

Determination of Micro and Trace Cobalt in Ferromanganese Slag by Flame Atomic Absorption Spectrometry

Xianbin Liu, Zhenquan Chu, Jiqiang Zhang, Hai Yuan

Jiaocheng Yiwang Ferroalloy Co., Ltd., Jiaocheng Shanxi
Email: LXB3385@126.com

Received: May 30th, 2017; accepted: Jun. 26th, 2017; published: Jun. 29th, 2017

Abstract

Through the research of the chemical composition and nature of ferromanganese slag, the method of cobalt by the flame atomic absorption spectrometry was determined. Through the research, we found out the sample decomposition method, the best optimal medium and acidity, the interference of coexisting ions, etc. In the process of decomposition, sample was decomposed completely by adding hydrofluoric acid to reaction with silicon to generate SiF₄ which was removed by perchloric acid smoking, so the interference of silicon on the determination of cobalt was eliminated completely. Calcium, magnesium and aluminum didn't affect the determination of cobalt. Experimental results showed that the detection limit was 0.0078 mg/L, the relative standard deviation was between 0.34%~2.14%, the recovery rate was in the range of 97.8%~101.4%, and the analysis results was good. Successfully, the method has been applied in the analysis of cobalt in ferromanganese slag, and is to declare the industry standard.

Keywords

Ferromanganese Slag, Flame Atomic Absorption Spectrophotometry, Cobalt, Element Interference

火焰原子吸收光谱法测定锰铁炉渣中微、痕量钴

刘宪彬, 褚振全, 张吉强, 原海

交城义望铁合金有限责任公司, 山西 交城
Email: LXB3385@126.com

收稿日期: 2017年5月30日; 录用日期: 2017年6月26日; 发布日期: 2017年6月29日

摘要

通过对锰铁炉渣的化学组成和性质的研究, 确定了以火焰原子吸收光谱法测定钴的实验方法。通过研究,

找出了样品分解方法、最佳测定介质和酸度、共存离子的干扰情况等。样品分解过程中加入氢氟酸与二氧化硅生成四氟化硅，经高氯酸冒烟除去，即可达到完全分解，同时消除硅的干扰。锰、钙、镁、铝等含量较高的基体对钴的测定没有干扰。实验表明，方法的检出限为0.0078 mg/L，相对标准偏差处于0.34%~2.14%之间，回收率在97.8%~101.4%范围内，满足分析要求。该方法已成功应用于锰铁炉渣中钴的分析，并正在申报行业标准。

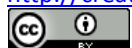
关键词

锰铁炉渣，火焰原子吸收光谱法，钴，元素干扰

Copyright © 2017 by authors and Hans Publishers Inc.

This work is licensed under the Creative Commons Attribution International License (CC BY).

<http://creativecommons.org/licenses/by/4.0/>



Open Access

1. 引言

近几十年来，锰铁的冶炼工艺在中国的发展突飞猛进，这在促进中国经济发展的同时，也产生了大量的炉渣，这些炉渣的排放对环境的影响不可低估。为了消化锰铁炉渣，在减少其对环境污染的同时，加以合理利用，以锰铁炉渣生产渣棉在国内悄然兴盛起来。渣棉是一种隔热性好、环保阻燃、强度较大的新型材料，已迅速而广泛地被应用于制作某些特殊用途的玻璃制品、凝胶材料，以及空心砖、保温板、耐火板、阻燃服等环保、阻燃、保温产品。炉渣中钴的含量高低直接决定着这些产品的质量。但至今为止，专门针对锰铁炉渣中钴的分析方法尚无统一的标准可循，各实验室的分析方法五花八门，鱼龙混杂，分析准确度也是良莠不齐。为此，我们对火焰原子吸收光谱法分析锰铁炉渣中的钴进行了研究。

