

微波消解锌精矿与锌焙砂检测锌镉总量

1 前言

锌精矿一般是由铅锌矿或含锌矿石经破碎、球磨、泡沫浮选等工艺而生产出的达到国家标准的含锌量较高的矿石，是生产金属锌、锌化合物等的主要原料。锌焙砂是锌精矿经焙烧后所得的产物，褐色微颗粒状固体，主要含氧化锌，硫酸锌，硫化锌等，属于中间产品，是生产直接法氧化锌、电解锌、电炉锌粉等生产原料。我们通过微波消解的方法对锌精矿及锌焙砂进行前处理，然后用原子吸收分光光度计检测锌元素与镉元素的总量。

2 仪器与试剂

2.1 仪器

新仪 MASTER-40 微波消解仪，赶酸器，分析天平(十万分之一)等。



2.2 试剂

硝酸(68%)，盐酸(38%)，氢氟酸(40%)

3 实验方法

3.1 样品制备

矿石类样品在实验前要尽量粉碎，颗粒度越小，接触面积越大，越有利于消解实验的进行。

3.2 微波消解样品

矿石类样品主要成分是无机盐类以及金属氧化物，需要使用盐酸来进行实验。这一类样品通常会含有硅元素，消解实验还需要加入一定的氢氟酸。而硝酸是重金属消解最常用的酸，硝酸具有很强的酸性和氧化性，且绝大多数硝酸盐易溶于水，为后续测试带来方便，我们使用硝酸+盐酸+氢氟酸的混酸体系来进行实验。

3.2.1 锌精矿样品消解实验

选取三类锌精矿样品分别称取三组，每组的约 0.1g (精确至 0.1mg)，加入 6mL 硝酸、2mL 盐酸和 2m 氢氟酸（同时添加试剂空白），静置 30min 左右，组装消解罐进行实验，参数如下：

阶段	温度/°C	时间/min	功率/W
1	150	10	1000
2	180	5	1000
3	210	60	1000
4	210	60	1000

实验结束 待冷却至室温后取出消解罐 转移至通风橱中打开 赶酸后用纯水定容至 50mL 容量瓶中。

3.2.2 锌焙砂样品消解实验

称取锌焙砂样品 0.1g (精确至 0.1mg)，按照 3.2.1 的参数进行实验。实验结束，冷却后取出，转移至通风橱中打开消解罐，消解液中含有大量白色沉淀。通过分析逆王水氢氟酸体系无法将泥岩样品消解，样品中含有较多的氧化物，改变盐酸与硝酸的比例，采用王水氢氟酸的体系来进行消解实验，

选取三类锌焙砂样品分别称取三组，每组的 0.1g (精确至 0.1mg)，加入 2mL 硝酸、6mL 盐酸和 2m 氢氟酸 (同时添加试剂空白)，静置 30min 左右，组装消解罐进行实验，参数如下：

阶段	温度/°C	时间/min	功率/W
1	150	10	1000
2	180	5	1000
3	210	60	1000
4	210	60	1000

实验结束 待冷却至室温后取出消解罐 转移至通风橱中打开 赶酸后用纯水定容至 50mL 容量瓶中。

3.3 取样量

矿石样品主要成分是无机盐类，也含有一定量的碳，实验时会生成一定量二氧化碳，而且盐酸的蒸气压较高，取样量应控制在 0.2g 左右。

4 结果与讨论

矿石类样品因成分相对稳定，且成分复杂，需要多种试剂组成混酸体系进行消，而且需要很长的时间，可选用硝酸+盐酸+氢氟酸的混酸体系进行实验，210°C保温 2h，消解完成后如有残渣，可通过过滤去除，再上机检测。本次实验所用的锌精矿及锌焙砂样品，检测锌和镉的总量，回收率均在 98%~100%，元素损失较少。

样品编号	样品种类	检测含量 (Zn+Cd) %	标准值 (Zn+Cd) %	回收率%
1	锌精矿	50.03	50.48	99.11
2		46.83	46.97	99.70
3		42.04	42.49	98.94
4	锌焙砂	61.32	61.84	99.16
5		55.56	55.74	99.68
6		62.02	62.84	98.70

注意事项

- 1.实验过程中加入了氢氟酸，为防止对玻璃器皿的腐蚀，消解后需进行赶酸处理
- 2.锌矿的种类较多，不同类型的样品组分差异较大，要根据样品的具体属性，适当调整酸体系，寻找最佳方案。
- 3.如样品中含有较多的钙镁元素，会与氢氟酸形成氟化物沉淀，可以选择氟硼酸进行替换。