



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 114910467 A

(43) 申请公布日 2022. 08. 16

(21) 申请号 202210457786.4

(22) 申请日 2022.04.28

(71) 申请人 中国第一重型机械股份公司

地址 161042 黑龙江省齐齐哈尔市富拉尔基区红宝石办事处厂前路9号

(72) 发明人 马雷

(74) 专利代理机构 北京隆源天恒知识产权代理有限公司 11473

专利代理师 鲍丽伟

(51) Int. Cl.

G01N 21/73 (2006.01)

G01N 27/30 (2006.01)

G01N 31/16 (2006.01)

G01N 1/44 (2006.01)

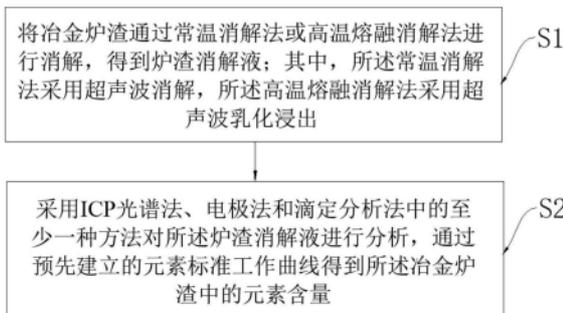
权利要求书2页 说明书8页 附图2页

(54) 发明名称

一种冶金炉渣在线监测分析方法及系统

(57) 摘要

本发明提供一种冶金炉渣在线监测分析方法及系统,所述冶金炉渣在线监测分析方法包括:建立待分析元素的标准工作曲线,完成元素检测装置的调试准备工作;将冶金炉渣通过常温消解法或高温熔融消解法进行消解,得到炉渣消解液;其中,所述常温消解法采用超声波消解,所述高温熔融消解法采用超声波乳化浸出;采用ICP光谱法、电极法和滴定分析法中的至少一种方法检测所述炉渣消解液中的元素含量。本发明提供的冶炼炉渣在线监测分析系统能够兼顾时效性和准确度,满足实时监控冶炼过程中炉渣成分的需求。



1. 一种冶金炉渣在线监测分析方法,其特征在于,包括以下步骤:

步骤S1、将冶金炉渣通过常温消解法或高温熔融消解法进行消解,得到炉渣消解液;其中,所述常温消解法采用超声波消解,所述高温熔融消解法采用超声波乳化浸出;

步骤S2、采用ICP光谱法、电极法和滴定分析法中的至少一种方法对所述炉渣消解液进行分析,通过预先建立的元素标准工作曲线得到所述冶金炉渣中的元素含量。

2. 根据权利要求1所述的冶金炉渣在线监测分析方法,其特征在于,所述步骤S1中,所述常温消解法包括:

将所述冶金炉渣与复合消解液在常温下混合,然后通过超声波消解,得到所述炉渣消解液。

3. 根据权利要求1所述的冶金炉渣在线监测分析方法,其特征在于,所述步骤S1中,所述高温熔融消解法包括:

将所述冶金炉渣与固态熔剂混合后在高温下熔融为液态,得到共熔体,再将急速冷却后的所述共熔体与浸出液混合,然后采用超声波乳化浸出得到样品浸出液,将所述样品浸出液与酸化液混合得到所述炉渣消解液;

或,将所述冶金炉渣与固态熔剂混合后在高温下熔融为液态,得到共熔体,再将急速冷却后的所述共熔体与酸化液混合,然后采用超声波乳化浸出得到所述炉渣消解液。

4. 根据权利要求1所述的冶金炉渣在线监测分析方法,其特征在于,所述步骤S2中,所述ICP光谱法包括采用ICP-AES光谱仪检测所述炉渣消解液中的钙、镁、硅、铝、铁、锰、铬、钒、钛、磷、硫或铜元素的含量。

5. 根据权利要求1所述的冶金炉渣在线监测分析方法,其特征在于,所述步骤S2中,所述电极法包括采用多功能离子计检测所述炉渣消解液中氟元素的含量。

6. 根据权利要求1所述的冶金炉渣在线监测分析方法,其特征在于,所述步骤S3中,所述滴定分析法包括采用重铬酸钾标准溶液或高锰酸钾标准溶液氧化还原滴定分析法检测所述炉渣消解液中亚铁元素的含量。

