

试验研究

# 复合精炼球团中 SiO<sub>2</sub>、CaO、MgO 等 7 组分的测定

王俊秀, 博士刚, 张小燕, 魏新晖, 李龙霞

(山东鲁丽钢铁有限公司, 山东 寿光 262724)

**摘要:** 试样用混合熔剂熔融, 稀盐酸浸取, 定容, 移取部分试液, 通过控制各元素的酸度, 分别用光度法测定 SiO<sub>2</sub> 和 P; EG-TA 滴定法测定 CaO, EDTA 滴定法测定 MgO; 强碱沉淀分离氟盐置换、EDTA 滴定法测定 TAl。另称取 1 份试样用三氯化铁溶解, 加入过量的氢氧化钠, 滤液在 pH 值 4.5 的乙酸—乙酸钠缓冲介质中, 加入过量的 EDTA 标准溶液, 在煮沸条件下与 MAI 络合后, 以 PAN 为指示剂, 用铜标准溶液返滴定过量的 EDTA; 加氟化物取代, 铜标准溶液二次返滴定, 计算 MAI 量, 再换算为 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 量。实验确定三氯化铁浓度为 8%、用量 50 mL 及用振荡器或摇动的最佳时间为 60 min。该方法测定 SiO<sub>2</sub>、CaO、MgO、P、Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 及 MAI 的相对偏差分别小于 0.718%、2.819%、1.171%、7.143%、0.178% 和 1.013%, 完全满足快速分析的需要。

**关键词:** 复合精炼球团; 混合熔剂; 三氯化铁; 二次沉淀分离; 滴定法

中图分类号: O655.2; O657.3

文献标识码: A

文章编号: 1004-4620(2012)06-0048-04

## 1 前言

钢铁工业的迅速发展对钢水纯净度提出了更高的要求, 使用具有精炼和调渣功能的多种调渣剂, 是降低钢液中的气体和夹杂物含量的一个有效方法, 其主要功能是脱氧、脱硫降低钢中气体含量, 去除夹杂物, 调整渣的黏度和流动性<sup>[1]</sup>。精炼球团是一种新型炼钢复合合金材料, 其主要化学成分为 SiO<sub>2</sub>、CaO、MgO、P、Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>、金属铝(MAl)等。其中起到脱氧、降低钢中气体含量作用的主要是 MAl, 因此准确测定 MAl 等组分的含量具有重要意义。至今未见有关复合精炼球团的分析方法报道, 也没有国标及企业标准方法可循。

根据多年的分析工作经验, 在参考有关相似元素分析方法的基础上<sup>[2-8]</sup>, 经过实验, 制定了复合精炼球团中 SiO<sub>2</sub>、CaO、MgO、P、Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 总量及 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 的联合测定方法。

试样以混合溶剂熔融, 用盐酸酸化、定容, 以同一母液联合快速测定复合精炼剂球团中 SiO<sub>2</sub>、CaO、MgO、P、Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 总量(实为 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 与 MAl 含量)。再另称取 1 份试样用三氯化铁溶解处理后, 利用 MAl 易溶解于三氯化铁而 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 不被溶解的特性<sup>[1-2]</sup>, 用定量滤纸过滤 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 等不溶物与 MAl 分离。滤液定容, 移取部分滤液加高氯酸冒烟处理, 以除尽样品中可能存在的氟离子, 加入过量的氢氧化钠强碱使 Fe、Mn、Ti 等干扰元素沉淀, 而氢氧化铝则溶于过量的氢氧化钠中, 形成偏铝酸钠存留于溶液中, 用盐酸调节 pH 值后, 加入过量的 EDTA 标准溶液与铝络合, 以

PAN 作指示剂, 用铜标准溶液返滴定过量的 EDTA 标准溶液后, 以氟化铵加热煮沸解蔽 EDTA-Al, 在乙酸—乙酸钠缓冲介质中, 用 PAN 作指示剂, 用铜标准溶液滴定释放出 EDTA, 借此计算 MAl 含量, 从铝总量中减去 MAl 量之差, 再乘以 1.89 即为试样中 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 的含量。

