

AA-7800 火焰原子吸收光谱法测定铁矿石中微量元素含量

AAS-137

摘要：使用岛津 AA-7800 火焰原子吸收分光光度计建立了铁矿石中有害微量元素含量的方法。实验结果表明，该方法标准曲线线性良好，相关系数 r 在 0.9999~1.0000 范围内；方法检出限低，各元素检出限分别为 0.0002%~0.0006%；准确度高，质控样品的测定值与理论值吻合，样品分析结果符合国标要求；方法精密度好，RSD 值小于 2.00% ($n=6$)；分析速度快，适用于批量铁矿石中微量元素含量的测定。

关键词：AA-7800 火焰法 铁矿石 微量元素

技术特点：

- ❖ 相比常规化学法，火焰原子吸收法分析速度快、稳定性好。
- ❖ AA-7800 配置的高性能灯可以提高低含量元素的分析检出能力及复杂基体的稳定性。

为了提高高炉冶炼技术，原材料化验分析除主量元素外，需要分析铅 (Pb)、锌 (Zn)、钾 (K)、钠 (Na) 等微量元素。铁矿石中的铅和锌造成冶炼过程中钢铁熔点下降，铁水灌入炉膛内部，造成炉壁破裂，铁矿石中的钾元素和钠元素会降低铁矿石冶炼过程中的软化点，造成冶炼炉结瘤，影响冶炼的顺利进行，这些对于铁矿石冶炼造成影响的元素属于有害元素，因此，在铁矿石分析过程中，这些有害元素必须测定。用常规化学法分析速度慢，已不能满足生产需求，采用原

子吸收法分析铁矿石中微量元素具有简单、快速、成本低、精密度、准确度高等特点，便于对原材料的化学成分更全面了解，更好地为钢铁冶炼工艺提供数据依据，指导炼铁及炼钢生产，从而改善冶炼技术技能，为冶炼优质钢打好基础。

本文使用岛津 AA-7800 火焰原子吸收分光光度计建立了测定铁矿石中微量元素含量的方法，方法准确可靠，适用于批量铁矿石中微量元素的测定。

■ 实验部分

1.1 仪器

岛津 AA-7800 原子吸收分光光度计



图 1 岛津 AA-7800 原子吸收分光光度计

1.2 分析条件

仪器分析条件见表 1。

表 1 仪器分析条件

元素	波长 (nm)	狭缝 (nm)	灯电流 (mA)	点灯方式	火焰类型	燃气流量 (L/min)	助燃气流量 (L/min)
K	766.5	0.7	10	NON-BGC	Air-C ₂ H ₂	2.0	15.0
Na	589.0	0.2	8	NON-BGC	Air-C ₂ H ₂	1.8	15.0
Pb	283.3	0.7	10	BGC-D2 (HP)	Air-C ₂ H ₂	2.0	15.0
Zn	213.9	0.7	8	BGC-D2	Air-C ₂ H ₂	2.0	15.0

备注：HP 为高性能空心阴极灯

1.3 实验室器皿及试剂

实验所用器皿均使用硝酸溶液 (1+1) 浸泡 24 小时后，用去离子水冲洗，干燥备用；实验用硝酸、盐酸和氢氟酸为优级纯；实验用水为超纯水。

1.4 样品前处理

(1) 样品溶液：准确称取 0.25 g 样品于聚四氟乙烯烧杯中，加入少量水润湿，加入 10 mL HCl、3 mL HF，电热板加热煮沸至样品完全消解后，赶酸至近干。加入 5 mL HCl 低温蒸干，用 1% HCl 定容至 25 mL。样品溶液稀释 20 倍，用于测定 K 和 Na 元素；样品溶液稀释 10 倍，用于测定 Zn 元素；样品原溶液用于测定 Pb 元素。同法制备方法空白、平行样品和加标回收样品。

(2) Fe 基体溶液：称取 1.75 g 高纯铁于聚四氟乙烯烧杯中，加入少量水润湿，加入 10 mL 1:1 HCl 加热溶解后，赶酸至近干。用 1% HCl 定容至 25 mL。

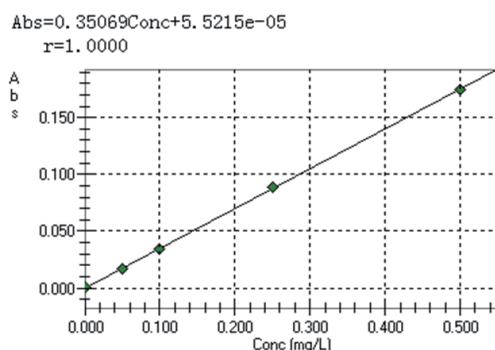
■ 结果与讨论

2.1 标准曲线

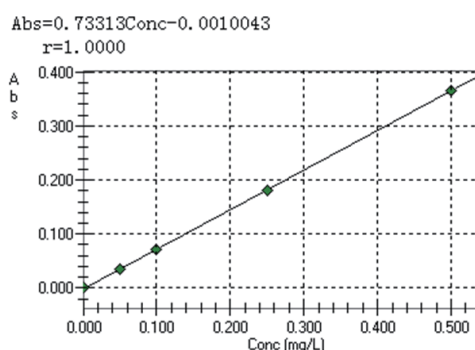
用 1% HCl 配制 K、Na 和 Zn 混合标准溶液；用 1% HCl 及 Fe 基体溶液配制 Pb 标准溶液。标准溶液浓度见表 2；标准曲线见图 2。

