

ICP-AES 法同时测定硅酸盐杂质抑制剂 水玻璃中 Na、K、Si、Fe、Al 的方法

冯晓军

(云天化云南磷化集团有限公司研发中心, 云南 昆明 650113)

摘 要:针对工业固体、液体水玻璃在选矿工艺上的重要作用,采用不同的制样方法酸化定容后,直接用 ICP-AES 快速测定选矿抑制剂水玻璃中 Na、K、Si、Fe、Al 成分含量和模数的方法;该法具有抗干扰能力强、线性范围宽、精密度高、结果准确等特点.在方法选择中,对入射波长、雾化压力、入射功率、提升量等分析条件进行了优选,方法的检出限为 $0.0024\sim0.38\mu\text{g/mL}$,相对标准偏差为 $0.48\%\sim0.80\%$,适用于水玻璃成分的快速分析.

关键词:ICP-AES; 水玻璃; 元素分析

中图分类号:TQ014

文献标识码:A

doi:10.3969/j.issn.1674-2869.2011.02.015

0 引 言

水玻璃是由碱金属氧化物和二氧化硅结合而成的可溶性碱金属硅酸盐材料,又称泡花碱.水玻璃可根据碱金属的种类分为钠水玻璃和钾水玻璃,其分子式分别为 $\text{Na}_2\text{O}\cdot n\text{SiO}_2$ 和 $\text{K}_2\text{O}\cdot n\text{SiO}_2$. 式中的系数 n 称为水玻璃模数,是水玻璃中的氧化硅和碱金属氧化物的分子比(或摩尔比).水玻璃模数是水玻璃的重要参数,一般在 $1.5\sim3.5$ 之间.在选矿工艺上,为了提高浮选过程的选择性,常用来作为抑制剂,使硅酸盐矿物表面上形成亲水性的薄膜,导致与气泡疏远而达到抑制作用.水玻璃模数越大,固体水玻璃越难溶于水,抑制能力就越强.市面上的水玻璃一般都不知道准确模数,使浮选过程不易控制.为此,我们有必要对水玻璃中 Na、K、Si、Fe、Al 成分的准确测定进行研究.水玻璃成分的分析方法有化学法和分光光度法^[1],其准确度不高.同时,水玻璃模数的快速测定和研究也有一些报道^[2-5],但都是在化学法上所用试剂的改进.近年来 ICP-AES 法已发展为元素分析的主流^[6-9],但对于快速测定选矿抑制剂水玻璃中 Na、K、Si、Fe、Al 成分含量和模数的方法尚未见报道.本试验研究通过对样品前处理条件的选择,ICP-AES 分析参数及谱线干扰的研究,建立了水玻璃中 Na、K、Si、Fe、Al 成分含量的 ICP-AES 快速分析法,结果满意.具有线性范围宽、便捷、快速、准确等优点,此法为水玻璃的分析领域打开了

新思路.

1 实验部分

1.1 主要仪器

iCAP6300 型全谱直读等离子体光谱仪(美国 ThermoFisher 公司);中阶梯光栅;二维阵列(CID)检测器;高盐同心玻璃雾化器.RDⅢ型压力溶弹;容积:50 mL(南京九门自控技术有限公司).

1.2 仪器工作参数

高频发射功率:1 150 W;冷却气流量 12 L/min;辅助气流量 0.5 L/min;雾化器压力 0.2 MPa;观测高度 15 mm;冲洗泵速 50 r/min;分析泵速 50 r/min;样品提升量 1.5 mL/min;样品冲洗时间 30 s;积分时间:短波 7 s,长波 5 s.

1.3 试剂及标准溶液

去离子水(电阻率大于 $15\text{M}\Omega\cdot\text{cm}$, $20\text{ }^\circ\text{C}$), HCl(GR);标准溶液(国家钢铁材料测试中心钢铁研究总院):各元素标准储备溶液浓度均为 $1\ 000\mu\text{g/mL}$,稀释标准储备溶液混合标准溶液浓度系列见表 1,空白为质量分数 10% HCl 溶液.