## 2 实验部分

### 2.1 试剂

1) 混合溶剂: 无水碳酸钠+四硼酸钠+无水碳酸钾=3+2+1; 2) 盐酸(1+1),  $\rho=1.19$  g/mL; 3) 3% 钼酸铵溶液; 4) 草硫混酸: 草酸(4%) 4份与硫酸(1+3.5) 1份混合; 5) 6% 硫酸亚铁铵溶液: 称取 60 g 硫酸亚铁铵溶解于预先加有 5 mL 硫酸(1+1) 的少量水中, 再用水稀释至 1 000 mL, 混匀; 6) 三乙醇胺(1+3); 7) 1% 半胱氨酸溶液; 8) 20% 氢氧化钾溶液; 9) 钙黄绿素指示剂: 称取 0.1 g 钙黄绿素, 0.14 g 百里香酚酞与 5 g 氯化钾混匀研细烘干, 冷却后盛于棕色瓶中; 10) 5% 酒石酸钾钠溶液; 11) 2% 铜试剂溶液; 12) 氨水(1+1); 13) 酸性络兰 K—萘酚绿 B 混合指示剂: 称取酸性络兰 K 0.2 g 及 0.4 g 萘酚绿 B 与 100 g 氯化钾混匀研细, 烘干冷却后盛于棕色瓶中; 14) EGTA 标准溶液(0.007 133 mol/L): 称取 3.90 g EGTA 于 400 mL 烧杯中, 加入 250 mL 水低温加热溶解, 在不断搅拌下滴加氢氧化钾溶液(20%) 至完全溶解后冷却, 移入 1 000 mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度, 摇匀; 15) 40% 氢氧化钠溶液; 16) 高氯酸( $\rho=1.67$  g/mL); 17) 酚酞指示剂(0.4% 乙醇溶液); 18) EDTA 标准溶液(0.007 162 mol/L); 19) 乙酸—乙酸钠缓冲溶液(pH 值=4.5): 称取 77 g 无水乙酸钠溶解于水中, 加入 59 mL 冰乙酸, 用水稀释至 1 000 mL, 混匀; 20) PAN 指示剂(0.2% 乙醇溶液); 21) 15% 氟化铵溶液; 22) 铜标准溶液

收稿日期: 2012-07-23

作者简介: 王俊秀, 女, 1973 年生, 1994 年毕业于潍坊学院化学分析专业。现为山东鲁丽钢铁有限公司质检科科长, 高级工程师, 从事分析方法的实验及质量管理工作。

(0.003 842 mol/L):称取纯铜 1.220 7 g 于 150 mL 锥形瓶中,加 25 mL 硝酸(1+3),在低温电炉上加热溶解后,煮沸除尽氮氧化物,取下冷却,沿瓶壁加水约 30 mL 冷却后,移入 5 000 mL 瓶中,用水稀释至 5 000 mL,混匀备用;23)三氯化铁溶液:称取 80 g 三氯化铁溶解于 1 000 mL 冷水中,混匀;24)0.1%纯铁溶液,称取 1 g 纯铁(含铁量 99.99%)于 150 mL 锥形瓶中,加 30 mL 硝酸(1+3)低温加热溶解,煮沸除尽氮氧化物,取下冷却,用水稀至 1 000 mL,混匀;25)1%硝酸铋溶液:称取 1 g 硝酸铋溶解于 100 mL 硝酸(1+3)中;26)硫代硫酸钠—无水亚硫酸钠溶液:称取 0.2 g 硫代硫酸钠及 1 g 无水亚硫酸钠溶解于 100 mL 水中,混匀。

## 2.2 实验方法

### 2.2.1 试样溶液的制备

称取 0.200 0 g 试样置于盛有 2~3 g 混合溶剂的铂金坩埚中,混匀,再覆盖 1 g 混合溶剂,盖上坩埚盖,于 950~1 000 °C 高温炉中熔融 8~10 min,取出稍冷,置于盛有 100 mL 热水的 250 mL 烧杯中,加 20 mL 盐酸,在低温电炉上加热浸取至熔融物全部溶解,用水冲洗净坩埚,冷却后移入 500 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀为母液 A(可供测定 SiO<sub>2</sub>、MgO、CaO、P、总 Al 量及 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 用)。

### 2.2.2 钼蓝光度法测定 SiO<sub>2</sub>

移取 5 mL 母液 A(2.2.1)于 100 mL 容量瓶中,加 10 mL 钼酸铵溶液,摇匀,置于沸水浴中加热 30 s,取出以流水冷却至室温,加 25 mL 草硫混酸、5 mL 硫酸亚铁铵溶液,用水稀释至刻度,摇匀。以适当的比色皿,水为参比液,于波长 680 nm 处测定吸光度值。

