

Spectrophotometric Analysis of Iron Content in Manganese Ore

Shuanglin Yu^{1,2*}, Shoubiao Huang^{1,2}, Ni Wu^{1,2}, Chunbi Li^{1,2}, Zhuowei Meng^{1,2}, Jianming Zeng³

¹Baise Quality Inspection and Testing Institute, Baise Guangxi

²The National Center of Supervision and Testing on Aluminum Metal Product Quality, Baise Guangxi

³College of Resources, Environment and Materials, Guangxi University, Nanning Guangxi

Email: *773869521@qq.com

Received: Oct. 31st, 2019; accepted: Nov. 13th, 2019; published: Nov. 20th, 2019

Abstract

In this paper, the content of total iron which is more than 3% in manganese ore is analyzed by spectrophotometry. According to the principle of ultraviolet absorption spectrum, the content of iron in manganese ore is determined directly at 510 nm wavelength. Firstly, the regression equation and linear relation of iron standard curve are obtained, and using standard sample of manganese ore to calculate the precision, recovery and relative deviation, through the regression equation and linear relation of iron and the recovery rate of manganese ore, the manganese ore whose iron content is more than 3% is finally determined. The results show that this method can directly determine iron content in manganese ore. At the same time, this method is simple, convenient and accurate. It is of great significance for subsequent detection of iron content in manganese ore.

Keywords

Spectrophotometry, Manganese Ore, Iron Content

分光光度法对锰矿中铁含量分析的研究

俞双林^{1,2*}, 黄寿标^{1,2}, 吴妮^{1,2}, 李春碧^{1,2}, 蒙卓玮^{1,2}, 曾建民³

¹百色市质量综合检验检测研究院, 广西 百色

²国家铝金属产品质量监督检验中心, 广西 百色

³广西大学资源环境与材料学院, 广西 南宁

Email: *773869521@qq.com

收稿日期: 2019年10月31日; 录用日期: 2019年11月13日; 发布日期: 2019年11月20日

*通讯作者。

摘要

本文采用分光光度法对铁含量大于3%的锰矿进行分析, 该法依据紫外区吸收光谱的原理, 在510 nm的波长下直接测定锰矿中铁含量。首先测定出铁标准曲线回归方程和线性关系, 并利用锰矿标准样品测试出方法的精密度、回收率和相对偏差, 再通过铁回归方程和线性关系结合该法锰矿回收率最终检测出锰矿中含量大于3%的全铁含量。结果显示: 该方法可以直接测出锰矿中铁含量, 同时该方法操作简单、方便、精确度高, 为后续的检测锰矿中铁含量具有重要意义。

关键词

分光光度法, 锰矿, 铁含量

Copyright © 2019 by author(s) 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

锰应用于锰有色金属冶金, 电池工业、化工、电子、农业领域[1]。在有色金属冶金行业过程中, 锰可以作为一种添加剂, 把溶液中的低价铁氧化为高价, 从而除去溶液中的铁元素, 提高产品的质量与性能。锰还可以作为添加剂, 与铜、铝、镁形成合金, 从而提高其强度、耐磨性和腐蚀性, 镁与锰合金具有更好的腐蚀性和耐高温性, 被广泛应用于航天领域[2] [3]; 在电池行业, 锌锰电池凭借着低成本, 高性能的优势, 在锂电行业飞速发展的今天, 新锰电池仍被广泛使用[4]。但锰矿中的铁含量影响着锰的性能与质量, 如何更高效的除去锰矿中的铁元素成为高校及课题的研究的热点, 而如何快速精确分析出锰矿中铁含量成为研究首要[5] [6]。

目前的对铁含量超过 3% 的锰矿采用重铬酸钾滴定法, 该方法在测试过程中存在精确度不高、误差性较大的缺点, 利用紫外分光光度法测定锰矿中的铁含量未见报道, 为此本文采用分光光度法对铁含量较高的锰矿进行分析。

2. 实验部分

2.1. 仪器与试剂

紫外可见分光光度计, 岛津双光束 UV-2550 系列; 电子分析天平, 梅特勒 AL104; 马弗炉, 北京美诚实 TM 系列; 箱式电阻炉, 北京光明仪器 SX2-2.5 系列。

铁标准溶液, 国家有色金属及电子材料分析测试中心, GSB04-1762; 邻菲罗啉, 分析纯, 广东省光华科技有限公司; 浓盐酸, 分析纯, 廉江市爱廉化学试剂有限公司; 盐酸羟胺, 分析纯, 天津市恒光化学试剂制造; 氢氟酸, 分析纯, 广东省化学试剂工程有限公司; 5 g/L 的邻菲罗啉溶液, 100 g/L 的盐酸羟胺溶液。

2.2. 实验方法

2.2.1. 锰矿标准溶液制备

称取 0.5 g 锰矿标准样品置于 300 mL 的烧杯中, 加入少量水润湿, 加入 30 mL 浓盐酸, 加热溶解, 待完全溶解后加水稀释至 50 mL, 过滤, 并用(1+50)的热盐酸及热水各自洗涤数次, 将沉淀物及氯离子洗

