

High-temperature Alkali Fusion - Inductively Coupled Plasma Emission Spectrometry for Determining the Silica Content in Iron Ore

Chengmei Ye

Nanping Geological Team of Fujian Province, Nanping, Fujian, 353000, China

Abstract

Iron ore is an essential raw material in steel production, and its chemical composition significantly affects the quality of steel during the smelting process. In this experiment, the Thermo ICP-AES 7200 inductively coupled plasma emission spectrometer was used for analytical testing, obtaining the experimental analysis spectral data and spectral graph for silicon. Compared with the national standard method, the relative error range of this method is between -1.51% and 0.29%. Therefore, using this method to determine the silica content in iron ore yields results that are basically the same as those determined by the national standard method, with no significant difference, and deviations are within the range specified by the national standard, proving that this experimental method is precise and reliable. A method was established to determine the silica content in iron ore by high-temperature alkali fusion treatment and hydrochloric acid extraction to prepare rock sample solutions, followed by determination using inductively coupled plasma emission spectrometry.

Keywords

high-temperature alkaline fusion; inductively coupled plasma emission spectroscopy; iron ore; silicon dioxide

高温碱熔 - 电感耦合等离子体发射光谱法测定铁矿石中二氧化硅的含量

叶成美

福建省南平地质大队, 中国·福建 南平 353000

摘要

铁矿石是钢铁生产中不可缺少的原材料, 它里面的化学成分在冶炼过程严重影响着钢铁的质量。本次实验采用Thermo ICP-AES 7200等离子发射光谱仪进行分析测试, 获得硅元素的试验分析谱线数据和试验分析谱线图。本次方法与国标方法相对比, 它们的相对误差范围在-1.51%~0.29%区间。因此, 使用本次方法测定二氧化硅在铁矿石中的含量, 与国家标准方法测定结果基本相同, 没有显著差异, 偏差在国家标准规定范围内, 证明本次试验方法精确可信。确立了以高温碱熔处理和盐酸提取, 制备岩石样品母液, 采用电感耦合等离子体发射光谱法测定铁矿中二氧化硅含量的方法。

关键词

高温碱熔; 电感耦合等离子体发射光谱法; 铁矿石; 二氧化硅

1 引言

随着我国经济的快速发展和城市工业化进程的加速, 铁矿的核心用途是作为生产钢铁的核心原材料, 进而广泛应用于建筑、机械制造、汽车、船舶等领域, 并衍生出资源循环利用及期货市场调节等延伸价值。铁矿石是钢铁生产中不可缺少的原材料, 它里面的化学成分在冶炼过程严重影响着钢铁的质量。在众多化学成分中, 硅是一个关键因素。铁矿石的含硅量并不是一个固定值, 而是因矿石类型和产地

而异。一般来说, 铁矿石中的硅含量范围在 0.02% 至 8% 之间。这个范围内的硅含量对铁矿石的冶炼性能和钢铁产品的质量有着重要影响。

铁矿中二氧化硅的测定方法有许多, 常用的如滴定法、重量法、X 射线荧光光谱法和紫外分光光度法等, 但使用高温碱熔 - 电感耦合等离子体发射光谱法, 对铁矿石中二氧化硅进行检测的方法较少见, 通过本次实验结果显示, 该方法具有操作简单快速, 检测结果准确度高、精密度好, 测试过程对环境污染少和成本便宜等优点。完全能用于矿山企业和钢铁生产企业了解和控制铁矿石中的硅含量, 对于提高钢铁生产效率、降低成本以及保证产品质量具有重要意义。

【作者简介】叶成美 (1987-), 女, 中国福建寿宁人, 本科, 工程师, 从事土壤、岩石矿物、水质分析研究。

2 材料与方法

2.1 材料与试剂

超纯水(电阻率:18.2 MΩ·cm, 20℃);氢氧化钠(上海远澈化工科技有限公司产品,优级纯);盐酸(广东光华科技有限公司产品,优级纯);硝酸(广东光华科技有限公司产品,优级纯),二氧化硅标准溶液(国家标准物质, GNM-SSIO2-022-2013,浓度为 1000 mg/L),无水乙醇(西陇科学股份有限公司产品,化学纯)。

铁矿石标准参考样:本次方法利用国家标准物质铁矿标准参考样,其编号分别为 GBW07218a 和 GBW07218。

2.2 设备与仪器

超纯水机(SU-SI-20LW):四川德立世科技有限公司;

