



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 104237208 A

(43) 申请公布日 2014. 12. 24

(21) 申请号 201410481681. 8

(22) 申请日 2014. 09. 19

(71) 申请人 内蒙古包钢钢联股份有限公司

地址 014010 内蒙古自治区包头市昆区河西  
工业区

(72) 发明人 薛玉兰 蒲显军 刘钢耀 刘建华

(74) 专利代理机构 北京康盛知识产权代理有限  
公司 11331

代理人 张良

(51) Int. Cl.

G01N 21/73(2006. 01)

G01N 1/28(2006. 01)

权利要求书1页 说明书4页

(54) 发明名称

测定铁矿石中铌量的方法

(57) 摘要

本发明公开了一种测定铁矿石中铌量的方法,包括:称取铁矿石试样,经混合熔剂熔融;用酒石酸和盐酸低温浸取并定容于一定体积,摇匀待测试液;用铌标准溶液,选择相同的酸介质下,在容量瓶中配制至少4份用于铌含量测定的工作曲线标准溶液,待测试液的铌含量落在工作曲线范围内;在电感耦合等离子体发射光谱仪上,选择铌元素269.706nm分析谱线,对工作曲线标准溶液和待测试液同时测定铌的谱线强度,得出分析结果。本发明操作过程简单快速,能够为冶炼过程成分控制提供准确数据。

1. 一种测定铁矿石中铌量的方法,包括:

称取铁矿石试样,经混合熔剂熔融;

用酒石酸和盐酸低温浸取并定容于一定体积,摇匀待测试液;

用铌标准溶液,选择相同的酸介质下,在容量瓶中配制至少 4 份用于铌含量测定的工作曲线标准溶液,待测试液的铌含量落在工作曲线范围内;

在电感耦合等离子体发射光谱仪上,选择铌元素 269.706nm 分析谱线,对工作曲线标准溶液和待测试液同时测定铌的谱线强度,得出分析结果。

2. 如权利要求 1 所述测定铁矿石中铌量的方法,其特征在于,具体步骤包括:

称 0.1000g 铁矿石试样于预先盛有 2 ~ 3g 混合熔剂的铂坩埚中,混匀后再盖以少许混合熔剂,在 850 ~ 900℃ 马弗炉中熔融 15 ~ 20min,取出冷却;混合熔剂为无水碳酸钠 + 硼酸 = 2+1 的混合物;

将坩埚放入已加入 50mL 浓度 60g/L 的酒石酸、10mL1+1 的盐酸低温浸取,再移入 250mL 容量瓶中,用浓度 60g/L 的酒石酸洗净铂金坩埚和烧杯,用水稀释至刻度,摇匀待测试液,随同试样做空白试验;

按 0.1000g 试样量计算,于 6 个 250mL 容量瓶中,根据试样组成分别加入含有 10%  $\text{SiO}_2$ 、1%  $\text{Al}_2\text{O}_3$ 、1%  $\text{CaO}$ 、60%  $\text{TFe}$ 、0.5%  $\text{MgO}$ 、0.10%  $\text{MnO}$  和 0.01%  $\text{P}_2\text{O}_5$  的标准溶液打底,然后分别加入铌量为 :0mg、0.05mg、0.10mg、0.50mg、1.0mg、5.0mg 的铌标液配制成铌含量分别为 :0.00%、0.050%、0.10%、0.50%、1.0%、5.0% 的工作曲线标准溶液。

在电感耦合等离子体发射光谱仪上,选择铌元素 269.706nm 分析谱线,对工作曲线标准溶液和待测试液同时测定铌的谱线强度,计算机自动回归计算出分析结果。

3. 如权利要求 1 所述测定铁矿石中铌量的方法,其特征在于,还包括样品分析对照的步骤。

## 测定铁矿石中铌量的方法

### 技术领域

[0001] 本发明涉及一种钢铁冶金分析技术,具体说,涉及一种测定铁矿石中铌量的方法。

### 背景技术

[0002] 现代研究表明,铌在钢中具有细化晶粒的作用,提高钢的韧性、强度以及改善不锈钢晶间腐蚀性等。铌是现代钢中应用最广泛、效果最明显的微合金元素之一,在普钢中加入极少量的铌元素就能极大地提高钢的强度、抗腐蚀性和抗氧化性、降低钢的脆性转变温度。另外,铌在铁水中固碳方面有很强的作用,使钢材具有良好的抗氢性。因此铌在钢中作为一种微量元素对其性能起着非常关键的作用。包头白云鄂博共生铁矿有大量的铌资源,铌储量达 660 多万吨,占全国铌储量的 95% 以上,是中国最重要的铌资源基地,由于种种原因,很难直接选出铌精矿。目前,包头含铌铁矿采用高炉还原的方法使铌进入铁水,然后通过转炉吹炼使铌氧化进入渣中,含铌渣再在电弧炉中脱铁脱磷,达到提取铌的目的。因此常需要精确分析含铌铁矿石中多元素成份(包括铌含量),其对冶炼过程控制有着重要的意义。