1.4 样品处理

1.4.1 液体水玻璃 称取 0.2 g 试样(精确至 $0.000\ 2\text{ g}$),置于 500 mL 烧杯中,加入 150 mL 水、40 mL 6 mol/L 盐酸,煮沸 5 min,冷却至室温.全部移入 250 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀.供 ICP-AES 测定.

1.4.2 固体水玻璃 将待测试样置于 $105\sim$

110 ℃ 的电热恒温干燥箱中烘干 1 h,用玛瑙研钵研细至无颗粒感为止,置于 105~110 ℃ 的电热恒温干燥箱内烘至质量恒定.称取 0.2 g 试样(精确至 0.000 2 g),置于压力溶弹^[7]内,加水 2 mL,盖紧溶弹盖.置于电热恒温干燥箱中,使温度升至 180 ℃ 并恒温 2 h.取出溶弹,温度降到 40 ℃ 时,用 80 ℃ 以上的热水 150 mL 将试样溶解.全部移入 500 mL 烧杯中,加入 40 mL 6 mol/L 盐酸,煮沸 5 min,冷却至室温.全部移入 250 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀.供 ICP-AES 测定.

表 1 标准溶液质量浓度

Table 1 Concentration of standard solutions (g·mL⁻¹)

元素	空白	标准 1	标准 2
Na	0	15	150
Si	0	35	350
K	0	10	100
Fe	0	2	20
Al	0	2	20

2 结果与讨论

2.1 基体效应与谱线干扰

由于待测元素间存在着基体干扰效应和谱线干扰,通过选择待测元素的不同分析线,进行空白 K(1 000 μg/L)、Na(1 000 μg/L)、Si(1 000 μg/L)基体实验.实验表明主体元素在选定的待测元素的分析线处干扰很小,可采用基体匹配法消除基体影响.同时应用 iCAP6300 型全谱直读等离子体光谱仪的 iTEVA 软件能够检查

最佳谱线线性范围以保证最好线性拟合.研究了各主体元素对微量元素的背景干扰程度,确定了各分析元素扣背景的位置(见表 2),即消除了主体元素引起的连续背景干扰.

2.2 方法的检出限

应用稀释标准储备溶液混合标准溶液浓度系列建立工作曲线,按样品处理步骤制备 11 份空白溶液测定,按三倍标准偏差计算各元素的检出限^[5](见表 2),得出测定检出限为 0.001 2~0.38 μg/mL.

表 2 元素分析线、背景校正和方法检出限试验

Table 2 Analytical line, background correction, detection limit

元素	分析线 λ/nm	背景校正	检出限/(μg·mL ⁻¹)
Si	251.612	N	0.005
Na	589.592	N	0.15
K	766.490	N	0.38
Fe	238.204	L. R	0.072
Al	308.215	N	0.002 4

注:L=左侧;N=右侧;L. R=不扣.

2.3 方法的精密度

按本方法对同一样品平行测定 11 次,与 国标(GB/T4209-2008)《工业硅酸钠》测定结果比较,其平均值与相对标准偏差(RSD)见表 3.

表 3 方法的精密度

Table 3 Precision of the method

分析成分	平均值 W/%		RSD/%
	ICP-AES 法	GB 法	ICP-AES 法
SiO ₂	25.70	25.84	0.50
K ₂ O	—	—	—
Na ₂ O	10.20	10.11	0.72
Fe	0.02	0.019	0.80
Al ₂ O ₃	0.23	0.24	0.48

2.4 加标回收率实验

为了考察方法的准确度及方法的可信度,对空白试样做了回收率实验,表 4 证明方法可靠.

表 4 样品回收率试验结果

Table 4 Test results of recovery

元素	谱线 λ/nm	加入量/(μg·mL ⁻¹)	测得值/(μg·mL ⁻¹)	回收率/%
Si	251.612	25	25.22	100.9
Na	589.592	25	25.41	101.6
K	766.490	5	4.96	99.2
Fe	238.204	25	24.89	99.6
Al	308.215	25	25.12	100.5

3 样品测定

用 ICP-AES 法测定了 JY-1、JY-2、JY-3 三个水玻璃样品,与 国标(GB/T4209-2008)《工业硅酸钠》测定结果比较.表 5 结果表明,测定值与 国标(GB/T4209-2008)《工业硅酸钠》测定结果相符,表明本法灵敏度高,精密度与准确度良好,适用于快速测定水玻璃组分的分析.

