

铁矿石中磷和二氧化硅的检测

一、实验所需仪器设备

Hanon TANK 微波消解仪

Hanon i 系列紫外可见分光光度计

二、实验所需试剂

氢氟酸（分析纯）、盐酸（分析纯）、氯化钾（分析纯）、氯化钾的饱和酒精溶液、硼酸（分析纯）、酚酞 10.0g/L

三、实验过程

1. 二氧化硅的测定

称取 0.25-0.5g 样品放于微波消解仪的内罐中，加 1ml 水润湿，加入 8ml 氢氟酸、盐酸 2ml，稍微震动摇晃，静止 10 分钟。组装消解罐，按以下程序进行消解：

| 分段 | 消解温度 | 升温时间 | 压力 | 保温时间 |
|----|------|-------|--------|-------|
| 1 | 180℃ | 15min | 400psi | 10min |

消解完成以后，待消解罐冷却至 80℃ 取出，赶酸至溶液剩 3-5ml。再加入盐酸 15ml 用水转移至 250ml 塑料烧杯中，控制溶液体积在 60ml 以内。加入少许滤纸制成的纸浆，不断搅拌，加入 12ml 氯化钾（300g/L），静置 20 分钟，用滤纸过滤。再用氯化钾（50g/L）洗烧杯 2-3 次，洗沉淀 5-7 次，滤液用塑料烧杯承接，滤液体积控制在 120ml 以内。将滤纸及残渣转移至原烧杯，加入酚酞溶液 2ml，氯化钾的饱和酒精溶液 5ml，用氢氧化钠溶液中和至浅红色。加沸水 150ml，用标准氢氧化钠溶液滴定至浅红色，1min 不褪色为终点（同时进行空白实验），计算 SiO₂ 含量。

加 75ml 硼酸溶液（50g/L）于滤液中，搅均后转移入 250ml 容量瓶，加水定容摇匀，以备后续测试。

2. 磷的测试

取上步骤滤液 10ml 于 100ml 的烧杯中，加入 8mol/L 的硫酸 4ml，加水稀释至 70ml，沸水浴 10min 取下，不断摇动。依次加入 5ml 抗坏血酸溶液，5ml 钼酸铵，5ml 酒石酸锑钾，迅速以水冷却至室温后，用蒸馏水稀释至 100ml，摇匀，在 680nm 处测定吸光度。

工作曲线：分别取 10μg/mL 的 P 标准液 0.00ml、0.5ml、1.0ml、2.0ml、4.0ml、8.0ml 于 100.0ml 的容量瓶中，加 C (1/2H₂SO₄) = 8mol/L 的硫酸溶液 50ml，加水稀释至 70ml。