

Study on the Content of V_2O_5 in High Titanium Slag Using Standard Addition Method

Fuchang Xu, Lingxian Chen, Hao Yang, Liqin Yan

Yunnan New Independent Pioneer Metals Corporation, Kunming Yunnan
Email: xufuchang_xu@163.com

Received: Aug. 8th, 2015; accepted: Aug. 28th, 2015; published: Sep. 10th, 2015

Copyright © 2015 by authors and Hans Publishers Inc.
This work is licensed under the Creative Commons Attribution International License (CC BY).

<http://creativecommons.org/licenses/by/4.0/>



Open Access

Abstract

This research aimed at impurity analysis of high titanium slag after smelting by electric furnace, and used standard addition method to measure V_2O_5 value in high titanium slag. At present, in domestic impurity standards of high titanium slag and V_2O_5 , there is no V_2O_5 standard in high titanium slag standard, and V_2O_5 value in high titanium slag cannot be measured by XRF and ICP all the time. By analyzing a large number of samples, V_2O_5 value in standard samples was determined, so that V_2O_5 value in unknown samples (*i.e.*, high titanium slag) was measured, applying to the new curve of XRF and ICP. The results are accurate and can meet the production requirement.

Keywords

High Titanium Slag, Standard Addition Method, V_2O_5

标准加入法定值高钛渣中 V_2O_5 含量的研究

徐福昌, 陈玲仙, 杨浩, 严丽琴

云南新立有色金属有限公司, 云南, 昆明
Email: xufuchang_xu@163.com

收稿日期: 2015年8月8日; 录用日期: 2015年8月28日; 发布日期: 2015年9月10日

摘要

本研究是针对经电炉熔炼后高钛渣中杂质分析等问题, 进行了用标准加入法定出高钛渣标准中的 V_2O_5 的

值。目前,国内高钛渣及 V_2O_5 等杂质标准,但高钛渣标准中无 V_2O_5 的标准,高钛渣中 V_2O_5 一直无法用XRF及ICP进行测定。现通过做了大量的样品分析,确定了标准样品中的 V_2O_5 的值,从而对未知样(即高钛渣)进行测定 V_2O_5 的值,应用到XRF及ICP新建曲线中。结果准确,可以满足生产需要。

关键词

高钛渣, 标准加入法, V_2O_5

1. 引言

我国蕴藏着丰富的钛磁铁矿,但因共存有硅、钙、镁、铬、钒等,其高炉冶炼技术较为复杂,综合成本较高,因此影响此类矿产的使用。为了提高钛磁铁矿和其资源的综合利用值,因此要对其成分进行准确的定量测定。电感耦合等离子体原子发射光谱法由于具有检出限低[1]、精密度高、基体效应小、线性范围宽和多种元素同时测定等特点,已在微量元素分析中得到广泛应用。现用 ICP 标定出标准高钛渣中 V_2O_5 的值,作出关于 V_2O_5 的标准曲线,从而能准确、快速对公司高钛渣中 V_2O_5 的含量做出分析。

2. 试验部分

2.1. 实验仪器和试剂

2.1.1. 实验仪器

电感耦合等离子体发射光谱仪[2] 6300、马弗炉、铂金坩埚(30 ml)、容量瓶(100 ml)、聚四氟乙烯烧杯(500 ml)。

2.1.2. 仪器工作条件

电感耦合等离子体发射光谱仪(ICP)工作条件[3]如表 1。

2.1.3. 实验试剂

四硼酸钠($Na_2B_4O_7 \cdot 10H_2O$)、无水碳酸钠(Na_2CO_3)、HCL (1 + 1)、国家标准溶液钒。

2.2. 实验原料

以基准样 A 和高钛渣为实验原料,高钛渣为分别从不同批次钛渣中抽取六个未知样品(1, 2, 3, 4, 5, 6),未知样品中 TiO_2 的含量如表 2。

2.3. 实验原理

利用标准加入法[4]定值出标准样品中的含量,用标准样品的含量在 ICP 上新建一条曲线,对未知样品进行测定。

2.4. 实验步骤

称取 0.8 g 无水碳酸钠置于 30 ml 的铂金坩埚底部,从高钛渣样品中称取 0.10000 g 的样品,再称取 0.4g 的四硼酸钠覆盖样品上面,充分混匀,放于马弗炉(温度预先开到 $500^\circ C$)烘 5 min 左右,待马弗炉温度升高到 $920^\circ C$ 时取出样品稍冷,置于 500 ml 聚四氟乙烯烧杯中,各加入 30 ml (1 + 1)的 HCL,等反应结束后,清洗出铂金坩埚,将溶液移入 100 ml 的容量瓶中定容。

同以上所述的方法,称取 4 个基准样 A 分别定容于容量瓶 A1、A2、A3、A4 中,然后向 A1、A2、A3、A4 中分别加入 0 ml、5 ml、10 ml、15 ml 国家标准溶液钒,以 A1、A2、A3、A4 建立一条体积浓

