

锌原矿化学分析与测定要点探讨

Discussion on chemical

analysis and determination of zinc ore

梁博文 (广西玉林市科技开发实验中心, 广西 玉林 537000)

Liang bowen (Yulin science and Technology Development Experimental Center, Guangxi Yulin 537000)

摘要: 我国是锌矿石进口和锌金属生产的大国, 其锌广泛应用于医疗、航天、工业及汽车和造船等行业。基于此, 本文基于乙二胺四乙酸二钠滴定法解析锌原矿的化学分析与测定方法, 并基于规范法对我国某次进口的锌原矿物进行了展开锌的含量测定, 其所得结果精确度较高。

关键词: 锌矿石; 乙二胺四乙酸二钠; 化学分析法; 含量测定

Abstract: China is a big country of zinc ore import and zinc metal production, and its zinc is widely used in medical, aerospace, industry, automobile, shipbuilding and other industries. Based on this, this paper analyzes the chemical analysis and determination method of zinc ore based on EDTA disodium titration, and carries out the determination of zinc content in an imported zinc ore based on the standard method, and the results are accurate.

Key words: zinc ore; Ethylenediamine tetraacetic acid disodium salt; Chemical analysis method; Content determination

0 引言

锌是重要的有色金属原材料, 目前, 锌在有色金属的消费中仅次于铜和铝。锌金属具有良好的压延性、耐磨性和抗腐性, 能与多种金属混合制成物理与化学性能更加优良的合金。因市场对锌金属的高需求, 在近年来许多学者均对其的提炼进行了相关的研究, 例如, 陆丽飞等人^[1]基于化学分析法对锌原矿中的锌含量进行了测定; 刘忠新^[2]基于采用锌矿物采用电感耦合等离子原子发射光谱法对锌精矿的主要成分进行了测定, 为锌精矿中的各成分含量进行分析; 李德军等人^[3]基于我国2016年-2019年间进口的铜铅锌原矿物质中的有毒有害物质含量进行测定, 并对其中的部分锌和铜矿物质进行了进一步回收利用; 朱莹^[4]基于电感耦合等离子体发射光谱法对锌精矿中的各成分进行了测定, 其所得结果较为理想; 刘彻^[5]对某三类锌的物相和物理化学特性进行研究, 并基于此提出了“水-醋酸”进行的物相分离新体系。

随着对锌原矿物质的深入研究, 涌现出了许多对锌含量的测定方法, 而针对现有的研究大多是偏向于对某一试验的过程进行阐述。为此, 本文试图基于沉淀分离乙二胺四乙酸二钠滴定法与萃取分离乙二胺四乙酸二钠滴定法对测定锌的含量进行探讨其各要点。

1 锌的化学性质与化学分析法

1.1 锌的化学与物理性质

锌的化学符号为 Zn, 一种白色略带蓝灰色金属, 具有金属光泽, 在自然界中多以硫化物状态存在, 常温下

的锌较硬且具有脆性, 其在加热至 100—150℃时变得具有延展性, 易于弯曲碾压成薄片。锌的化学性质活泼, 在常温下的空气中, 表面生成一层薄而致密的碱式碳酸锌膜, 可阻止进一步氧化, 当对其加热达到 225℃后, 锌氧化激烈; 燃烧时, 发出蓝绿色火焰; 锌易溶于酸, 也易从溶液中置换金、银、铜等。

1.2 锌的化学分析法

化学分析法在锌的提取应用较电感耦合等离子原子发射光谱法较为传统, 在以往对锌含量的测定试验分析中经常运用到。其锌的化学分析法原理是按照锌自身固有的化学与物理性质所进行的化学反应对物质详细的分析方法, 同时该方法主要针对对矿物质成本中锌的相对含量在 1% 以上的化学物质。针对现有的锌含量测定研究而言, 锌化学分析法使用历史悠久, 其测定精度并不亚于电感耦合等离子原子发射光谱法与红外吸收法的测定结果精度。

2. 基于沉淀分离乙二胺四乙酸二钠滴定法测定锌含量

2.1 测定方法的理论依据

沉淀分离法主要原理是主要通过硝酸、盐酸等酸性的溶液试剂将原料中的锌原矿进行溶解, 以沉淀分离出锌、铁、铜和铝等混合性的杂物, 紧接着在滤液中滴入掩蔽剂 (通常为抗坏血酸) 屏蔽干扰元素, 其次是使用在乙酸-乙酸钠缓冲剂中滴入二甲酚橙作为指示剂, 并对其溶液进行测定锌与镉的总量, 最后再除去镉的含量,