用于分析钴的常用方法主要有 5-Cl-PADAB 分光光度法等化学分析法[1] [2] [3] [4]、ICP-AES 法[5]。前者速度太慢，且对于更为低含量钴的分析不易控制；后者仪器资金投入太高，不适用于中小企业的应。而火焰原子吸收光谱法[6] [7]既可以用于低含量钴的分析，又可以降低分析成本，值得进行深入的研究。本文通过研究，有效地解决了火焰原子吸收光谱法分析锰铁炉渣中钴的一系列问题，并使其初步应用于生产实践。

2. 实验部分

2.1. 主要仪器和试剂

TAS-990 super AFG 型原子吸收分光光度计，附钴空心阴极灯。

钴标准溶液(GSB G 62021-90): 1000 μg/mL; 其他试剂均为分析纯，水为二次蒸馏水。

2.2. 仪器工作条件

以 50 μg/mL 的钴标准溶液进行实验确定仪器的最佳工作条件，结果见表 1。

Table 1. Working conditions of the instrument

表 1. 仪器工作条件

波长(nm)	灯电流(mA)	光谱通带(nm)	空气流(Mpa)	乙炔流量(L/min)	燃烧器高度(mm)
Wavelength	Lamp current	Width of spectral band	Pressure of aie	Flow capacity of acetylene	Height of burner
240.7	4.0	0.2	0.26	1.7	9.0

2.3. 样品制备

样品需以震动研磨粉碎机研磨至细度 150 目以上。

2.4. 试验方法

称取 0.1000 g 样品于 250 mL 的聚四氟乙烯烧杯中，加入 20 mL 盐硝混酸(12 + 5)，3 mL~5 mL 氢氟酸，加热分解后，加入 3 mL 高氯酸，加热冒高氯酸烟至近干，稍冷，加入 20 mL 水、5 mL 盐酸(1 + 1)溶解盐类，定容于 100 mL 容量瓶中，混匀。

含钴 0.010%~0.20%的试液，直接测定吸光度；含钴 0.20%~0.50%的试液稀释 2.5 倍，调整 2.5%的盐酸酸度后，再测定吸光度。两者均以试剂空白溶液调零。

2.5. 校准曲线的绘制

分别移取 0.00 mL、0.50 mL、2.00 mL、4.00 mL、6.00 mL、8.00 mL、10.00 mL 钴标准溶液(20 $\mu\text{g/mL}$)于一组 100 mL 容量瓶中，各加入 5 mL 盐酸(1 + 1)，以水稀释至刻度，混匀，配制系列标准溶液，以钴标准溶液加入量为零的测量标准溶液调零，测定吸光度，绘制吸光度~百分含量校准曲线。

3. 结果与讨论

3.1. 样品分解方法的确定

样品以盐硝混酸(12 + 5)分解，加入 3 mL~5 mL 氢氟酸，使样品中二氧化硅形成四氟化硅，经高氯酸冒烟除去。冒烟至近干后，加入盐酸(1 + 1)溶解盐类，可以达到很好的分解效果。

3.2. 试液介质的确定

分别以高氯酸、盐酸、硝酸作为溶液介质，测定不同酸度时样品的吸光度，见表 2。结果表明，在不同浓度的三种介质溶液中，所测得的钴的吸光度基本一致。但由于高氯酸和硝酸属于氧化性酸，对原子吸收仪燃烧头存在一定的腐蚀作用，因此选择在 2.5%的盐酸介质中进行的测定。

3.3. 共存离子的干扰及消除

在锰铁炉渣主要组分中，锰含量在 5%以下，二氧化硅含量在 30%~50%，氧化钙含量在 30%~45%，氧化镁含量在 15%以下，三氧化二铝含量在 10%以下。对上述元素的干扰情况进行了研究，结果表明，锰、氧化钙、氧化镁、三氧化二铝对钴的测定没有干扰。二氧化硅在加入氢氟酸并经高氯酸冒烟除去后，残留部分在 1%以下，不再干扰测定。

