

湿法冶炼渣中高含量钢的测定—火焰原子吸收光谱法

杨 庆 (云锡文山锌铜冶炼有限公司质检中心, 云南 文山 663700)

摘 要: 使用火焰原子吸收光谱法测定湿法冶炼渣中高含量的钢, 通过对仪器工作条件、测定介质及其共存离子的干扰进行了试验, 建立了火焰原子吸收光谱法测定湿法冶炼渣中钢含量的分析方法。在硝酸介质中于原子吸收分光光度计波长 303.9nm 处, 空气-乙炔火焰中进行钢量的测定, 结果稳定、准确、可靠, 适用于冶炼渣中钢含量为 5%~30% 的测定。

关键词: 火焰原子吸收光谱法; 湿法冶炼渣; 高含量钢

0 引言

钢是一种银白色稀有金属, 主要用于半导体、电子器件、荧光材料、金属有机物等领域。由于其独特而优良的物理化学性能, 已成为现代电子工业中最主要的支撑材料之一^[1]。随着科学技术的快速发展, 钢的用途越来越广, 用量越来越大, 但在自然界中不存在可供开采的独立矿床。在电解精钢过程产生的冶炼渣中通常含有大量的钢, 建立冶炼渣中高含量钢的测定方法对钢得到综合回收利用具有非常重要的意义。

目前, 钢的分析方法很多, 对于低含量的钢, 一般采用原子吸收光谱法 (AAS)、电化学分析法和分光光度法等。对于含钢较高的样品, 一般用 EDTA 滴定法^[2]。电解精钢产生的冶炼渣中除了含有大量的钢外, 还含有一定量的锌、铅、铜等, 如直接用 EDTA 滴定, 锌、铅、铜等会产生干扰使结果偏高。如将钢从体系中萃取后再将钢反萃出滴定, 虽可避免金属离子干扰滴定, 但过程繁琐, 而且在两次萃取中钢易损失。本文针对冶炼渣中体系复杂性, 以盐酸、硝酸、氢氟酸将样品分解后, 建立了以火焰原子吸收光谱法测定其中钢含量的分析方法。

1 实验原理

火焰原子吸收光谱法是基于从光源辐射出待测元素的特征光波, 通过样品蒸汽时, 被蒸汽中待测元素的基态原子所吸收, 由辐射光波强度减弱的程度, 可以求出样品中待测元素的含量。

2 实验部分

2.1 试验方法

2.1.1 实验步骤

准确称取 0.2000g 渣样品于 250mL 烧杯中, 吹少量蒸馏水, 加入 15mL 盐酸, 盖上表面皿, 移至电炉低温加热 5min, 加入 5mL 硝酸, 1mL 氢氟酸, 继续加热至近干, 加入 25mL 硝酸, 微热使盐类溶解完全, 抬下冷却, 转移至 500mL 容量瓶中, 以水定容并摇匀。将原子吸收调至拟定工作条件, 直接测定, 同时进行空白实验。

2.1.2 工作曲线绘制

准确移取 0.00、2.00、4.00、6.00、8.00mL 钢标准溶液置于一组 100mL 容量瓶中, 分别加入 5mL 硝酸, 用水稀释至刻度, 混匀。与样品测定相同的条件下, 测量标准溶液系列吸光度。以钢浓度为横坐标, 吸光度为纵坐标绘制工作曲线。

2.1.3 结果计算

$$\text{In}(\%) = C \times V/M \times 10^{-4}$$

式中:

C- 测得的浓度 (ug/mL);

V- 测定溶液的体积 (mL);

M- 样品质量 (g)。

3 结果与讨论

3.1 仪器工作条件选择

在选择钢最佳灵敏线 303.9nm 条件下, 1ug/mL 钢的吸光度为 0.020 左右, 为适应高含量钢的测定, 对燃烧头适度偏转, 保证 20ug/mL 钢的吸光度在 0.040~0.07 之间。其余条件见下表 1。

表 1 仪器工作条件

狭缝	波长	灯电流	空气流量	乙炔流量	燃烧器高度
0.4mm	303.9nm	1.5mA	5L/min	1.2L/min	9mm

3.2 测定介质及酸度

分别在盐酸、硝酸、硫酸介质分别为 0%、1%、3%、5%、7%、9%、11%、13%、15% 的条件下测定 30ug/mL 钢标准系列的吸光度。试验表明: 盐酸介质对钢有较强的抑制作用, 硫酸介质对钢的吸光度产生正干扰, 而 0% 到 15% 的硝酸中, 钢标准溶液吸光度变化不大, 为避免高浓度的酸对仪器造成腐蚀, 故选择 5% 的硝酸介质。

3.3 单元素干扰的试验

3.3.1 铅的干扰

称取不同量铅 ($\geq 99.99\%$) 加入已知浓度钢标准溶液, 加盖表皿。以 10mL 稀硝酸溶液溶解, 蒸至近干冷却, 加入 25mL 硝酸, 以少量水吹洗杯壁, 低温加热溶解, 冷却, 转入 500mL 容量瓶中, 以水定容。按设定条件测定。结果见下表 2。