度和光强相关的曲线 I。然后把 1、2、3、4、5、6 号样品同上述方法溶解，以曲线 I 为工作曲线，反复 10 次测出样品中 V_2O_5 的含量。

3. 结果与讨论

在选定的最佳工作条件下，对基准样 A 进行测定结果如表 3，基准样 A1、A2、A3、A4 以体积浓度和光强相关的曲线 I 如图 1。

以曲线 I 为工作曲线，反复 10 次测出未知样品中 V_2O_5 的含量，结果如表 4。

通过表 3 和表 4 的数据可以看出利用该方法测定基准样、未知样中的 V_2O_5 含量与实际值非常接近均在允许误差范围内，说明该方法建立的曲线可以准确的测定样品中 V_2O_5 的含量。

Table 1. Parameters of instrument

表 1. 仪器工作参数

泵速(rpm)	RF 功率(W)	雾化器压力(psi)	辅助气流量(L/min)	积分时间(s)	
				Uv	Vis
100	1150	30	0.5	20	10

Table 2. Contents of TiO_2 in unknown samples

表 2. 未知样品中 TiO_2 的含量

样品编号	1	2	3	4	5	6
样品中 TiO_2 的含量/%	73.11	84.14	86.41	87.42	88/63	91.11

Table 3. Reference sample A test results

表 3. 基准样 A 测定结果

名称	浓度		差异		信号		权重
	设定值	测定值	Diff	%	(S)R	标准偏差	
A1	0.0000	-0.0004	0.000	0.000	10136	37.2	1
A2	5.0000	5.0719	0.072	1.440	268470	1330	1
A3	10.0000	9.9476	0.052	0.524	516810	4350	1
A4	15.0000	14.981	0.019	0.130	773160	6360	1

Table 4. V_2O_5 content in unknown samples

表 4. 未知样品中的 V_2O_5 含量

样品编号	实验次数										样品中 V_2O_5 的平均值(%)	未知样品实际值(%)
	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10		
1	0.3705	0.3558	0.3439	0.3488	0.3333	0.3458	0.3419	0.3349	0.3141	0.3340	0.3423	0.3319
2	0.3495	0.3009	0.3333	0.3234	0.3198	0.3370	0.3111	0.3131	0.3320	0.3319	0.3252	0.3215
3	0.3391	0.3019	0.3118	0.3225	0.3222	0.3298	0.3166	0.2919	0.3000	0.3192	0.3155	0.3220
4	0.3664	0.3589	0.3434	0.3288	0.3116	0.3288	0.3333	0.3285	0.3397	0.3509	0.3390	0.3432
5	0.2937	0.2885	0.2765	0.2868	0.2658	0.2588	0.2525	0.2695	0.2788	0.2583	0.2231	0.2134
6	0.2532	0.2483	0.2222	0.2298	0.2388	0.2178	0.2000	0.2483	0.2555	0.2411	0.2355	0.2244

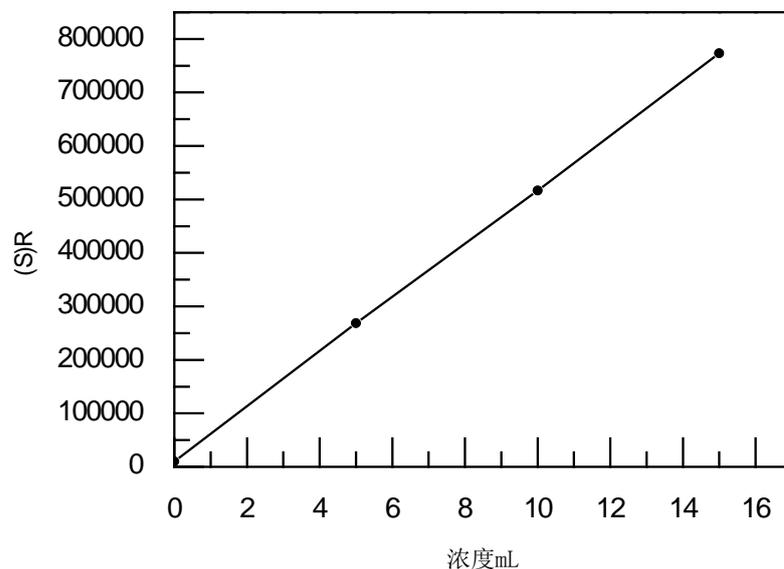


Figure 1. Reference sample intensity curve

图 1. 基准样光强曲线

4. 结论

1) 该方法定值出的 V_2O_5 标准值，应用到日常的分析当中，解决了 V_2O_5 分析的空白。

2) 通过和国标分析结果对比后其结果准确，可以更迅速准确的测定样品中 V_2O_5 的含量满足生产化验分析及时准确的要求。

参考文献 (References)

- [1] 李冰 (2005) 电感耦合等离子体质谱原理和应用. 地质出版社, 北京.
- [2] 辛仁轩 (2012) 电感耦合等离子体发射光谱仪原理及其应用. 化学工业出版社, 北京.
- [3] 成勇 (2005) 电感耦合等离子体原子发射光谱法测定高钛渣铁中锰磷钒. *冶金分析*, **6**, 58-61.
- [4] 常松 (2011) 标准加入法-洗脱法测定高盐食品中铅含量. *安徽农学通报*, **18**, 64-65.