

ICP - AES 快速测定钛铁矿精粉中钛、铁、钒的含量

杨学字

(山东省第七地质矿产勘查院, 山东 临沂 276000)

摘要:钛铁矿精粉中二氧化钛的含量一般在40%~50%,全铁含量一般在30%~45%,二者在钛铁矿精粉分析过程中对其他组分测定造成干扰,同时大量钛的水解会造成分析工作的失败,通过氢氟酸—王水—硫酸分解样品,在8%的硫酸和10%的盐酸介质中,用ICP-AES以国家标准物质作标准曲线,快速测定钛铁矿精粉中钛、铁、钒的含量,该法简便快速,选择性好,准确度高。

关键词:ICP-AES;快速测定;钛铁矿精粉

中图分类号:O657.31;P575

文献标识码:B

钛铁矿精粉化学组分主要是 FeTiO_3 ,钛铁矿属于难分解的矿石。钛铁矿精粉中二氧化钛一般在40%~50%,全铁一般在30%~45%,二者在钛铁矿精粉分析过程中对其他组分测定造成干扰,同时大量钛的水解会造成分析工作的失败,针对测定项目、所用方法、干扰物质及其性质,选择有效、快速、简便、经济合理的分解方法,使试样分解、分离富集和测定很好地结合。常见的分解方法有酸溶分解、熔融分解和半融分解。钛的测定一般采用重量法、电位滴定法、极谱法、容量法、比色法^[1];铁的测定采取容量法;钒的测定通常用比色法和容量法;钛铁连续测定方法一般采用容量法^[2];酸溶特别是氢氟酸—硝酸—硫酸分解样品适宜ICP-AES测定钛铁矿中各元素的连续测定^[3],该创新之处在于采用氢氟酸—王水—硫酸分解样品,钛铁矿中所有的矿物几乎都能分解^[4],在8%的硫酸和10%的盐酸介质中,采用ICP-AES以国家标准物质作标准曲线,快速测定钛铁矿精粉中主要元素的含量,避免了配标准系列的复杂程序,尽量使标准样品和待测样品组成一致,消除各种干扰,测量方法简便快速,选择性好,准确度高。

1 实验部分

1.1 仪器与试剂

6300型电感耦合等离子发射光谱仪(热电公司)。

盐酸、硝酸、硫酸(山东莱阳开发区精细化工试剂厂,分析纯);氢氟酸(上海国药集团,优级纯)。钒钛磁铁矿标准物质GBW07224 GBW07225 GBW07226a(攀枝花钢铁研究所)。实验用水均为去离子水。

1.2 实验方法

1.2.1 样品分解处理过程

分别准确称取国家标准物质GBW07224, 0.1000g, 0.1500g, 0.2000g, 0.2500g待测样品0.1000g(一般双份)和国家标准物质GBW07226a 0.1000g分别置于聚四氟乙烯坩埚内,加数滴水润湿,加入5mL(1+1)王水、4mL(1+1)硫酸和5mL氢氟酸,置于低温电热板上加热分解试样。待三氧化硫白烟冒尽后,将坩埚依次取下冷却,根据定容体积依次加入(1+1)硫酸和(1+1)盐酸(保持定容后在8%的硫酸和10%的盐酸介质中),将坩埚置于低

收稿日期:2013-03-22;修订日期:2014-05-05;编辑:陶卫卫

作者简介:杨学字(1972—),男,山东临沂人,高级工程师,主要从事岩石矿物和贵金属、有色金属分析测试工作;E-mail:sdlyyangxuezi@sina.com。

sina.com。

温电热板上加热溶解盐类并直至溶液清亮,取下坩埚冷却,定容于100 mL容量瓶(样品钛含量高可定容于250 mL容量瓶),摇匀待测。

1.2.2 样品测定

分别选取铁、钒、钛强度小的弱线^[5],尽可能选择无干扰分析谱线。以国家标准物质 GBW07224 0.1000 g,0.1500 g,0.2000 g,0.2500 g 定容的溶液为标准系列,以空白样品为零点,在各元素浓度值分别输入值见表1。

表1 各元素浓度值分别输入值

样品编号	TFe/%	TiO ₂ /%	V ₂ O ₅ /%
空白	0.00	0.00	0.00
0.1000g	32.97	10.63	0.313
0.1500g	49.46	15.95	0.470
0.2000g	65.94	21.26	0.626
0.2500g	82.43	26.58	0.783