(Therme ICP-AES 7200)等离子发射光谱仪:美国赛默飞, MW PRO-HP;

马弗炉:上海向北实业有限公司;

电子天平(BS124,精确到0.0001g);电子天平(JY02,精确到0.01g);

银坩埚, 250ml 玻璃烧杯, 250ml 玻璃容量瓶, 玻璃棒、25ml 玻璃滴定管。

2.3 测定方法

2.3.1 仪器工作参数条件

本次实验方法使用的主要设备仪器有电感耦合等离子体发射光谱仪和高温碱熔马弗炉,它们检测时的工作参数分别见下表 1 和表 2。

表 1 发射光谱仪工作参数

元素	谱线/nm	等离子体观测	观测距离/mm	等离子体流速/(L/min)	辅助气体流速/(L/min)	雾化器/(L/min)	功率/W
Si	251.611	垂直	15	15	0.2	0.55	1300

表 2 高温碱熔马弗炉工作参数

阶段	升温功率/W	升温时间/min	运行温度/℃	运行时间/min
1	2500	90	600-700	30

2.3.2 样品前处理

准确称取 0.1000 克样于银坩埚中,加入无水乙醇数滴,确保样品都湿润,然后放在电炉上烤干,用天平称取 1.00 克优级纯 NaOH 于样品上,带好手套小心得将银坩埚放入已到 700℃的马弗炉中熔 25 分钟,关闭电源。再过 5 分钟从马弗炉中取出银坩埚置于台面上的石棉板上冷却。冷到室温时,再用钳子夹银坩埚放到 250ml 烧杯中,加入玻璃棒,用 100ml 的量杯量取沸水 100ml 在边搅边加入烧杯中,待剧烈反应停止后,在不断搅拌下迅速加入 HCl 20ml(此时要快速,以防二氧化硅析出,导致结果偏低),洗出银坩埚后要先将银坩埚洗净烘干放好,待烧杯中的样品冷却至室温移入 250ml 容量瓶中,用超纯水稀释刻度摇匀备用,空白试验照着样品实验同步进行制备,空白至少两个。

表 3 分析谱线

元素	谱线/nm
Si	251.611、212.412、288.158、221.667、250.690、252.851、185.067、198.898、390.552

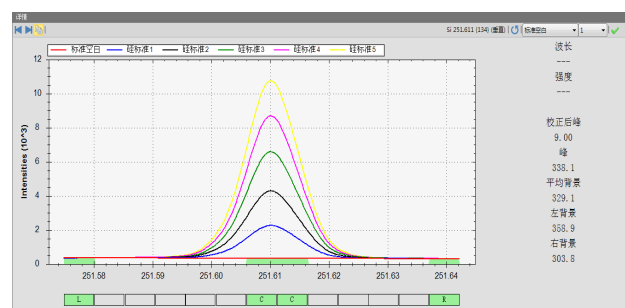


图 1 硅的谱线图

3 试验分析与结果

3.1 试验分析谱线的选择

本次试验采用 Therme ICP-AES 7200 等离子发射光谱仪进行分析测定,获得硅元素的试验分析谱线数据(见表 3)和试验分析谱线图(见图 1)。通过表 3 试验数据确定,硅元素有 9 条分析谱线可以选择,试验分析时通常采用谱线灵敏度高,背景值低,没有自吸现象,信背比高、基体干扰较小的谱线作为试验分析谱线。试验数据中硅元素 251.611nm 谱线灵敏度高,背景值低,信背比高,且信号强度大,通过图 1 确定,实验测定时硅 251.611nm 没有自吸现象、没有共存元素干扰,所以本次试验选定检测的分析谱线为硅 251.611nm。

3.2 方法线性范围和检出限

本方法使用二氧化硅的标准储备液(浓度为 1000mg/L)用超纯水稀释 10 倍,其标准浓度为 100mg/L 作为标准工作液,把工作标准液用 25ml 刻度滴定管依次加入 0、5、10、15、20、25 ml 于 100 的玻璃容量瓶中,其浓度为 0、5、10、15、20、25mg/L 的标准曲线,并用超纯水稀释刻度,摇匀备用。