表 5 水玻璃样品分析

Table 5 Analysis results of water glass samples

		w/(10 ⁻²)		
组分		JY-1	JY-2	JY-3
SiO ₂	本法	29.14	26.18	25.64
	GB 法	29.20	26.11	25.60
Na ₂ O	本法	12.71	8.31	7.66
	GB 法	12.66	8.28	7.70
Fe	本法	0.021	0.061	0.080
	GB 法	0.023	0.058	0.081
Al ₂ O ₃	本法	0.18	0.16	0.15
	GB 法	0.19	0.17	0.14

4 结 语

综上所述,利用电感耦合等离子发射光谱法(ICP-AES)快速测定水玻璃中 Na、K、Si、Fe、Al 元素含量的方法,具有线性范围宽、便捷、快速、准

确、试剂用量少等优点,其准确度达到并优于相应国家标准方法要求,同时本法大大地提高了工作效率,降低了能耗,有着良好的应用前景和较大的经济效益.

参考文献:

[1] 国家标准化管理委员会. GB/T4209-2008. 工业硅酸钠. 北京:国家质量监督检验检疫总局,2008;9.
[2] 关伟宏. 水玻璃模数的快速测定实验研究[J]. 化学工程师,2002(6):64.
[3] 黄昌会. 水玻璃模数快速测定的改进[J]. 理化检验-化学分册,2005(4):281.
[4] 李海涛,张巍. 水玻璃模数快速测定方法[J]. 应用能源技术,2006(8):35-36.

[5] 王福成. 水玻璃模数测定新方法的探究[J]. 哈尔滨轴承,2008(4):49-50.
[6] 辛仁轩. 等离子体发射光谱分析[M]. 北京:化学工业出版社,2005.
[7] 耿杰忠. 固体水玻璃的压力溶弹溶解法及质量检验方法[J]. 中国玻璃,2009(3):32.
[8] Ebert K H. Analysis of Portland Cement by ICP-AES [J]. Atomic troscopy,1995(3):102-103.
[9] Rao R N, Talluri M V N K. An overview of recent applications of inductively coupled plasma-mass spectrometry (ICP-MS) in determination of inorganic impurities in drugs and pharmaceuticals[J]. Journal of Pharmaceutical and Biomedical Analysis,2007,43 (1):1-13.

Research on ICP-AES method to detect sodium,potassium, silicon,iron and aluminium of water glass

FENG Xiao-jun

(Yunnan Phosphate Chemical Group Corporation Research and Development Centre,
Yun Tian Hua Group Corporation, Kunming 650113, China)

Abstract: The water glass can inhibit silicate as inhibitors in mineral processing of phosphate ore. The main composition of water glass should have influence on inhibit efficiency. This article is based on the important action of water glass which has the process of acidification and constant volume with adopting different sampling way, and then the rapid determination method of ICP-AES has been applied to detect the content and modulus of some elements in water glass such as sodium,potassium,silicon,iron and aluminium and so on. This way has strong anti-interference ability, wide linear range, high-precision, accuracy and other characteristics. In the choices of method, the conditions of analysis are optimized, such as the incidence wavelength, atomization pressure, incedence power, lifting capacity and so on. The detection limit of this way is 0.002 4 $\mu\text{g/mL}$ to 0.38 $\mu\text{g/mL}$ and its relative standard deviation value is 0.48% to 0.80%, which is applicable to the element analysis of water glass.

Key words: ICP-AES; water glass; analysis of element

本文编辑:张瑞

(上接第 54 页)

Effect of pH on amine-collector in reverse flotation process of silicon separation

WANG Can-xia

(Yunnan Phosphate Chemical Group Co. Ltd, Kunming 650113, China)

Abstract: The pulp pH is an important factor affecting flotation. In this paper, effect of pH was studied on three kinds of amine-collector with the their amount in a certain time in flotation of silicon separation of Yunnan mid-low grade cellophane. The results show that the pHrange of 7.0—8.5 is suitable for amine collector in reverse flotation process of silicon separation.

Key words: pH; phosphorus ore; reverse flotation; silicon separation

本文编辑:张瑞