### 2.2.3 EGTA、EDTA 滴定法测定 CaO、MgO

移取 50 mL 母液 A(2.2.1)于 250 mL 烧杯中,加 100 mL 水,10 mL 三乙醇胺,摇匀,加 20 mL 氢氧化钾溶液,半胱氨酸溶液 2 mL,摇匀,加少许钙黄绿素—百里香酚酞指示剂,用 EGTA 标准溶液滴定,在用玻璃棒不断搅拌下,由向而下观察至试液中绿色荧光消失变为玫瑰红色为终点(需要黑色背景)。

移取 50 mL 母液 A(2.2.1)于 500 mL 锥形瓶中,加 50 mL 水、10 mL 酒石酸钾钠溶液、10 mL 三乙醇胺、10 mL 氨水调节试液 pH 值,摇匀,加 2 mL 铜试剂溶液,加 EGTA 标准溶液,加入量等于滴定 CaO 时所消耗溶液的 mL 数并过量 0.5 mL,放置 1 min。加入少许酸性络兰 K—茶酚绿 B 混合指示剂,用 EDTA 标准溶液滴定至试液由暗红色变蓝绿色为终点。

按下式计算 CaO、MgO 的质量分数(%):

$$\text{CaO} = \frac{C_1 \times V_1 \times 56.08 / 1\,000}{m \times 50 / 500} \times 100 \quad ;$$

$$\text{MgO} = \frac{C_2 \times V_2 \times 40.31 / 1\,000}{m \times 50 / 500} \times 100 \quad \circ$$

式中: C<sub>1</sub> 为 EGTA 标准溶液的浓度, mol/L; V<sub>1</sub> 为滴定 CaO 时所消耗 EGTA 标准溶液的体积, mL; 56.08 是 CaO 的摩尔质量, g/mol; C<sub>2</sub> 为 EDTA 标准溶液的浓度, mol/L; V<sub>2</sub> 为滴定 MgO 时所消耗 EDTA 标准溶液的体积, mL; 40.31 是 MgO 的摩尔质量, g/mol; m 为称取试样量, g。

### 2.2.4 磷钼钼蓝光度法测定 P

移取 50 mL 母液 A(2.2.1)于 150 mL 锥形瓶中,加 4 mL 高氯酸,加热蒸发冒烟至瓶口,取下稍冷却,加 20 mL 水,加热溶解盐类后,取下冷却至室温,加 5 mL 硝酸铋溶液、5 mL 硫代硫酸钠—无水亚硫酸钠溶液、10 mL 抗坏血酸溶液、5 mL 酒石酸钾钠溶液、5 mL 钼酸铵溶液(每加 1 种试剂都要摇匀)。放置 10 min,以适当比色皿,水为参比液,在 680 nm 处测定吸光度值。用含 P 量相近似的黏土标样按同样方法操作测定吸光度值换算 P 的质量分数。

### 2.2.5 测定总 Al 量

采用强碱沉淀分离 EDTA 滴定法测定总 Al 量。移取 25 mL 母液 A(2.2.1)于 250 mL 高型烧杯中,加 6 mL 高氯酸,加热蒸发冒烟至近干,取下稍冷却,加 2 mL 盐酸,沿杯壁冲洗加水约 40 mL,加 10 mL 纯铁溶液、15 mL 氢氧化钠溶液(40%),搅拌后加热煮沸 1~2 min,取下,用脱脂棉过滤于 500 mL 锥形瓶中,用热水洗涤铁等沉淀物及脱脂棉 6~8 次。于滤液中加入酚酞指示剂 3 滴,用盐酸(1+1)调节滤液至红色消失并过量 2 滴,加 30 mL EDTA 标准溶液、25 mL 乙酸—乙酸铵缓冲溶液、PAN 指示剂 8 滴,用铜标准溶液滴定至玫瑰红色(不计量)。加 10 mL 氟化铵溶液,煮沸 3 min,取下用流水冷却至 70 °C,补加 10 mL 乙酸—乙酸铵缓冲溶液,补加 PAN 指示剂 3 滴,用铜标准溶液滴定至突变玫瑰红色为终点。按下式计算总 Al 量(% , 实为 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 中 Al 与 MAI 之和)。

$$\text{总 Al} = \frac{T \times V_3 \times 0.529\,2}{m \times 25 / 500} \times 100 \quad \circ$$