表 2 铅干扰试验

加入铅量 (mg)	0	40	80	120	160
In 浓度	测得吸光度值				
40 (ug/mL)	0.081	0.082	0.081	0.081	0.081
60 (ug/mL)	0.119	0.0118	0.120	0.119	0.118

从上表可以看出, 大量铅的存在不干扰钢的测定。

3.3.2 铜的干扰

称取不同量铜(≥99.99%)加入已知浓度钢标准溶液, 加盖表皿。以硝酸 10mL 溶解, 低温蒸干, 加入 25mL 硝酸, 以少量水吹洗杯壁, 低温加热溶解, 冷却, 转入 100mL 容量瓶中, 以水定容。按设定条件测定。结果见下表 3。

表 3 铜干扰试验

加入铜量 (mg)	0	40	80	120	160
In 浓度	测得吸光度值				
40 (μg/mL)	0.081	0.082	0.082	0.081	0.081
60 (μg/mL)	0.119	0.0118	0.117	0.119	0.118

从上表可以看出, 铜含量 60 (μ g/mL) 以下对钢的测定无干扰。

3.3.3 锡的干扰试验

往 40ug/mL 的钢标准中加入不同的锡量, 在设定条件下测定。结果见下表 4。

表 4 锡干扰试验

	锡的加入量 (mg)					
	0	100	300	500	700	1000
钢 (μg/mL)	测得浓度值 (μg/mL)					
40	40.001	39.12	39.00	38.21	37.52	35.00

从表中试验数据中可以看出: 锡对钢的测定结果有一定的影响, 产生负干扰。

3.3.4 锡的干扰排除试验:

称取 0.2000mg 锡(≥99.99%)加入不同浓度钢标准液, 加盖表皿。以 15mL 盐酸溶解, 加入 1mL 硫酸, 按表 5 的方式排锡。加热至白烟冒尽后, 冷却, 加入 3mL 硝酸, 以少量水吹洗杯壁, 低温加热溶解盐类, 冷却, 以水转入 50mL

容量瓶中, 定容摇匀。结果见下表 5。

表 5 锡的干扰及排除

加入钢量 (μg)	排锡方式及检测结果	
	不加硫酸 5mLHCl-HBr	H ₂ SO ₄ 1mL 5mLHCl-HBr
2000	1800	1995
3000	2552	2960

从上表可以看出, 不加入硫酸, HCl-HBr 排锡时高含量 In 会损失, 加入少量硫酸, HCl-HBr 可以排除锡的扰, 钢不挥发损失。

3.4 加标回收试验

称取相同的试样, 加入不同钢标准后按分析方法溶样, 测定钢含量, 结果见下表 6。

表 6 加标回收试验

试样编号	称样量 /g	试样含钢量 /mg	加入钢量 /mg	测得钢量 /mg	回收率 %
1	0.2000	17.5	25.0	42.01	99.94
2	0.2000	18.0	20.0	37.64	98
3	0.2000	18.2	15.0	33.35	100.8
4	0.2000	17.8	20.0	38.68	104.9

以上数据看出, 此法回收率在 98%~104% 之间。

4 结论

使用火焰原子吸收光谱法测定湿法冶炼渣中高含量的钢, 与传统化学法相比, 分析速度快, 提高了分析效率, 降低了劳动强度, 结果准确度能满足生产要求。

参考文献:

[1] 徐红江,路斌,董巧龙,丁广宇.真空蒸馏脱除粗钢中锡的试验研究[J].有色矿冶,2007,23(5):31-33.

(上接第 133 页)用,实现了抗阻匹配措施的有效应用。经过对皮带运输机长达一年的应用,发现该系统的应用,要比原有的故障检测方法具有更高的可靠性,工作人员只需要在监控室当中就能对皮带运输机的运行工况加以了解,且系统反馈数据真实、准确,应用期间出现的故障问题,均准确检出,使得故障问题得到了有效的处理,降低了故障问题对生产活动的影响^[3]。

4 结语

综上所述,在皮带运输机当中应用故障检测系统,能够使皮带运输机运行期间的故障问题被及时的发现和解决,这对于皮带运输机的安全稳定运行具有非常积极的作用,因此,相关企业应该对该系统保持高度的重视,要结合实

际对其加强研究与应用,以此来保证煤矿生产活动的顺利开展。

参考文献:

[1] 王伟宁,李林平.皮带运输机故障检测系统的研究和应用[J].中国矿业,2018,15(09):61-63.
[2] 田彬彬.皮带运输机故障检测系统的研究和应用[J].内燃机与配件,2019,281(05):140-141.
[3] 武文强.关于皮带运输机故障检测系统的研究和应用[J].中国科技博览,2017,35(42):366-366.

作者简介:

郭波(1993-),男,山西阳泉人,本科,毕业于山西工程技术学院,机电助理工程师。