

FCLHSTKSHNiCr001 铁矿 镍、铬含量的测定 火焰原子吸收光谱法

F_CL_HS_TKSH_Ni_Cr_001 铁矿 镍、铬含量的测定 火焰原子吸收光谱法

1 范围

本推荐方法用火焰原子吸收光谱法测定铁矿石中镍、铬的含量。

本方法适用于天然铁矿、铁精矿、烧结矿和球团矿中 0.003% (m/m) ~ 0.1% (m/m) 镍、铬含量的测定。

2 原理

试样用盐酸、硝酸分解，用甲基异丁酮萃取除去滤液中的大部分铁。不溶残渣经灼烧，用氢氟酸、硫酸蒸除除去二氧化硅，以碳酸钠—四硼酸钠混合物熔融残渣，然后再以盐酸溶解，与主液合并。吸喷溶液到原子吸收光谱仪的火焰中，用空气—乙炔燃烧器，在波长 232nm 处测量镍的吸光度；用氧化亚氮—乙炔燃烧器，在波长 357.9nm 处测量铬的吸光度。

3 试剂

3.1 碳酸钠—四硼酸钠混合熔剂

将碳酸钠(Na_2CO_3 , 无水粉末)与四硼酸钠($\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7$, 无水粉末)以 2 : 1 (m/m) 比例混合。

3.2 四硼酸锂($\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7$)，无水粉末。

3.3 盐酸，ρ 1.19g/mL。

3.4 盐酸，2+1、1+1、2+100。

3.5 硝酸，ρ 1.42g/mL。

3.6 硝酸，1+1。

3.7 氢氟酸，ρ 1.14g/mL。

3.8 硫酸，ρ 1.84g/mL。

3.9 硫酸，1+1。

3.10 甲基异丁酮(MIBK)。

3.11 镍标准溶液

3.11.1 镍贮备液，100 $\mu\text{g}/\text{mL}$

溶解 0.1000g 金属镍[纯度 > 99.9% (m/m)]于 30mL 硝酸(1+1)，冷后移入 1000mL 容量瓶，以水稀释至刻度，混匀。

此溶液 1mL 含镍 100 μg 。

3.11.2 镍标准溶液，10.0 $\mu\text{g}/\text{mL}$

分取 100.0mL 镍贮备液(10.0 $\mu\text{g}/\text{mL}$)于 1000mL 容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀。

此溶液 1mL 含镍 10.0 μg 。

3.12 铬标准溶液

3.12.1 铬贮备液，100 $\mu\text{g}/\text{mL}$

溶解 0.1000g 金属铬[纯度 > 99.9% (m/m)]于 20mL 盐酸(1+1)，冷却后移入 1000mL 容量瓶，以水稀释至刻度，混匀。

此溶液 1mL 含 100 μg 铬。

3.12.2 铬标准溶液，10.0 $\mu\text{g}/\text{mL}$

分取 100.0mL 铬贮备液($10.0\mu\text{g}/\text{mL}$)于 1000mL 容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀。

此溶液 1mL 含铬 $10.0\mu\text{g}$ 。

3.13 镍、铬混合标准溶液

在 200mL 烧杯中，加入 30mL 盐酸(1+1)，0.2mL 硫酸(1+1)，1.2g 碳酸钠—四硼酸钠混合熔剂。加热除去二氧化碳，冷却。用移液管或滴定管加入 10.00mL 镍贮备液($100\mu\text{g}/\text{mL}$)和 10.00mL 铬贮备液($100\mu\text{g}/\text{mL}$)。移入 100mL 容量瓶，以水稀释至刻度，混匀。

4 仪器

原子吸收光谱仪，配备空气—乙炔燃烧器、氧化亚氮—乙炔燃烧器、镍空心阴极灯、铬空心阴极灯。

所用原子吸收光谱仪应达到下列指标。

最低灵敏度：工作曲线中所用等系列标准溶液浓度最大者，其吸光度应不低于 0.300。

工作曲线线性：工作曲线顶部 20% 浓度范围的斜率值(表示为吸光度的变化)，在以同样方法测定时，与底部 20% 浓度范围的斜率值之比，不应小于 0.7。

最低稳定性：多次测量工作曲线中所用最大浓度标准溶液与零浓度标准溶液的吸光度，分别计算平均值及标准偏差。其标准偏差应分别小于其吸光度平均值的 1.5% 和 0.5%。

5 操作步骤

5.1 称样

称取约 1g 试样，精确至 0.0002g 。

5.2 空白试验

在同样条件下，与试样分析平行进行空白试验。

5.3 试样处理

5.3.1 分解

将称取好的试样置于 250mL 高型烧杯中，用几毫升水润湿，加入 25mL 盐酸，盖上表皿，在电热板上于 100°C 加热 1h[用一盛有相似体积和深度硫酸($\rho 1.84\text{g}/\text{mL}$)的烧杯置于电热板上，根据其温度调节电热板的温度]，至溶液体积减至 10mL 左右。