3.4. 标准曲线及其线性范围

钴的标准曲线在 0~2.0 mg/L 含量段满足线性范围的要求，标准曲线具体情况见表 3。

3.5. 检出限

将仪器调至最佳状态，以空白溶液 11 次浓度测定值标准偏差的 3 倍所对应的浓度作为检出限，实验结果为 0.0078 mg/L。

4. 样品测定

对几个有代表性的锰铁炉渣样品进行了回收率和精密度实验(见表 4)，并选择青岛中科联实验室技术

Table 2. Absorbance under different media and acidity
表 2. 不同介质和酸度时的吸光度

介质浓度 Concentration of media	盐酸 HCl acid	硝酸 HNO ₃ acid	高氯酸 HClO ₄ acid
0.5%	0.173	0.171	0.172
2.5%	0.172	0.172	0.171
5.0%	0.173	0.172	0.172

Table 3. Linear range of calibration curve
表 3. 校准曲线的线性范围

回归方程 Regression equation	线性范围 (μg/mL) Linear range	相关系数 Correlation coefficient
$y = 0.095x + 0.003$	0~2	0.9998

Table 4. Recovery and precision
表 4. 回收率和精密度

样品 Sample	测的均值(w%, n = 11) Average found	加入量(%) Added	总测得值(%) Total found	回收率(%) Recovery	相对标准偏差(%) RSD
1	0.0092	0.100	0.1090	97.83	1.41
2	0.0286	0.100	0.129	101.40	0.53
3	0.0668	0.400	0.466	98.80	2.14
4	0.101	0.100	0.200	99.01	0.34

Table 5. Accuracy contrast
表 5. 准确度对比

样品 Sample	本方法			ICP-AES 法 测得均值 (w%, n = 11) ICP-AES Method average found
	本实验室 测得均值 (w%, n = 11) Our Laboratory average found	青岛中科联实验室 测得均值 (w%, n = 11) Qingdao Laboratory Technology Service Co., LTD average found	内蒙古永盛铁合金 测得均值 (w%, n = 11) Neimenggu Yongsheng Ferroalloy Co., LTD average found	
1	0.0092	0.0089	0.0094	0.0091
2	0.0286	0.0282	0.0291	0.0296
3	0.0668	0.0673	0.0660	0.0658
4	0.101	0.108	0.097	0.106

服务有限公司、内蒙古永盛铁合金有限责任公司等实验室各进行了 11 次验证分析, 同时以电感耦合等离子体光谱法进行准确度对比, 统计数据(见表 5)表明, 方法的精密度较好, 回收率在 97.8%~101.4% 范围内, 相对标准偏差处于 0.34%~2.14% 之间, 各种分析数据基本一致。

参考文献 (References)

- [1] 马文瑾, 郭满栋. 痕量钴的分析[J]. 理化检验: 化学分, 1999(6): 284-288.
- [2] 高筠. 分光光度法测定微量钴[J]. 河北理工学院学报, 2001(2): 68-75.
- [3] 贾生华, 章竹君. 矿石中痕量钴的化学发光分析[J]. 冶金分析, 1984, 4(6): 1-1.

- [4] Majcen, N. (2005) *Validation in Chemical Measurement*. Springer, Berlin, 2-6.
- [5] 崔凌高. ICP-AES 法测定钴基合金中各元素的实验研究[J]. 装备制造技术, 2007(8): 27-28.
- [6] 丁怡鸣. 原子吸收光谱分析仪简介[J]. 西北地质, 2010(2): 43-45.
- [7] 陈静. 火焰原子吸收分光光度法测定土壤中痕量钴[J]. 现代农业科技, 2011(11): 11-12.

期刊投稿者将享受如下服务:

1. 投稿前咨询服务 (QQ、微信、邮箱皆可)
2. 为您匹配最合适的期刊
3. 24 小时以内解答您的所有疑问
4. 友好的在线投稿界面
5. 专业的同行评审
6. 知网检索
7. 全网络覆盖式推广您的研究

投稿请点击: <http://www.hanspub.org/Submission.aspx>

期刊邮箱: meng@hanspub.org