即可得出锌的含量。

2.2 案例分析

我国在某批次进口的锌原矿石原料中,因含有较多的镉、铅和铜等矿物杂质元素,为了掌握该批次进口矿物中锌的大致含量,对其进行抽取样品进行测定样品中的锌含量。

2.3 试验步骤与试验过程

沉淀分离乙二胺四乙酸二钠滴定法测定锌含量的试验可大致分出如下的过程:①称量样品的质量,并将其质量控制在 0.2g~0.001g 之间进行独立地两次成立,最后取平均值;②称量好的样品放入烧杯中,并加入适量的清水以湿润样品;③紧跟着加入 10mL 盐酸至清水与样品原料的混合液中,并加盖表皿,静待 5~10min 将硫化氢散除去后再加入 5mL 硝酸溶液使样品完全溶解,再去除表皿;④在上述的混合溶液中再加入 5mL 的硫酸溶液,并对混合液进行加热至湿盐状后,取下在常温下进行冷却(注:若样品碳含量较高,在混合液加热冒白烟时即可取下冷却);⑤对冷却后的混合液加入 20mL 的硫酸,再继续加热使其分解出盐类的物质,再停止加热并于常温下冷却,待完全冷却后再进行清水清洗烧杯壁和表皿,将混合液稀释至 60mL 左右;⑥将备好的 4g 氯化铵和 5mL 硫酸铵溶液加入上述 600mL 的稀释液中,再注入氨水至溶液中进行中和并加热 1~2min,并保持余热用滤纸过滤出的溶液用于洗涤烧杯与沉淀物,将得到的洗涤溶液再次倒入回原烧杯中,并加入盐酸进行溶解,此过程多次重复,最后将溶液加热至完全析出水分;⑦最后向整体的混合液加入 0.2g 抗坏血酸,并结合氨水与盐酸调节溶液,当溶液呈红色时加入 10mL 硫代硫酸钠溶液,5mL 氯化钾溶液,20mL 乙酸-乙酸钠溶液,最后滴入二甲指示剂,最后用乙二胺四乙酸二钠(EDTA-2Na)标准滴定溶液,此时溶液呈黄色即刻停止试验。

最后,根据上述实验的过程可按下列(1)式求出原矿物中锌的含量:

$$Zn(\%) = \frac{F(V_3 - V_2)}{m_0} \times 100 - Cd\% \times 0.5816 \quad (1)$$

上式中:F-EDTA-2Na 标准滴定溶液对锌的滴定系数, g/mL; V_3 -溶液消耗 Na_2EDTA 标准滴定溶液的体积(mL); V_2 -空白试验消耗 EDTA-2Na 标准滴定溶液的体积(mL); m_0 -样品的质量(g); 0.5816-镉量换算为锌量的系数; Cd%-按照 GB/T8151.8 测得的镉百分比。

3 基于萃取分离乙二胺四乙酸二钠滴定法测定锌含量

3.1 测定理论依据

萃取分离乙二胺四乙酸二钠滴定法测定锌含量的基本原理,使用液溴与硝酸溶液溶解原矿物质,并基于甲基异戊酮萃取锌矿物,使其与别的杂质进行分离,再滴入碘离子隐蔽其镉的含量,最后使用乙二胺四乙酸二钠滴定锌的含量。

3.2 试验过程

称取 0.2~0.5 g 试样于 250 mL 烧杯中,加溴氢酸 2 mL,盖上表面皿,加热至刚冒烟,取下加入 5 mL 盐酸,5 mL 硝酸,继续加热分解至 1~2mL,用水吹洗表面皿及杯壁(体积控制在 20mL 左右)加入 10mL 20% 氯化铵溶液,加热使盐类溶解,加 15 mL 氨水,5~10mL 20% 氟化钾溶液,微热 2min,冷至室温,加 0.5~1mL 过氧化氢,摇匀,放置至反应平静为止,再补加 10 mL 氨水,移入 100 mL 容量瓶中,以水定容,用普通滤纸干过滤。用 25 mL 容量瓶接取滤液至刻度,转入 250 mL 烧杯中,在低温下加热驱尽氨后吹少许水,加入 0.5g 硫代硫酸钠、0.5g 硫氰酸钾、0.1g 硫脲、0.2g 抗坏血酸等掩蔽剂,加 1~2 滴二甲酚橙指示剂。用盐酸(1+1)及氨水(1+1)调至溶液出现橙色(pH=3~3.5),加入 10 mL 缓冲溶液,用 EDTA-2Na 标准溶液滴定至溶液呈现亮黄色为终点。(注:①当含硅高的试样分解时,可以加 0.2~0.5g 氟化铵;②含锰高的试样,要适当多加过氧化氢,直至溶液无激烈反应为止。)平时操作程序:称好试样,首先加氟化氢铵 2~5 mL,加 10 mL 盐酸溶解再加硝酸、溴氢酸,继续加热分解矿样到 1~2 mL。以上试验操作,可按(2)式求取锌的原矿物质百分含量:

$$Zn(\%) = \frac{F(V_4 - V_0)}{m_0} \times 100 \quad (2)$$

式中的各符号意义:F-EDTA-2Na 标准滴定溶液对锌的滴定系数, g/mL; V_4 -溶液消耗 EDTA-2Na 标准滴定溶液的体积(mL); V_0 -空白试验消耗 Na_2EDTA 标准滴定溶液的体积(mL); m_0 -样品的质量(g)。

4 结束语

本研究基于规范法对锌原矿化学分析与测定进行简要的探讨,通过对某批次进口的原矿物锌的含量测定试验,其所得结果具有相当的准确性,因此针对原矿物中锌含量的测定规范法具有一定的实用性和试验操作简便,值得推广。

参考文献:

- [1] 陆丽飞,张凤玲. 锌原矿化学分析方法锌量的测定[J]. 中国化工贸易,2014,22(033):99-99.
- [2] 刘忠新. 锌精矿的化学分析及测定[J]. 化工设计通讯,2018,44(012):143-144.
- [3] 李德军,王伟,曹静,等. 进口铜铅锌原矿化学成分分析与研究[J]. 冶金与材料,2019,20(5):7-9.
- [4] 朱莹. 浅谈锌精矿化学分析与测定[J]. 低碳世界,2015,6(022):140-141.
- [5] 刘彻. 铅锌混合精矿中锌物相分析研究[D]. 中南大学.
- [6] YS/T461.1-2013,混合铅锌精矿化学分析方法第1部分:铅量与锌量的测定沉淀分离 Na_2EDTA 法[S]. 中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局,2013.

作者简介:

梁博文(1983-),男,本科,化学工程与技术工程师,研究方向:矿物、肥料、土壤分析。