注：当不溶残渣较多时，可在电热板的较高温度区域继续加热，但不要煮沸。

加入 5mL 硝酸、0.2mL 硫酸(1+1)，加热 15min，蒸发溶液至近干。

注：

1 当试样含有较高的钡时，不加硫酸。

2 一定要盖上表皿，以防止氯化物升华。蒸发时，将表皿略微移开一点。

加入 20mL 盐酸(1+1)，加热溶解盐类。冷却，洗涤表皿和烧杯壁，通过致密滤纸加滤纸浆($0.3\sim0.4\text{g}$ 干量)将溶液滤于 200mL 烧杯中。用带橡皮头的玻璃棒或一小片湿滤纸小心擦去附着的颗粒并转移到滤纸上，用温热盐酸(2+100)洗涤滤纸直至无铁，再用热水洗涤滤纸三、四次。滤液和洗涤液作为主液保留，将滤纸和残渣移入铂坩埚。

5.3.2 除铁

加热蒸发主液至近干，以 15mL 盐酸(2+1)溶解盐类，移入 200mL 分液漏斗。

20mL 盐酸(2+1)淋洗烧杯，一并转移到分液漏斗中。

加 50mL 甲基异丁酮至分液漏斗，振荡 1min，静止分层，将下层水相放入原 200mL 烧杯中。加 10mL 盐酸(2+1)于分液漏斗中洗涤有机相，振荡 30s。静止分层，将下层水相放入盛有第一次水相的 200mL 烧杯中。弃去有机相。

缓慢加热溶液，将溶液中的甲基异丁酮全部赶走，然后加 5mL 硝酸，蒸发至干。以 20mL 盐酸(1+1)溶解盐类。

5.3.3 残渣处理

将铂坩埚中的滤纸在低温(500℃至 800℃)干燥、烧掉，然后灼烧残渣。冷却，以 1~2 滴水润湿，加 3 滴硫酸、5mL 氢氟酸。缓慢蒸发驱赶二氧化硅，并继续加热除去硫酸。在 800℃灼烧几分钟，然后冷却。加入 1.2g 碳酸钠—四硼酸钠混合熔剂与残渣混匀。将坩埚置于马弗炉中，先在较低温度加热几分钟，然后在 1000℃加热 15min。

注：也可用四硼酸锂取代硼酸钠，在此情况下，校准溶液中的四硼酸钠要换成四硼酸锂。

待坩埚冷却后，加入 10mL 盐酸(1+1)，温热溶解熔体。将此溶液与主液合并，加热除去二氧化碳，冷却。移入 100mL 容量中，用水稀释至刻度，混匀。

5.4 吸光度测量

在原子吸收光谱仪上，于波长镍 232.0nm 处，以空气—乙炔火焰，或于波长铬 357.9nm 处，以氧化亚氮—乙炔火焰，用水调零，分别测量镍、铬的吸光度。先用镍或铬工作曲线系列浓度最大的溶液喷测，并调节火焰状态和燃烧器位置，以达到最大吸光度。然后按浓度由低到高的顺序，依次喷入镍、铬的工作曲线系列溶液和待测试样溶液空白试验溶液。每一溶液喷测均为以水调零，并至少重复喷测两次，记下获得的稳定读数，求得各自平均吸光度。

5.5 工作曲线绘制

在 6 个 200mL 烧杯中，每个都加入 30mL 盐酸(1+1)，0.2mL 硫酸(1+1)，1.2g 碳酸钠—四硼酸钠混合熔剂，加热除去二氧化碳，冷却。移入 6 个 100mL 容量瓶中，分别分取 0、1.00、3.00、5.00、7.00、10.00mL 镍贮备液或镍标准溶液，铬贮备液或铬标准溶液(镍、铬的校准溶液应分别配制)。以水稀释至刻度，混匀。

用镍贮备液或铬贮备液配制的校准溶液的浓度范围为 0~10μg/mL；用镍标准溶液或铬标准溶液配制的校准溶液的浓度范围为 0~1μg/mL。

每一溶液的平均吸光度减去零溶液的平均吸光度为镍或铬的净吸光度。以镍或铬浓度为横坐标，净吸光度为纵坐标，绘制工作曲线。

将试样溶液的平均吸光度和随同试样空白溶液的平均吸光度，从工作曲线上分别查出各自的镍或铬的浓度。

6 计算

按下式计算镍或铬的含量，以质量百分数表示：

$$W_{Ni(Cr)} = \frac{C_2 - C_1}{100 \times m}$$

式中： C_2 74 自工作曲线上查得的试样溶液中镍或铬浓度， $\mu\text{g/mL}$ ；

c_1 自工作曲线上查得随同试样空白溶液中镍或铬浓度, $\mu\text{g/mL}$;
 m 测量溶液相当的试样质量, g。