式中: T 为每 mL 铜标准溶液相当于 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 的滴定度, g/mL; V<sub>3</sub> 为滴定试样中 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 总量时所消耗铜标准溶液的体积, mL; 0.529 2 为由 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 换算为 Al 的系数。

### 2.2.6 测定 MAI

采用三氯化铁溶解—强碱分离 EDTA 滴定法测定 MAI。称取 0.500 0 g 试样于 250 mL 锥形瓶中,加入 50 mL 三氯化铁溶液,塞紧胶塞。置于振荡器上振荡(或手摇动)60 min,移入 250 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。用中速定量滤纸过滤于干锥形瓶中为母液 B。

移取 50 mL 母液 B (2.2.6) 于 250 mL 高型烧杯中, 加 6 mL 高氯酸, 加热蒸发冒烟至近干, 以除尽氟离子, 取下稍冷, 加 10 mL 盐酸溶解盐类后, 移入 500 mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度摇匀为母液 C。

移取 50 mL 母液 C 于 250 mL 高型烧杯中, 加 10 mL 纯铁溶液、15 mL 氢氧化钠溶液 (40%), 搅拌后加热煮沸 1 min, 取下, 用脱脂棉过滤于 500 mL 锥形瓶中, 用热水洗涤 Fe、Mn、Ti 等氢氧化物沉淀 6~8 次。于滤液中加入酚酞指示剂 3 滴, 用盐酸 (1+1) 调节滤液红色消失并过量 2 滴, 加 30 mL EDTA 标准溶液 (视含铝量加入), 20 mL 乙酸—乙酸铵缓冲溶液, 加热煮沸 3 min, 取下用流水冷却至 65~70 °C, 加 PAN 指示剂 8 滴, 用铜标准溶液滴定突变至玫瑰红色 (不计量), 加 10 mL 氟化铵溶液, 煮沸 3 min, 取下用流水冷却至 65~70 °C, 加 10 mL 乙酸—乙酸铵缓冲溶液, 补加 PAN 指示剂 3 滴, 用铜标准溶液滴定至突变玫瑰红色为终点。

按下式计算 MAI 的质量分数 (%):

$$MAI = \frac{C_3 \times V_3 \times 26.981 / 1000}{m} \times 100$$

式中:  $C_3$  为铜标准溶液的浓度, mol/L;  $V_3$  为滴定 MAI 时所消耗铜标准溶液的体积, mL; 26.981 为 MAI 的摩尔质量, g/mol。

### 2.2.7 测定 $Al_2O_3$

按下式计算  $Al_2O_3$  的质量分数 (%):

$$Al_2O_3 = (Al \text{ 总量} - MAI \text{ 量}) \times 1.89$$

式中: Al 总量 (%) 为由 EDTA 滴定法测定母液 A 中 Al 总量; MAI 量为由 EDTA 滴定法测定母液 C 中 MAI 量; 1.89 为由 Al 换算为  $Al_2O_3$  的系数。

