

分 析

25 比色法连续测定磷矿石中铁、铝的含量

潘 旭

(江西贵溪化肥厂,江西 贵溪 335424)

[摘要] 介绍用比色法连续测定磷矿石中铁、铝含量。试样经浓硫酸分解后,在一定酸度条件下,试液中的 Fe^{3+} 和 Al^{3+} 与 7-碘-8-羟基喹啉-5-磺酸反应,生成金属-有机配位络合物。分别在 365 nm 和 590 nm 的波长下进行比色,测定磷矿中铁、铝的含量。本方法有较高的准确度,具有简便、快速、连续测定的优点。

[关键词] 磷矿石;铁;铝;比色法;连续测定

[中图分类号] TQ 075 [文献标识码] B [文章编号] 1007-6220(1999)06-0062-02

国标《GB1868-1881-80》中,磷矿石中铁、铝含量的测定方法均为化学分析法。1995 年对国标修改后的送审稿中又增加了分光光度法,采用邻菲罗啉分光光度法测铁,铬天青 S 分光光度法测铝。

用试铁灵 [7-碘-8-羟基喹啉-5-磺酸 ($\text{C}_9\text{H}_6\text{O}_4\text{NIS}$)] 作显色剂,在波长为 365 nm 和 590 nm 下进行比色,可以连续测定磷矿石中铁、铝的含量。该方法准确度高,操作简便快速,优于化学法,测定标样结果与国标法测定的结果一致。

1 实验部分

1.1 实验方法

在一定酸度条件下,试液中的 Fe^{3+} 和 Al^{3+} 与试铁灵反应,生成金属-有机配合物,用试剂作参比在同一比色皿中,分别测定其吸光度。在 365 nm 处测得的吸光度代表铁、铝的含量;在 590 nm 处测得的吸光度代表铁的含量。

1.2 主要设备与试剂

(1) 751 型分光光度计(工作波长的范围为 320~1 000 nm)。

(2) 显色剂 试铁灵溶液

将 200 mg 试铁灵充分溶解于 200 ml 蒸馏水中,过滤,得滤液,在滤液中加入 2.5 ml 浓硝酸和 2.5 ml 浓盐酸,定容 250 ml,混匀,避光保存。

(3) 缓冲溶液

将 400 g 乙酸铵溶于 500 ml 水中,加入 136 ml 乙酸,稀释至 1 000 ml,混匀。

(4) 2%的氢氧化钠溶液

(5) 混酸溶液

将 10 ml 浓硝酸和 5 ml 浓盐酸混合,并稀释至 250 ml,混匀。

(6) 铁标准溶液(0.1 mg(Fe^{3+})/ml)

准确称取 $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ 0.7234 g,溶于少量水中,移入 1 000 ml 容量瓶中,加入约 30 ml 浓硝酸,用水稀释至刻度,混匀。

(7) 铝标准溶液(0.1 mg(Al^{3+})/ml)

准确称取 $\text{Al}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ 1.3903 g,溶于少量水中,移入 1 000 ml 容量瓶中,加入约 30 ml 浓硝酸,用水稀释至刻度,混匀。

1.3 标准曲线的绘制

共需要绘制 3 条标准工作曲线,分别为:

(1) 在波长为 365 nm 处,铁标准溶液质量浓度($\mu\text{g}/100\text{ml}$)以其对应的吸光度绘制的标准曲线。

吸取 50 ml 0.1 mg(Fe^{3+})/ml 的铁标准溶液于 1 000 ml 容量瓶中,稀释至 1 000 ml,混匀。得 5 μg (Fe^{3+})/ml 的铁标准溶液。

分别准确量取 0.00, 2.50, 5.00, 10.00, 15.00, 20.00 ml 5 μg (Fe^{3+})/ml 的铁标准溶液于 100 ml 容量瓶中,加入约 30 ml 蒸馏水,2 ml 混酸溶液和 2 ml 2%的氢氧化钠溶液,充分混匀。准确加入 10 ml 试铁灵溶液,再加入 25 ml 缓冲溶液,定容,混匀,15 min 以后进行比色。

用 751 型分光光度计,在波长为 365 nm 处,用 4 cm 厚的比色皿,以试剂为参比,测定标准系列的吸光度。得第一条标准曲线。

(2) 在波长为 590 nm 处,铁标准溶液质量浓度($\mu\text{g}/100\text{ml}$)以其对应的吸光度绘制的标准工作曲线。

[收稿日期] 1998-12-14

[作者简介] 潘旭(1964-),男,浙江湖州人,工程师。

操作步骤与第一条标准曲线的步骤相同,只需在比色时将波长从 365 nm 调到 590 nm 处即可。

(3) 波长为 365 nm, 铝标准溶液质量浓度 ($\mu\text{g}/100\text{ ml}$) 以其对应的吸光度绘制的标准曲线。

吸取 50 ml 0.1 mg(Al^{3+})/ml 的铝标准溶液于 1 000 ml 容量瓶中, 稀释至 1 000 ml, 混匀, 得 5 μg (Al^{3+})/ml 的铝标准溶液。以下操作步骤与第一条标准曲线的操作步骤相同。

