地让矿山复垦, 这些问题都应当重点解决。所以在具体工作中, 应当注重环保方面的问题, 这样才能确保氧化铝行业健康稳定发展。

1.4 国际竞争力较差

相对于发达国家, 我国的氧化铝质量有待于进一步提高, 杂质含量比较偏高, 细粒子含量也比较偏高。发达国家的铝土矿, 大多出的三水铝石, 这样的矿石具有先天的优势, 生产能的消耗较少, 生产流程也比较简单。中国的铝矿大多不容易出一水硬铝石, 所以生产能消耗会更多。跨国的铝业公司, 是全球化的经营线路, 在全球是主导地位, 为了适应市场变化, 铝业公司可以通过重组、兼并等方式, 扩大企业规模。当前中国铝业风头正劲, 成为了全球第三大铝企业, 同时也是第二大生产商。但是整体实力还相对落后, 所以竞争压力非常的大。

2 具体的试验分析

2.1 使用的仪器和具体工作条件

使用原子吸收法进行测定, 试验要满足以下几个条件。第一, 是s4的原子吸收光谱仪。第二, 是锂空心的阴极灯。第三, 是工作条件, 光路波长应当是670.8nm。第四, 锂灯的工作电流应当在5mA ~ 10mA之间。第五, 测量的方式是吸收, 测定范围在0.005% ~ 0.20%之间。

2.2 主要的试剂情况

第一, 是高纯的氧化铝, 含量应当在99.99%以上。第二, 是优级的纯浓磷酸, 具体含量是Q1.699/mL。第三, 是优级的纯浓硫酸, 使用含量应当是Q1.849/mL。第四, 是铝基体的具体溶液, 含量应当是2.5m // mLu20。测验之间应当先称取0.25009的氧化铝, 将这个容易置于到50mL烧杯中, 然后在其中加入5mL的纯浓磷酸, 然后盖上表面皿, 将其整个放到电炉上, 然后进行摇晃, 边摇边进行加热, 在这个过程中试样也逐渐地溶解了, 等到全部溶解完成以后, 应当立即将试样取下, 放置进行

冷却处理, 等到温度降到40℃ ~ 70℃时, 要用热水洗涤, 将这些试样转移到到100mL容量瓶中, 进行定容和摇匀。对氧化锂标准应当进行贮存, 溶液应当是1mg/mL Li₂O, 同时称取2.47349在280℃ ± 10℃温度下进行烘干2h, 在干燥器中也要进行冷却, 当温度到达室温状况时, 将碳酸锂倒入250mL烧杯中, 在其中加入20mL盐酸, 之后进行溶解, 当溶解完成以后移入1000mL容量瓶中用水稀释, 在稀释的过程中要混合均匀, 最后贮存到瓶中。氧化锂标准溶液, 应当是0.01mg/mL Li₂O, 然后要移取氧化锂标准, 将1mL溶液储存到100mL瓶中, 加水稀释将其混匀。

2.3 标准曲线绘制分析

取0.00和0.50, 以及1.00和1.5, 还有2.00mL这个刻度, 氧化锂的标准溶液应当放到一组, 然后加入10mL铝溶液, 放入100mL瓶中, 用水稀释混匀。之后使用原子吸收光谱仪, 测量具体的吸光度。在整个过程中, 要严格按照要求操作, 这样才能确保检测结果的准确。

2.4 进行样品的处理

这些试样应当放在300℃ ± 10℃温度下, 然后进行烘干, 时间大概是2h, 之后进行冷却, 直到和室温一样的温度时。称取0.25009 ± 0.00029的试样, 将其放到50mL烧杯中, 在其中加入硫酸, 具体量是1ml, 还要加入磷酸5ml, 在表面盖上皿, 在300℃温度电热板上加热和溶解, 待溶解之后, 应当马上取下冷却, 带到温度在40℃ ~ 70℃时, 将试液放入到100mL瓶中进行混匀, 之后继续冷却, 当温度到室温时摇匀备用。