## 3 实验结果与讨论

因至今没有复合精炼球团标准样品, 故选择了 3 个不同含量的复合精炼球团样品, 按实验方法进行测定, 每一样品平行测定 6 次, 结果见表 1。

表 1 样品中  $SiO_2$ 、CaO、MgO、P、 $Al_2O_3$  及 MAI 的测定结果 %

组分	样品编号	测定值 (n=6)	平均值	标准偏差	相对标准偏差
$SiO_2$	2011-7-9	8.09, 8.12, 8.04, 7.99, 8.14, 8.12	8.08	0.058	0.718
	2011-9-6	7.62, 7.52, 7.60, 7.56, 7.49, 7.56	7.56	0.048	0.635
	2012-3-9	8.54, 8.60, 8.58, 8.52, 8.62, 8.50	8.56	0.047	0.549
CaO	2011-7-9	2.09, 2.16, 2.12, 2.16, 2.09, 2.23	2.14	0.053	2.477
	2011-9-6	2.62, 2.52, 2.54, 2.58, 2.54, 2.58	2.56	0.037	1.445
	2012-3-9	2.34, 2.30, 2.20, 2.34, 2.26, 2.20	2.27	0.064	2.819
MgO	2011-7-9	6.04, 6.18, 6.12, 6.22, 6.12, 6.22	6.15	0.070	1.138
	2011-9-6	5.52, 5.48, 5.58, 5.48, 5.62, 5.62	5.55	0.065	1.171
	2012-3-9	5.20, 5.16, 5.28, 5.24, 5.32, 5.24	5.24	0.057	1.088
P	2011-7-9	0.031, 0.036, 0.032, 0.036, 0.031, 0.036	0.034	0.002	5.882
	2011-9-6	0.038, 0.041, 0.045, 0.044, 0.041, 0.044	0.042	0.003	7.143
	2012-3-9	0.051, 0.048, 0.052, 0.048, 0.046, 0.043	0.048	0.003	6.250
$Al_2O_3$	2011-7-9	43.18, 43.36, 43.22, 43.26, 43.36, 43.22	43.27	0.077	0.177
	2011-9-6	39.78, 39.83, 39.88, 39.72, 39.83, 39.92	39.83	0.071	0.178
	2012-3-9	42.16, 42.26, 42.19, 42.36, 42.26, 42.36	42.27	0.068	0.161
MAI	2011-7-9	18.68, 18.78, 18.59, 18.74, 18.89, 18.59	18.85	0.191	1.013
	2011-9-6	15.96, 16.04, 15.88, 15.82, 15.92, 15.82	15.91	0.086	0.540
	2012-3-9	9.39, 9.39, 9.22, 9.32, 9.18, 9.22	9.28	0.093	1.002

由表 1 可知, 该方法  $SiO_2$ 、CaO、MgO、P、 $Al_2O_3$  及 MAI 的相对偏差分别 <0.718%、2.819%、1.171%、7.143%、0.178% 和 1.013%, 有较好的重现性。

### 3.1 样品粒度的选择

复合精炼球团样品属于铝硅等材料, 其主要成分为  $Al_2O_3$ 、MAI 和  $SiO_2$ , 另含有少量 CaO、MgO、P 等, 因样品中 MAI 是用三氯化铁溶液在室温条件下浸取溶解, 样品粒度对 MAI 测定结果的影响较大。选择复合精炼球团中含 MAI 15.96% 的样品, 制备成不同粒度, 以实验样品粒度对测定结果的影响。实验表明,  $SiO_2$ 、CaO、MgO、P、 $Al_2O_3$  总量测定结果都很稳定, 唯有 MAI 分析结果偏低。究其原因, 测定 MAI 时

样品是在室温条件下进行溶解, 因此样品粒度对测定结果的影响较大。实验结果证明, 当样品粒度达到 0.125 mm 时, 对测定 MAI 没有影响, 分析结果稳定。样品粒度过大, 造成 MAI 在室温条件下浸取溶解不完全, 测定结果偏低。因此, 本法选择样品粒度  $\geq 0.125$  mm。

### 3.2 三氯化铁溶液的浓度及用量的选择

由于铝离子是在 pH 值约 3.5 时开始生成  $Al(OH)_3$  沉淀, 当 pH 值为 5.3 时沉淀完全<sup>[2]</sup>。因此用三氯化铁浸取溶解复合精炼球团样品时要控制三氯化铁溶液 pH 值为 1~2, 此时铝离子不会水解形成沉淀, 同时可将 MAI 和  $Al_2O_3$  分离。因此三氯化铁溶

液的浓度和用量过小,会使金属铝浸取溶解不完全,致使测定MAI结果偏低且不稳定;三氯化铁溶液的浓度和用量过大,会引起较多的铁离子,使沉淀吸附铝离子分离不完全,造成MAI结果不稳定。选择6%、7%、8%、9%的三氯化铁溶液浸取溶解样品,按实验方法用三氯化铁分离后测定MAI。实验结果表明,三氯化铁浓度在8%以上时测定结果较稳定。选择三氯化铁溶液浓度为8%,选择20、30、40、50、60 mL的用量,按实验方法测定MAI。结果表明,三氯化铁溶液用量在50 mL以上时测定MAI结果稳定。为此,本实验选择三氯化铁溶液用量为50 mL。

### 3.3 振荡器上振荡或用手摇动时间的选择

振荡时间较短时,会造成MAI浸取溶解不完全,测定MAI结果偏低且不稳定;振荡时间拖长时,会造成实验流程时间过长。采用50 mL三氯化铁溶液(8%)浸取溶解样品,选取振荡或摇动时间为30、40、50、60、70 min,按照实验方法测定MAI。结果表明,振荡时间超过60 min时测定MAI结果更稳定。本实验振荡或手摇动时间选择为60 min。