1.4 样品分析

准确称取约 1 g 的磷矿样品于 600 ml 高型烧杯中, 加入几滴水 and 5 ml 浓硝酸使之充分湿润, 再缓缓加入 10 ml 浓硫酸, 慢慢摇匀, 在电热板上加热, 直到有白色烟雾冒出, 继续加热维持 10~15 min 后, 取下冷却。加入 1:1 的盐酸溶液 20 ml 和约 250 ml 的蒸馏水, 加热煮沸, 微沸 30 min 使硫酸盐充分溶解。冷却, 定容 500 ml, 混匀, 干过滤。准确吸取 50 ml 滤液于 250 ml 容量瓶中, 稀释至刻度, 混匀。

从 250 ml 容量瓶中准确吸取 10 ml 样液于 100 ml 容量瓶中, 加入约 30 ml 蒸馏水、2 ml 混酸溶液、2 ml 2% 的氢氧化钠, 充分混匀, 振荡, 准确加入 10 ml 试铁灵溶液后, 再加入 25 ml 缓冲溶液, 定容、混匀, 15 min 以后进行比色。

用 751 型分光光度计, 在波长为 590 nm, 用 4 cm 厚的比色皿, 以试剂作参比, 测定其吸光度, 得铁的含量。在波长为 365 nm 处, 用同一比色皿, 同一参比, 测定其吸光度, 得铁、铝的含量。

1.5 结果计算

$$w(\text{Fe}) = \frac{a \cdot A \cdot \frac{250}{10} \cdot \frac{500}{50}}{G \cdot 1000 \cdot 1000} \cdot 100\%$$

式中 a ——波长为 590 nm 处, 每单位吸光度所表示铁的量, μg ;

A ——样液在波长为 590 nm 处, 所测得的吸光度;

G ——试样质量, g。

$$w(\text{Al}) = \frac{C(B - \frac{a}{b}A) \cdot \frac{250}{10} \cdot \frac{500}{50}}{G \cdot 1000 \cdot 1000} \cdot 100\%$$

式中 A ——样液在波长为 590 nm 处, 所测得的吸光度;

B ——样液在波长为 365 nm 处, 所测得的吸光度;

a ——波长为 590 nm 处, 每单位吸光度所表示铁的量, μg ;

b ——波长为 365 nm 处, 每单位吸光度所表示铁的量, μg ;

C ——波长为 365 nm 处, 每单位吸光度所表示铝的量, μg ;

G ——试样质量, g。

$$w(\text{Fe}_2\text{O}_3)\% = 1.4297 \cdot w(\text{Fe})\%$$

$$w(\text{Al}_2\text{O}_3)\% = 1.8895 \cdot w(\text{Al})\%$$

2 结果与讨论

2.1 结果

2.1.1 方法精密度的实验

同一批样品平行测定 10 次, 平均值 $w(\text{Fe}_2\text{O}_3) = 1.35\%$, $w(\text{Al}_2\text{O}_3) = 1.06\%$; 标准偏差 $w(\text{Fe}_2\text{O}_3) = 0.013\%$, $w(\text{Al}_2\text{O}_3) = 0.008\%$; 相对标准偏差 $w(\text{Fe}_2\text{O}_3) = 0.99\%$, $w(\text{Al}_2\text{O}_3) = 0.77\%$ 。

2.1.2 方法准确度实验

用本方法与国标法同时测定 5 批标准样品, 结果见表 1。国标法采用《GB 1868-1881-80》中“EDTA 滴定分析法测铁”, “磷酸铝分离—EDTA 滴定分析法测铝”。

实验结果表明, 本方法有较高的精密度和准确度, 能满足磷矿石中铁、铝的测定要求, 具有简便、快速、连续测定等优点。

表 1 本方法与国标法测定结果对比 %

样品 编号	本方法测定结果		国标法测定结果		标 样 值	
	$w(\text{Fe}_2\text{O}_3)$	$w(\text{Al}_2\text{O}_3)$	$w(\text{Fe}_2\text{O}_3)$	$w(\text{Al}_2\text{O}_3)$	$w(\text{Fe}_2\text{O}_3)$	$w(\text{Al}_2\text{O}_3)$
1	0.96	1.00	0.96	0.99	0.96	1.00
2	1.31	1.08	1.34	1.08	1.32	1.07
3	1.08	1.06	1.09	1.05	1.08	1.07
4	0.94	1.35	0.95	1.33	0.94	1.34
5	0.93	1.10	0.93	1.11	0.93	1.10

2.2 讨论

2.2.1 关于显色剂的配制

试铁灵是微溶于水的物质, 为了使其能充分溶解, 可以使用磁力搅拌器, 搅拌 30 min 后, 再进行过滤。加入酸后, 定容, 混匀。配成的显色剂保存期为 10 天。

2.2.2 铝标准溶液的配制

当使用金属铝配制铝标准溶液时, 应注意先用稀盐酸除去其表面的氧化物才能得到纯铝。纯铝可以用酸溶, 也可用碱溶。通常用氢氧化钠溶液溶解, 得到铝酸钠, 再加入酸, 即得到含铝离子的溶液。

2.2.3 杂质离子的影响

磷矿中存在大量的铁、铝、钙、镁等金属离子, 试铁灵可以与大多数金属离子发生配位反应。磷矿石样品最常见的处理方法是氢氧化钠熔融的碱熔法和用王水溶解的酸溶法。我们通过用浓硫酸来处理样品, 然后再控制溶液的 pH 值来达到消除干扰的目的。与显色剂反应的铁应为三价铁, 若有二价铁, 在溶解振荡混合时已氧化为三价铁, 对测定结果没有影响。