净后, 将上层物及滤纸放置在铂坩埚中, 碳化, 灰化, 并放于 500℃~600℃ 的温度下灼烧 40 分钟, 取出加水湿润, 加入(1+1)浓硫酸, 6 mL 氢氟酸加热至冒白烟, 冷却加入 2 g 焦硫酸钾, 放置在马弗炉中, 于 700℃ 灼烧到熔融状, 冷却, 用主液加热洗出铂坩埚, 冷却后移入 250 mL 容量瓶中, 稀释到刻度线, 混匀。

2.2.2. 缓冲试剂配制

称取 90 g 无水乙酸钠溶解于 100 mL 水中, 加入 48 mL 冰乙酸, 用水稀释至 250 ml 混匀, 调节至 pH = 10。

2.2.3. 铁标准液的制备

分别移取 0 ug、50 mL、100 mL、200 ug、300 ug、400 ug 的铁标准于一组 100 mL 的容量瓶中, 加入 50 mL 水。按显色方法进行显色, 测量并绘制出校准曲线。

2.2.4. 显色

取 5 mL 锰矿溶液和 2 mL 锰矿标准物溶液于 100 mL 容量瓶中, 加入 50 mL 水, 加入 5 mL 盐酸羟胺溶液, 混匀, 放置 5 min, 加入 10 mL 乙酸-乙酸钠缓冲溶液, 10 mL 邻菲罗啉溶液, 室温放置 1 h, 混匀, 放于比色皿中, 以水为参比, 在 510 nm 处测量吸光度。

3. 结果与讨论

3.1. 铁标准曲线回归方程和线性关系

分光光度法是基于朗伯比尔定律通过分光光度计测定样品在一定波长光下的吸光度, 根据已知浓度的锰矿标准品作出吸光度与浓度之间关系曲线即标准曲线, 并根据标准曲线对被测物质进行定量[7]。因此, 用分光光度法准确定量锰矿铁含量, 首先要绘制标准曲线, 然后按照要求制备不同浓度的标准液, 最后绘制浓度与光度之间的关系曲线[8]。影响标准曲线绘制准确性的因素主要有: 铁标准储备液、标准曲线斜率、系统误差和随机误差等[9]。影响标准曲线斜率的因素有标准液的稀释倍数, 环境条件等。另外实验操作中使用的仪器如移液管、容量瓶、比色皿等也需要提前进行校准, 从而避免系统误差, 并且多人多次测定求平均值可减小随机误差[10]。

以蒸馏水为基底配制 0.0、50.0、100.0、200.0、300.0、400.0 ug/mL 的六种铁标准混合标准液, 按实验方法对铁标准溶液系列进行测定, 以六种铁标准液的质量浓度作为横坐标, 对应的峰面积呈现线性关系, 六种铁标准的线性范围、线性回归方程及相关系数见表 1、图 1 所示。

Table 1. Regression equation and linear relationship of iron standard curve

表 1. 铁标准曲线回归方程和线性关系

铁的标准含量(ug)	0.0	50.0	100.0	200.0	300.0	400.0
吸光度(Abs)	0.043	0.143	0.243	0.448	0.653	0.860
回归方程	$y = 489.27x - 19.893$					
相关系数	$R^2 = 1$					

由图 1、表 1 可以看出以铁标准样品浓度在 0.0~400 ug/L 内与其对应的吸光度呈现线性关系, 线性回归方程为 $y = 489.27x - 19.893$, 相关系数为 1, 进行空白试验, 以标准偏差的 3 倍除以标准曲线的斜率计算方法得检出限(3 s/k)。

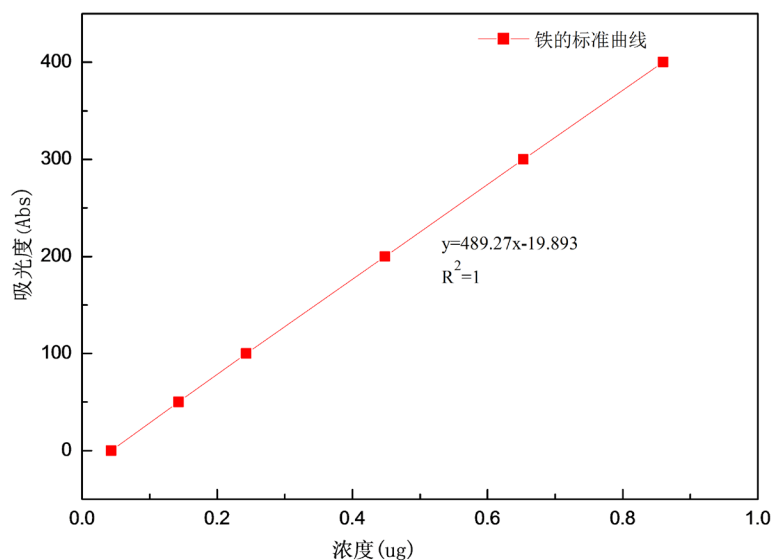


Figure 1. Standard curve of iron

图 1. 铁的标准曲线图

3.2. 方法精密度和回收试验

按试验方法对锰矿标准样品进行回收试验，计算回收率和测定值的相对偏差，结果见表 2 所示。
铁含量计算方法

$$w(Fe)(\%) = \frac{(c - c_0) \times \frac{V_0}{v} \times 10^{-6}}{m \times k} \times 100$$