用 ICP - AES 进行测定,以标准浓度为 x 坐标,以吸光度为 y 坐标进行曲线回归,测量结果即为样品所含该元素百分含量。

2 结果与讨论

2.1 方法准确度

该法通过国家标准物质 GBW07224, GBW07225, GBW07226a 各为标准系列相互检测,验证方法的准确性,具体数据见表2。试验表明,该方法能满足检测质量要求。

表2 标准物质检测质量检查

样品编号	ω(TFe)/%			ω(TiO ₂)/%			ω(V ₂ O ₅)/%		
	标值	检测结果	RE%	标值	检测结果	RE%	标值	检测结果	RE%
GBW07224	32.97	32.75	-0.67	10.63	10.43	-1.88	0.313	0.295	-5.75
GBW07224	32.97	33.20	0.70	10.63	10.58	-0.47	0.313	0.324	3.51
GBW07225	27.55	27.75	0.73	9.72	9.54	-1.85	0.258	0.246	-4.65
GBW07225	27.55	27.42	0.47	9.72	9.67	-0.51	0.258	0.265	2.71
GBW07226a	52.66	52.42	-0.46	12.66	12.47	-1.50	0.572	0.551	-3.67
GBW07226a	52.66	52.98	0.61	12.66	12.77	0.87	0.572	0.581	1.57

2.2 方法精密度

随机选取测试样品,按试验方法处理,分别连续测定6次,计算其相对标准偏差 RSD%,结果见表3,结果表明 RSD% 均小于6.0%。

表3 方法精密度

分析项目	检测结果/%						平均值 ug/g	RSD %
	1	2	3	4	5	6		
TFe	22.25	22.52	22.74	22.14	22.41	22.64	22.45	1.02
TiO ₂	40.28	39.84	40.52	40.36	40.60	40.30	40.20	1.22
V ₂ O ₅	0.312	0.345	0.305	0.337	0.341	0.319	0.326	5.12

2.3 干扰因素

用该方法分解样品能使钒钛磁铁矿、钛铁矿、金红石、榍石、钙钛矿、锰钛矿、磁铁矿、赤铁矿、辉石、长石、橄榄石、角闪石、黑云母、镁铁尖晶石、绿泥石、褐帘石,硫化物、砷化物、硫砷化物等矿物完全溶解,并使矿石中硅呈四氟化硅挥发除去,当硫酸冒烟时能将过剩的氢氟酸、硝酸、盐酸和氟化物中的氟除去^[5]。同时等离子发射光谱仪分辨率高,自身有足够的抗干扰能力。因此,相关干扰可以忽略。

通过控制定容体积,该方法可测定不同含量的钛铁矿精粉、原矿、尾矿。由于各样品中铁、钛、钒含量变化大,要十分注意样品的处理过程不能出现相互交叉污染。

3 结语

该法操作,选择性好,准确率高,简便快速,通过选取不同的国家标准物质和控制定容体积,可快速测定不同含量的钛铁矿中的钛、铁、钒,该方法具有广泛的应用价值和独到的应用特点。

参考文献:

[1] 宋新艳. 过氧化氢光度法测定钒钛磁铁矿中二氧化钛[J]. 冶金分析, 2006, (5): 102 - 103.
 [2] 凌学芳. 钒钛磁铁矿中钛铁连测方法研究[J]. 矿物岩石, 1990, (2): 21 - 23.
 [3] 朱丽琴. ICP - AES 测定钒钛磁铁矿中的主要元素和微量元素[J]. 光谱实验室, 2012, (5): 30 - 33.
 [4] 刘冠龙, 许俊鸿. 重铬酸钾滴定法快速测定钛铁矿中钛铁含量[J]. 冶金分析, 2012, (3): 25 - 27.
 [5] 尹明, 李家熙. 岩石矿物分析(第四版第三分册)[M]. 北京: 地质出版社, 2011: 752 - 754.

Rapid Determination of Ilmenite Flour Content in Titanium Iron and Vanadium by Using ICP – AES

YANG Xuezi

(No.7 Exploration Institute of Geology and Mineral Resources, Shandong Linyi 276000, China)

Abstract: Titanium dioxide content of Ilmenite concentration is generally 40% ~ 50% , and total iron content is generally 30% ~ 45% . Both will cause interference to the determination of other components during the analysis process of ilmenite concentration. A lot of hydrolysis of titanium can cause failure in analysis work. Samples are decomposed by using hydrofluoric acid – aqua regia – sulfuric. In 8% sulfuric acid and 10% hydrochloric acid medium, using ICP – AES national standard material as the standard curve, the contents of titanium, iron, vanadium in ilmenite fine flour can be rapidly determined. The method is simple, selective and accurate.

Key words: ICP – AES; rapid determination; ilmenite concentrate