

铝矾土中有效铝和活性硅的测定

Determination of Available Alumina and Reactive Silica in Bauxite

铝矾土是用来提取氧化铝的重要经济矿石,而氧化铝被冶炼为金属铝。评价铝矾土矿石的经济价值有两个重要指标:有效铝和活性硅。有效铝就是指利用模拟 Bayer 工艺条件下可以提出来的 Al_2O_3 的净含量。活性硅就是指在 Bayer 工艺条件下可以与 NaOH 反应的硅化物的含量。在低温 Bayer 冶炼工艺中,反应硅主要来源于黏土成分的溶解,随着工艺温度的提高,溶解的石英组分也会增加活性硅的含量。由于溶解的硅最后以硅铝钠方式沉淀下来,需要消耗 NaOH,对成本有很大影响,所以活性硅的含量是铝矾土的重要指标。

以前,人们利用实验室规模的不锈钢高压罐来模拟生产条件进行消解,一般温度为 145°C ,最高 250°C 。但是用这些设备的主要困难在于如何将这些容器预加热到工作温度,以及如何在规定的时间内(30 min)保持消解温度。微波加热消解罐在温度控制方面提供了精确而有效的方式。

对于成功的微波消解过程的一个关键因素就是要保证没有气相成分从消解罐中泄露。如果发生泄露,NaOH 的浓度就会升高,结果就会有差错。与其他厂家的微波消解罐相比,Anton Paar 的微波消解罐可以确保无泄露,从而可以保证准确的分析结果。为了验证是否有泄露发生,消解前后分别对消解罐进行称重测量。

由于不同铝矾土冶炼厂有不同的消解条件,并且没有标定的参比物可以适用于所有指定的消解条件;因此,本研究的目的为:① 确定在特定消解条件下分析的精度;② 监测消解过程泄露的可能;③ 对于 48 位转子,检查外、中、内三圈消解罐之间是否有系统性差异。

1 实验部分

1.1 仪器设备

采用带 48 位转子(48MF50)的 Multiwave 3000 微波消解系统(图 1),奥地利安东帕公司(Anton Paar GmbH)。消解液利用不同厂家的 ICP-AES 进行分析,该测定步骤无明显差异。

1.2 样品

选择来自澳大利亚西部地区的三种具有不同浓度的有

效铝和活性硅的铝矾土样品,消解条件主要针对岩石中水铝石型矿物。

1.3 实验步骤

称取 2.00 g 样品放入消解罐,加入 10.0 mL 145 g/L NaOH 溶液,放入一个搅拌子,盖紧反应罐后称重。将装好的转子放入到微波腔内,使用表 1 的程序进行消解。



图 1 Multiwave 3000 微波消解系统

Fig.1 Multiwave 3000 microwave digestion system

表 1 微波消解程序^①

Table 1 Program of microwave digestion

Step	Temp [$^\circ\text{C}$]	Ramp [min]	Hold [min]	Fan
1	175	30:00	30:00	1
2	0	0	15:00	3

① 整个过程将搅拌速度设为 2。

消解后,对消解罐进行称重以检查是否有泄露。用水将消解液稀释到 500 mL 并混匀。取 10 mL 直接到 ICP-AES 进样测定铝含量。有效铝的含量以样品中的 Al_2O_3 质量分数($w_{\text{Al}_2\text{O}_3}$)表示。

加入 10 mL HCl 到 500 mL 稀释液的剩余溶液中并混匀。酸化作用将使沉淀的铝硅化钠重新溶解。继续取少量样品到 ICP-AES 进样测定硅含量。活性硅的含量以样品中的 SiO_2 质量分数(w_{SiO_2})表示。

两组分的 ICP - AES 测定,都用合成法制备的标准溶液进行校正。有效铝标准液的浓度范围为 10% ~ 60% Al_2O_3 ,活性硅的标准液的浓度范围为 1% ~ 30% SiO_2 ,标准溶液含有与样品类似的基质含量和组分。

2 结果与分析

每个样品分别在转子的内、中、外三层测定 5 次,结果见表 2。消解前后的重量差别小于 0.1 g,说明在所有的消解反应中没有发生明显的泄露现象。

3 结语

本研究表明,采用微波加热的方式进行样品消解具有高度的重复性,并且可以获得非常好的分析精度。Anton Paar 的消解转子使用方便,不会发生泄露现象。虽然本研究的数据只是少量数据,但是仍然可以表明 48 位转子的内、中、外三层具有非常均匀的加热效果和消解效果。

联系方式

超痕量分析实验室,澳大利亚

Ultra Trace Analytical Laboratories, Australia

表 2 分析结果

Table 2 Analytical results

Sample	$w_{\text{Al}_2\text{O}_3}/\%$			$w_{\text{SiO}_2}/\%$		
	Available Alumina			Reactive Silica		
	Inner	Middle	Outer	Inner	Middle	Outer
1-1	31.4	31.0	31.0	1.4	1.7	1.4
1-2	31.2	31.2	31.2	1.5	1.3	1.5
1-3	31.2	31.0	31.2	1.6	1.3	1.5
1-4	30.8	31.4	31.2	1.8	1.5	1.7
1-5	31.4	31.4	30.8	1.6	1.5	1.6
Average	31.2	31.2	31.1	1.6	1.5	1.5
2-1	27.8	28.1	29.3	1.8	1.7	1.9
2-2	27.8	27.4	28.1	1.7	1.7	1.6
2-3	27.8	28.0	28.1	1.7	1.6	1.7
2-4	28.3	27.4	27.8	1.8	1.6	1.7
2-5	28.1	27.0	28.7	1.8	1.6	1.8
Average	28.0	27.6	28.4	1.8	1.6	1.7
3-1	25.1	24.7	24.7	5.7	5.7	5.8
3-2	24.9	24.9	24.2	5.6	5.7	5.9
3-3	25.1	24.9	24.6	5.8	5.7	5.8
3-4	24.7	24.6	24.2	5.8	5.7	5.9
3-5	24.9	24.4	24.6	5.8	5.7	5.8
Average	24.9	24.7	24.5	5.7	5.7	5.8

奥地利安东帕公司供稿

第三届全国实验室管理科学研讨会征文通知

由中国分析测试协会主办、《分析试验室》编辑部承办的“第三届全国实验室管理科学研讨会”定于 2007 年 7 月 10 ~ 14 日在青海省西宁市召开。

会议内容包括实验室管理科学、实验室认证认可、实验室比对、实验室信息管理系统(LIMS)、实验室仪器设备运行及考核、实验室技术人员培训等有关方面的学术研讨。会议将邀请有关专家做大会报告,欢迎全国各行业的实验室管理人员及实验室科研工作人员参加会议。

会议征文请在 2007 年 5 月 31 日前通过邮局邮寄、电子邮件发送到会议筹备组(三日内收到筹备组的回复邮件方为发送成功),并注明联系人、详细通信地址、联系电话、传真号码及 E-mail 地址。征文经专家审稿后部分录用

征文可在《分析试验室》期刊正式发表。

欲参加会议的各界人士,也请于 2007 年 5 月 31 日前与会议筹备组联系,以便继续为您寄发下一轮通知。

筹备组地址: 100088 北京新外大街 2 号

《分析试验室》编辑部实验室管理会议筹备组

联系人: 孙臣良 田春霞

电话: 010 - 82241919, 82013328

传真: 010 - 82013328

E-mail: ana-info@263.net

中国分析测试协会