### 3.4 EDTA加入量的选择

最常用的铝离子络合剂是EDTA,在返滴定氟盐置换测定复合精炼球团中MAI和Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>时,EDTA加入量必须保证络合完全,如果EDTA加入量不足,在铝配位不完全的情况下,会形成Al(OH)<sub>3</sub>沉淀使溶液出现浑浊现象,此时应用加入NaOH至溶液澄清透明后,补加EDTA,再用盐酸(1+1)调节酸度,EDTA标准溶液加入量以过量10 mL左右为宜。

### 3.5 EDTA与铝络合条件的选择

由于EDTA与铝离子络合反应缓慢,在EDTA

络合反应和氟化物络合反应时,均需要煮沸并保持一定时间,以确保络合反应完全,否则使铝测定结果偏低。为确保络合完全,本方法在加入EDTA和氟化物后均以加热煮沸3 min为宜。

## 4 结 语

用碱熔酸化的方法处理样品,用同一母液对SiO<sub>2</sub>、CaO、MgO、TAI、P、Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>等多组分进行测定,减少了样品单独处理过程,大大缩短了分析周期。利用MAI易溶解于三氯化铁溶液(8%),而Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>不溶解于三氯化铁溶液的特性<sup>[1-2]</sup>。另称取1份样品用三氯化铁溶液处理,达到MAI与Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>分离的目的,将氟盐置换EDTA滴定法应用到复合精炼球团中MAI和Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>含量的测定,取得了令人满意的结果。

### 参考文献:

- [1] 陈涛,高玲.EDTA滴定法测定调渣剂中的金属铝[J].云南冶金,2009,38(1):56-58.
- [2] 陈寿椿.重要无机化学反应[M].上海:上海科学技术出版社,1983.
- [3] 王俊秀,薛明浩.钢芯铝块铁铝比例和铝纯度的纯度[J].冶金标准化与总量,2008(1):16-18.
- [4] 王际祥.磷铋钨光度法快速测定生铁中磷[J].美国化学文摘,1992,117(4):112.
- [5] 徐盘明.实用金属材料分析方法[M].合肥:中国科学技术大学出版社,1990.
- [6] 王际祥.用半胱氨酸作测定钙的掩蔽剂[J].山东冶金,1985(2):41-42.
- [7] 鞍钢钢研所.实用冶金分析[M].沈阳:辽宁科学技术出版社,1992:358-359.
- [8] R·浦希比.实用络合滴定法[M].李焕然,译.广州:中山大学出版社,1987:420-421.

## Determination of the SiO<sub>2</sub>, CaO, MgO, TAl, P, MAI and Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> in Composite Refining Pellet

WANG Junxiu, FU Shigang, ZHANG Xiaoyan, WEI Xinhui, LI Longxia,

(Shandong Luli Iron and Steel Co., Ltd., Shouguang 262724, China)

**Abstract:** The sample melted with mixed flux, leaching with dilute hydrochloric acid, constant volume, removing a part of solution, through the control of the acidity of each element, respectively the SiO<sub>2</sub> and P were determined by photometric method; the CaO was determined by EGTA titration method and the MgO was determined by EDTA titration method; the TAl was determined by alkali precipitation separation of fluoride salt replacement and EDTA titration method. The other a sample with ferric chloride dissolving, excess sodium hydroxide was added. The filtrate in acetic acid-ammonium acetate buffer solution at pH 4.5 was added excessive EDTA standard solution and made complexation with the MAI in the boiling condition. Making PAN as indicator, using copper standard solution back titration of excess EDTA, adding fluoride to replace copper standard solution, two times back titration, the mass fraction of the MAI was calculated and the mass fraction of the Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> was converted. The concentration and dosage of the ferric chloride determined by test are 8% and 50 mL and the best shake time or by an oscillator is 60 min. The RSDs of SiO<sub>2</sub>, CaO, MgO, P, TAl, Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> and MAI respectively are less than 0.718%, 2.819%, 1.171%, 7.143%, 0.178 % and 1.013%, fully satisfying the need of fast analysis.

**Key words:** composite refining pellet; mixed flux; ferric chloride; secondary precipitation separation; titration