[0003] 目前铁矿石中铌的分析方法有重量法和光度法。重量法有盐酸—高氯酸水解法,丹宁酸及铜试剂重量法等,但 W、Sn、Ta、Ti 等元素因夹杂而干扰。光度法是测铌的主要方法,目前常用的显示剂有氯代磺酚 S 和硝基磺酚 M。现有方法包括:GB6730.47—86 氯代磺酚 S 光度法测定铌量,铌和钽的性质相似又常共生,这对分别测定有一定干扰。采用重量法测定用到大量的化学试剂且需要 2 天的时间才能完成;采用 GB6730.47—86 氯代磺酚 S 光度法测定铌量时需要大量的化学试剂且检测时间较长。

### 发明内容

[0004] 本发明所解决的技术问题是提供一种测定铁矿石中铌量的方法,操作过程简单快速,能够为冶炼过程成分控制提供准确数据。

[0005] 技术方案如下:

[0006] 一种测定铁矿石中铌量的方法,包括:

[0007] 称取铁矿石试样,经混合熔剂熔融;

[0008] 用酒石酸和盐酸低温浸取并定容于一定体积,摇匀待测试液;

[0009] 用铌标准溶液,选择相同的酸介质下,在容量瓶中配制至少 4 份用于铌含量测定的工作曲线标准溶液,待测试液的铌含量落在工作曲线范围内;

[0010] 在电感耦合等离子体发射光谱仪上,选择铌元素 269.706nm 分析谱线,对工作曲线标准溶液和待测试液同时测定铌的谱线强度,得出分析结果。

[0011] 进一步,具体步骤包括:

[0012] 称 0.1000g 铁矿石试样于预先盛有 2~3g 混合熔剂的铂坩埚中,混匀后再盖以少许混合熔剂,在 850~900℃ 马弗炉中熔融 15~20min,取出冷却;混合熔剂为无水碳酸钠 + 硼酸 = 2+1 的混合物;

[0013] 将坩埚放入已加入 50mL 浓度 60g/L 的酒石酸、10mL1+1 的盐酸低温浸取,再移入

250mL 容量瓶中,用浓度 60g/L 的酒石酸洗净铂金坩埚和烧杯,用水稀释至刻度,摇匀待测试液,随同试样做空白试验;

[0014] 按 0.1000g 试样量计算,于 6 个 250mL 容量瓶中,根据试样组成分别加入含有 10%  $\text{SiO}_2$ 、1%  $\text{Al}_2\text{O}_3$ 、1%  $\text{CaO}$ 、60%  $\text{TFe}$ 、0.5%  $\text{MgO}$ 、0.10%  $\text{MnO}$  和 0.01%  $\text{P}_2\text{O}_5$  的标准溶液打底,然后分别加入铌量为 :0mg、0.05mg、0.10mg、0.50mg、1.0mg、5.0mg 的铌标液配成铌含量分别为 :0.00%、0.050%、0.10%、0.50%、1.0%、5.0% 的工作曲线标准溶液。

[0015] 在电感耦合等离子体发射光谱仪上,选择铌元素 269.706nm 分析谱线,对工作曲线标准溶液和待测试液同时测定铌的谱线强度,计算机自动回归计算出分析结果。

[0016] 进一步,还包括样品分析对照的步骤。

[0017] 与现有技术相比,本发明技术效果包括:

[0018] (1) 操作过程简单快速,测量结果准确。本发明利用 ICP-AES 法测定铁矿石中铌量,相对于现有技术铁基非晶合金中铌量的测定方法,具有操作流程简单、节约人员成本,测量快速、结果精密度高、准确度高。

[0019] (2) 所用试剂较少、降本、环保。采用传统的化学分析方法需要加入较多的化学药品,而 ICP-AES 法则需要较少的试剂,只需要把样品溶解定容就可上机,因此本方法具有降本、环保的优点。

[0020] (3) 解决了疑难问题。采用本方法可以完全准确分析铁矿石中铌量,干扰少、线性范围宽、缩短操作流程。

### 具体实施方式

[0021] 本发明是一种 ICP-AES(电感耦合等离子体发射光谱法)测定铁矿石中铌量的方法,可以快速测定矿石中的铌量,不仅灵敏度高,检出限低,测定速度快,操作简便而且相对于其他方法干扰小,具有实际推广意义。

[0022] 步骤 1:称取铁矿石试样,经混合熔剂(1.4)熔融;

[0023] 步骤 2:用酒石酸和盐酸低温浸取并定容于一定体积,摇匀待测试液;

[0024] 步骤 3:用铌标准溶液,选择相同的酸介质下,在容量瓶中配制至少四份用于铌含量测定的工作曲线标准溶液,待测试液的铌含量落在工作曲线范围内;