2.5 空白试验

在对样品进行试验时, 应当做空白试验, 并同试样一起分析。

3 结果和相关讨论

3.1 硫和磷酸用量对试样溶解的具体影响

为了快速地将试样溶解, 使用样品进行称样, 称样量应当控制在0.25009 ± 0.00029间, 对硫和磷酸也应当进行相关的试验。使用硫酸1ml, 还有磷酸5ml作为一种, 使用硫酸2ml和磷酸4ml最为一组, 使用硫酸3ml和磷酸3ml作为, 在300℃电热板溶解, 观察硫酸1ml和磷酸5ml溶液情况, 发现时清透, 而且没有沉淀。观察硫酸2ml和磷酸4ml溶液, 发现有少量的沉淀, 颜色是黑色的。观察硫酸3ml和磷酸3ml溶液, 也少量的沉淀, 也是黑色的, 还有一部分没有完全地溶解。通过分析试验情况可以知道, 样品的称样量, 一般在0.25009 ± 0.00029之间。硫酸1ml和磷酸5ml比例溶液, 样品是完全溶解状态。

3.2 硫和磷混酸的酸度选择

使用原子吸收光谱仪, 硝酸含量要在5%以内, 而酸度越低, 对仪器产生的影响就越小, 腐蚀性就会较小, 所以硝酸最好不作为溶剂使用。而使用硫一磷的混酸溶剂, 一般不会影响实际测定, 但是要注意酸度问题, 一般情况下酸度应当是一致的, 是1%硫酸和5%磷酸的比例, 酸度完全符合要求, 按照这个比例, 试验也可以用1ml和磷酸5ml的比例溶液, 同时也要做空白, 这样氧化锂影响会比较小, 同时还能满足仪器要求。

3.3 基体的效应情况

在样品中的Al和P, 也可以运用锂元素分析方法, 但是也应当做空白和样品试验。在试验过程中, 溶液中Al和P量和样品要一样, 这样就可以排除相关干扰。

3.4 精密度和准确度试验

使用了3个氧化锂, 结果出现了低、中、高的氧化铝标准, 按照样品的处理方式, 以空气一乙炔火焰, 将其吸收到原子吸收光谱仪之上, 波长应当是670.8nm在这样的情况下测量, 并计算出氧化锂含量, 分别测试了11次后, 分析结果情况, 进而判断结果的准确度情况, 还有精确度情况。样品也是这样的分析方法, 得到的结果是重复性相对较好, 误差也控制在允许的范围内, 分析的准确性也较高。

3.5 与国家标准比对

同一个实验室, 在一定的时间内, 由不同的人员进行分析, 并且与国家的标准溶样进行比对, 通过10个氧化铝样品的氧化锂测定, 可以检查出不同溶样和方法, 对结果准确度会产生一定影响。根据国家的相关标准, 氧化锂的含量和误差, 应在0.005 ~ 0.010间, 允许的差应当是 ≤ 0.001 , 并且要在0.010 ~ 0.025范围内, 允许差是 ≤ 0.003 , 并且要在0.025 ~ 0.050间, 允许的差在

≤ 0.005 范围内, 通过对这个过程的分析, 可以知道不同溶样, 结果的对比试验, 还有测定结果方面, 会有一些误差存在, 但要符合国家标准, 才能确定分析的准确性。

3.6 结论

首先, 样品称样量应当 0.25009 ± 0.00029 间, 使用的是硫酸1ml和磷酸5ml比例溶剂, 将这些溶液放到烧杯中, 放300℃电热板上溶解, 当完全溶解后, 观察溶液的清透情况, 以及沉淀情况, 这样的分析方式可以确保结果的准确性, 而且精密度很好, 不同溶样对比, 误差也符合标准结果准确。其次, 这种溶样分析方法, 优于当前国标的标准方法, 操作简单安全, 检测时间也减少了许多, 提高了工作效率, 且效果很好。

4 结束语

通过全文的相关介绍, 将这种溶样方法应用到氧化铝中氧化锂样品处理, 具有非常的效果较好, 所以应当广泛地推广该方法, 为提高测定准确性和效率, 起到积极的推动作用。

参考文献:

- [1]彭琪, 徐芹, 兰天, 张璐, 董梅玉, 张晶, 肖永娜. 电流脉冲阳极氧化过程中氧化电压对氧化铝光子晶体结构的影响[J]. 河北师范大学学报(自然科学版), 2021, 04: 355-361.
- [2]韦亚香, 张雄. 产品氧化铝中氧化钙含量超标的原因探讨[J]. 世界有色金属, 2019, 11: 240-241.
- [3]侯素娟, 孔林林. 火焰光度法测定氧化铝中氧化钠含量的分析效率[J]. 现代经济信息, 2020, 04: 392-394.
- [4]何崇慧, 顾青, 尹玲玲, 蒋彩兰, 瞿朝霞. 消解法-原子吸收法测定氧化铝基催化剂中钡含量[J]. 石化技术与应用, 2019, 03: 352-355.