W 为铁的含量， C 为工作曲线查得值。

V_0 为定容体积， V 为分取体积， k 为回收率。

由表 2 可知：该方法得出锰矿中铁含量回收值达 9.45 ug、9.50 ug、9.48 ug，锰矿标准样品中铁含量为 9.78 ug，根据公式 $k = \frac{\text{实际测试值}}{\text{样品标准含量}}$ 可以计算出锰矿中铁的收率为 97%，说明该方法回收的锰矿具有

较高的回收率，且接近锰矿标准样品的标准值含量，准确度较高，有良好的精确度。

Table 2. Experimental results of precision and accuracy

表 2. 精密度和准确度实验结果

分析样品号	1	2	3
标准样品含量(ug)	9.78	9.78	9.78
实际测试值(ug)	9.45	9.50	9.48
回收率(k)	0.97	0.97	0.97

3.3. 样品分析

对广西某厂锰矿进行分铁含量进行分析，称取 0.5 g 广西某厂锰矿样品按试验方法 1.2.1 进行试验结果见表 3 所示。

Table 3. Analysis of iron content in a manganese ore in Guangxi
表 3. 广西某锰矿中铁含量分析

样品编号	空白	1	2
称样量		0.5030	0.5034
回收率	0.97	0.97	0.97
仪器响应值	0.0405	0.767	0.771
溶液中铁浓度	-0.0776	355.3771	357.3342

由表 3 可以看出锰矿回收率为 97%，根据回归曲线线性方程 $y = 489.27x - 19.893$ 可以计算出锰矿中的铁含量为 355.3771 ug、357.3342 ug，由铁含量计算公式 $w(Fe)(\%) = \frac{(c - c_0) \times \frac{V_0}{V} \times 10^{-6}}{m \times k} \times 100$ 可以计算出锰矿中铁含量为 3.6%、3.5%。

4. 结论

通过分光光度法对锰矿中铁含量分析，得出以下结论：

- 1) 分光光度法分析锰矿中铁含量成本较低，环境要求低，所需仪器便宜，大部分实验室基本能满足，利用标准铁溶液可以很好地拟合出铁的回归线性方程，且具有较好的相关系数，能够精确地得到检测限；
- 2) 从检测结果可以得出，分光光度法分析锰矿中铁含量比传统滴定法分析较为精确，便捷；
- 3) 由检测效率可以看出分光光度法分析锰矿中铁含量，效率较高，有利于大批量检测；
- 4) 通过分光光度法可以让锰矿中铁的回收率达 97%，精确地测出锰矿中的铁含量。

基金项目

广西科技重大专项(AA18242001)。

参考文献

- [1] 韩雪. 关于冶金工业领域中锰矿的应用探讨[J]. 报刊荟萃, 2017(6): 177.
- [2] 陈来茂, 陈永心. 碱性锌锰电池发展综述[C]//CBIA 中国国际电池学术交流会. CBIA2005 中国国际电池学术交流会论文集. 2005: 119-124.
- [3] 汤仲禧. 铝合金中硅, 镁, 铜, 铁, 锰五元素的系统分析[J]. 冶金分析, 1991, 11(2): 52-53.
- [4] 李琳, 常辉, 赵灿方, 等. 荧光分光光度法与直接分光光度法测定饮用水中挥发酚[J]. 中国卫生检验杂志, 2012(9): 2048-2049.
- [5] 李国强, 杨建君, 何家洪, 等. 分光光度法测定铁(III)的研究进展[J]. 冶金分析, 2014, 34(1): 34-44.
- [6] 薄凤英. 铬天青 S 光度法测定锰矿石中三氧化二铝[J]. 理化检验(化学分册), 2014, 50(8): 1043-1044.
- [7] 姚成, 王镇浦. 三波长分光光度法同时测定钼和钨[C]//全国首届现代光度分析学术会议. 全国首届现代光度分析学术会议论文集. 1991: 2-4.
- [8] 罗琳, 王金磊, 刘雷雷, 等. 分光光度法和 ICP-AES 法测定钒铝合金中硅含量的对比研究[J]. 河南化工, 2018(6): 53-54.
- [9] 贾汉东, 杨新玲, 杨勇, 等. 高铁酸盐的直接分光光度法测定[J]. 分析化学, 1999, 27(5): 617-617.
- [10] 张煜, 李明玉, 李善得, 等. 直接分光光度法测定高铁酸盐的含量[J]. 无机盐工业, 2011, 43(2): 59.