然后,实验采用空白溶液和工作标准溶液绘制标准工作曲线,连续测定空白溶液 10 次,使用仪器计算,采用 3 倍标准偏差计算测试方法的检出限,测定结果(见下表 4)。由表 4 确定本次试验方法硅元素的相关系数为 0.9995,检出限为 0.0064mg/L,符合规范要求,具有较好的线性关系和

检出限。

表 4 本方法测定 Si 元素的质量浓度范围和检出限

元素	相关系数 R	质量浓度范围/(mg/L)	检出限/(mg/L)
Si	0.9995	0-25	0.0064

3.3 精密度和回收率

本次试验样品对像为 2 份铁矿石样品，倒 10ml 备用样品液体，分别连续进行实验平行测定 7 次，其测试结果见表 5。参照 DZ/T0130-2006《地质矿产实验室测试质量管理规范》的技术要求规定，进行精密度测定时，重复测定次数至少为 6，被测组分在检出限三倍以内，精密度 (RSD) 小于 15%，在检出限三倍以上，精密度 (RSD) 小于 10%，本试验重复测定次数为 5，铁矿石样品中硅含量在在检出限三倍以上范围，精密度在允许范围之内，检测结果说明本法精密度好。

同时进行加标试验，加入不同质量浓度的硅元素工作标准溶液到这两份铁矿石样品中，对其连续进行测定 3 次，用其平均值计算回收率，其测试结果见表 6。通过表 6 确定，该试验方法测定硅元素试验成果的回收率分别为 104% 和 110%。参照 DZ/T0130-2006《地质矿产实验室测试质量管理规范》的技术要求规定，被测组分在 ppm 级，回收率范围 104%~110%，检测成果表明该方法测定硅元素的数据准确度高。

表 5 方法精密度试验结果

样品序号	元素	测定值/%	平均值/%	RSD/%
1	Si	3.50、3.54、3.55、3.46、 3.46、3.48、3.45	3.49	1.17
2	Si	2.58、2.62、2.59、2.58、 2.60、2.65、2.63	2.61	1.02

表 6 加标回收试验结果

元素	本底值/%	加标量/%	测定值/%	回收率/%
Si	3.49	0.50	4.01	104
	2.61	0.50	3.16	110

3.4 对比试验

采用 2 个铁矿石中二氧化硅标准参考样 [国家标准物质，编号分别是 GBW07218a)、GBW07218]，用本实验方法与 GB/T6730-1986《国家标准局·铁矿石化学分析法》测定结果进行对比试验，测试成果数据见表 7。参照《地质矿产实验室测试质量管理规范》的技术要求规定，方法准确度为测定平均值与标准值的偏差，标准值含量范围在三倍检出限以上时，相对误差 (RE) 范围要求在 $< \pm 15\%$ ，由表 7 可知，本次方法与国标方法对比，它们的相对误差范围在 $-1.51\% \sim 0.29\%$ 区间。因此，使用本次方法测定二氧化硅在铁矿石中的含量，与国家标准方法测定结果基本相同，没有显著差异，偏差在国家标准规定范围内，证明本次试验方法精确可信。

表 7 加标回收试验结果

元素	样品编号	标准值/%	本方法测定值/%	国标方法值/%	RE/%
Si	GBW07218a	3.48	3.49	3.47	0.29
	GBW07218	2.65	2.61	2.62	-1.51

4 结论

通过上述实验，确立了以高温碱熔处理和盐酸提取，制备岩石样品母液，采用电感耦合等离子体发射光谱法测定铁矿中二氧化硅含量的方法。岩石样品处理和制备过程简洁方便，安全易懂；实验方法准确度高，精密度好。同时，与滴定法、重量法、X 射线荧光光谱法、紫外分光光度法等方法相比较，能很好的减少了酸碱等化学试剂的使用量，保障测试人员的健康，降低对周围环境的污染和破坏，提高了实验效率降低了实验成本。因此，本实验方法的确立，能为测定铁矿中二氧化硅含量提供了一种快速、准确、有效、安全的检测方法，也拓展了实验测试的思维。

参考文献

- [1] 中华人民共和国地质矿产行业标准 DZ/T0130-2006《地质矿产实验室测试质量管理规范》，北京，中国标准出版社，2007。
- [2] GB/T6730-1986《国家标准局·铁矿石化学分析法》。
- [3] 《岩石矿物分析》，北京，地质出版社，第四版，2011。