[0025] 步骤 4:在电感耦合等离子体发射光谱仪上,选择铌元素 269.706nm 分析谱线,对工作曲线标准溶液和待测试液同时测定铌的谱线强度,计算机自动回归计算出分析结果。

[0026] 下面结合优选实施例,对本发明技术方案作进一步详细说明,有关百分含量均为质量分数量。

[0027] 1、准备分析用试剂及仪器设备。

[0028] 1.1 标准储备溶液: $\text{Nb}_2\text{O}_5$ (100  $\mu\text{g/mL}$ ),  $\text{SiO}_2$ (2000  $\mu\text{g/mL}$ ),  $\text{Al}_2\text{O}_3$ (2000  $\mu\text{g/mL}$ ),  $\text{CaO}$ (2000  $\mu\text{g/mL}$ ),  $\text{Fe}$ (2000  $\mu\text{g/mL}$ ),  $\text{MgO}$ (2000  $\mu\text{g/mL}$ ),  $\text{MnO}$ (1000  $\mu\text{g/mL}$ ),  $\text{P}_2\text{O}_5$ (1000  $\mu\text{g/mL}$ ), 根据需要分别配制成适当浓度的标准工作溶液。

[0029] 1.2 盐酸(1+1,优级纯);

[0030] 1.3 酒石酸:60g/L(优级纯);

[0031] 1.4 混合熔剂:无水碳酸钠+硼酸=2+1(优级纯);

[0032] 1.5 主要仪器及测试条件

[0033] 美国 PE 公司生产, Optima5300DV 双向观测型全谱直读等离子光谱仪。

[0034] 仪器参数: 工作参数表 1

[0035] 工作参数表 1

[0036]

参数	高频频率	功率	冷却气流量	辅助气流量	载气流量	溶液提升量
数值	40.68MHZ	1300W	15L/min	0.2L/min	0.8L/min	1.5mL/min
参数	冲洗时间	预燃时间	积分时间	读数延时	观测高度	观测方式
数值	8s	45s	2 ~ 10s 自动	30s	15mm	轴向

[0037] 1.6 铌元素的分析线波长采用 269.706nm。

[0038] 2、具体分析步骤。

[0039] 2.1 称 0.1000g 铁矿石试样于预先盛有 2 ~ 3g 混合熔剂 (1.4) 的铂坩埚中, 混匀后再盖以少许混合熔剂 (1.4), 在 850 ~ 900℃ 马弗炉中熔融 15 ~ 20min, 取出冷却。

[0040] 2.2 将坩埚放入已加入 50mL 酒石酸 (60g/L)、10mL 盐酸 (1+1) 的烧杯中低温浸取, 再移入 250mL 容量瓶中, 用酒石酸 (60g/L) 洗净铂金坩埚和烧杯, 用水稀释至刻度, 摇匀待测试液 (随同试样做空白试验)。

[0041] 2.3 绘制铌标准溶液工作曲线。

[0042] 按 0.1000g 试样量计算, 于 6 个 250mL 容量瓶中, 根据试样组成分别加入适量如  $\text{SiO}_2$  (10%)、 $\text{Al}_2\text{O}_3$  (1%)、 $\text{CaO}$  (1%)、 $\text{TFe}$  (60%)、 $\text{MgO}$  (0.5%)、 $\text{MnO}$  (0.10%) 和  $\text{P}_2\text{O}_5$  (0.01%) 的标准溶液打底, 然后分别加入铌量为 :0mg、0.05mg、0.10mg、0.50mg、1.0mg、5.0mg 的铌标液配制成铌含量分别为 :0.00%、0.050%、0.10%、0.50%、1.0%、5.0% 的工作曲线标准溶液。

[0043] 2.4 在电感耦合等离子体发射光谱仪上, 选择铌元素 269.706nm 分析谱线, 对工作曲线标准溶液和待测试液同时测定铌的谱线强度, 计算机自动回归计算出分析结果。

[0044] 3、样品分析对照。

[0045] 采用铁矿石标准样品, 按实验方法进行精密度、准确度的试验, 结果见表 2。

[0046] 精密度、准确度试验表 2

[0047]

样品	编号	Nb <sub>2</sub> O <sub>5</sub> 准标加入量 %	Nb <sub>2</sub> O <sub>5</sub> 标准值/%	测定均值 %	回收率 %	RSD/% (测 11 次)
铁矿石	716	/	0.0480	0.0481	/	1.65
	717	/	0.360	0.359	/	1.81
	716	1.00	1.048	1.053	100.5	/
	716	2.00	2.048	2.046	99.9	/
	716	4.00	4.048	4.082	100.8	/
	716	5.00	5.048	4.948	98.0	/

[0048] 4、结论

[0049] 建立了简便、快速的等离子体发射光谱法测定铁矿石中铌含量的检测方法, 相对标准偏差分别为 1.65%、1.81%, 回收率为 98.0%~101%, 测定范围为 0.010-5.00%。方法精密度好、准确度高, 可以用于铁矿石中铌元素的准确测定。