表 2 标准溶液浓度

元素	浓度 (mg/L)				
	STD1	STD2	STD3	STD4	STD5
K	0	0.05	0.10	0.25	0.50
Na	0	0.05	0.10	0.25	0.50
Zn	0	0.05	0.10	0.25	0.50
Pb	0	0.50	1.25	2.50	--



K 元素标准曲线



Na 元素标准曲线

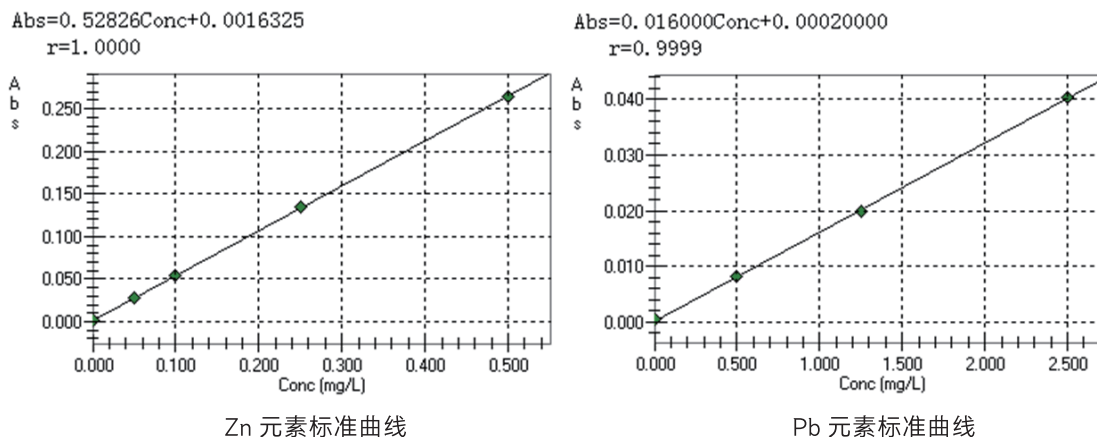


图 2 元素标准曲线

2.2 检出限

使用样品空白溶液测定 11 次，分别以浓度的 3 倍和 10 倍标准偏差 (SD) 计算 K、Na 和 Zn 元素的检出限和定量限。利用 1% HCl 及 1%Fe 基体溶液测定 11 次，分别以浓度的 3 倍和 10 倍标准偏差 (SD) 计算 Pb 元素的仪器检出限。按样品称量 0.25 g，定容至 25 mL 及稀释倍数，计算方法检出限和定量限，结果见表 3 所示。

表 3 方法检出限及定量限

元素	仪器检出限 (mg/L)	方法检出限 (%)	方法定量限 (%)
K	0.002	0.0004	0.002
Na	0.001	0.0002	0.0007
Zn	0.006	0.0006	0.002
Pb	0.04	0.0004	0.002

2.3 样品测试结果

分别对铁矿石质控样品和铁矿石生产样品进行测定，质控样品测定值与理论值吻合，分析结果见表 4。样品 T2023071002 的测试结果符合国标要求，满足企业要求，分析结果见表 5。

表 4 质控样品测试结果

样品名称	元素	称样量 (g)	定容体积 (mL)	测定值 (mg/L)	稀释倍数	RSD (n=6, %)	氧化物	氧化物或元素含量 (%)	理论值 (%)
YSBC28773-2008	K	0.2547	25	0.328	20	0.18	K ₂ O	0.0776	0.078±0.003
		0.2500		0.321		0.69		0.0774	
	Na	0.2547		0.367	20	0.58	Na ₂ O	0.1002	0.103±0.008
		0.2500		0.367	20	0.29		0.1021	
	Zn	0.2547		0.138	10	0.56	--	0.0136	0.012±0.002
		0.2500		0.137		0.57	--	0.0137	
	Pb	0.2547		0.44	1	1.11	--	0.0043	≤0.0050
		0.2500		0.48		1.61	--	0.0048	

表 5 T2023071002 样品测试结果

样品名称	元素	称样量 (g)	测定值 (mg/L)	RSD (n=6, %)	元素含量 (%)	偏差	重复性限	判定
T2023071002	K	0.2477	0.272	0.15	0.0552	0.0012	0.0083	OK
		0.2515	0.270	0.15	0.0540			
	Na	0.2477	0.385	0.30	0.0777	0.0045	0.0065	OK
		0.2515	0.368	0.39	0.0732			
	Zn	0.2477	0.039	0.56	0.0039	0.0001	0.0013	OK
		0.2515	0.038	0.57	0.0038			
	Pb	0.2477	0.34	1.35	0.0034	0.0001	0.0005	OK
		0.2515	0.35	0.01	0.0035			

注：表 5. 中数据判定参考 GB/T6730.49-2017、GB/T6730.53-2004、GB/T6730.54-2004、GB/T6730.75-2017 铁矿石火焰原子吸收光谱法系列标准

■ 结论

本文使用岛津 AA-7800 火焰原子吸收分光光度计建立了测定铁矿石中微量元素含量的方法。结果显示：方法线性良好，方法检出限低，测定精密度好，准确度高，分析速度快，适合批量铁矿石中有害微量元素的测定。

岛津应用云