7. 根据权利要求1所述的冶金炉渣在线监测分析方法,其特征在于,所述元素标准工作曲线包括钙标准工作曲线、镁标准工作曲线、硅标准工作曲线、铝标准工作曲线、铁标准工作曲线、锰标准工作曲线、铬标准工作曲线、钒标准工作曲线、钛标准工作曲线、铜标准工作曲线、氟标准工作曲线、硫标准工作曲线、磷标准工作曲线和亚铁标准工作曲线中的至少一种。

8. 一种冶金炉渣在线监测分析系统,其特征在于,包括消解槽、浸出槽和元素检测装置;

其中,所述消解槽用于通过超声波对所述冶金炉渣进行消解;

所述浸出槽用于通过超声波使所述冶金炉渣中元素乳化浸出;

所述元素检测装置用于检测炉渣消解液中的元素含量。

9. 根据权利要求8所述的冶金炉渣在线监测分析系统,其特征在于,还包括加热装置、冷却装置和加液装置;

其中,所述加热装置用于将冶金炉渣和固态溶剂加热熔融为共熔体;

所述冷却装置用于将所述共熔体急速冷却;

所述加液装置用于定量加入所需试液。

10. 根据权利要求9所述的冶金炉渣在线监测分析系统,其特征在于,所述加液装置包括恒温储液箱和移液泵。

一种冶金炉渣在线监测分析及系统

技术领域

[0001] 本发明涉及金属冶炼过程控制技术领域,具体而言,涉及一种冶金炉渣在线监测分析及系统。

背景技术

[0002] 在金属冶炼过程中,依据所炼金属的成分和性能的差异,需要在冶炼过程中添加不同种类的造渣剂,从而得到不同成分和物理性能的炉渣。因此,炉渣成分是金属冶炼过程中的重要参数,在金属冶炼过程中需要经常分析炉渣的成分,来调整所加造渣剂的种类和数量。且为了及时、准确地了解冶金炉渣中的成分,冶金炉渣中成分分析需要兼顾时效性和准确度。

[0003] 现有技术中,冶金炉渣的分析方法包括X荧光光谱熔片法、X荧光光谱粉末压片法和激光诱导击穿光谱快速分析技术(LIBS)。其中,X荧光光谱熔片法是目前各冶金企业定量分析炉渣的通用检测技术,能够准确完成冶金炉渣中钙、镁、铝、硅、铁和锰等元素的定量检测,其检测时长为40-60min,耗时较长;X荧光光谱粉末压片法是利用X荧光光谱仪的分析软件进行的,其检测速率为15-20min,由于压片法样品粒度和表面光洁度对镁、铝和硅的检测结果影响较大,检测结果的准确性较差;LIBS是近10年来逐步应用的新型检测技术,通过前期研究,设计实验系统和建立自由定标数学模型,计算出炉渣中各组分的质量分数,且检测结果的准确度依赖于测量重复性以及数学模型的匹配程度,钙、镁、铝和铁的相对误差在5-20%之间,准确度无法保证。

发明内容

[0004] 本发明解决的问题是如何提供一种兼顾时效性和准确度的冶金炉渣在线监测分析方法。

[0005] 为解决上述问题中的至少一个方面,本发明提供一种冶金炉渣在线监测分析方法,包括以下步骤:

[0006] 步骤S1、将冶金炉渣通过常温消解法或高温熔融消解法进行消解,得到炉渣消解液;其中,所述常温消解法采用超声波消解,所述高温熔融消解法采用超声波乳化浸出;

[0007] 步骤S2、采用ICP光谱法、电极法和滴定分析法中的至少一种方法对所述炉渣消解液进行分析,通过预先建立的元素标准工作曲线得到所述冶金炉渣中的元素含量。

[0008] 优选地,所述步骤S1中,所述常温消解法包括:将所述冶金炉渣与复合消解液在常温下混合,然后通过超声波消解,得到所述炉渣消解液。

[0009] 优选地,所述步骤S1中,所述高温熔融消解法包括:将所述冶金炉渣与固态熔剂混合后在高温下熔融为液态,得到共熔体,再将急速冷却后的所述共熔体与浸出液混合,然后采用超声波乳化浸出得到样品浸出液,将所述样品浸出液与酸化液混合得到所述炉渣消解液;或,将所述冶金炉渣与固态熔剂混合后在高温下熔融为液态,得到共熔体,再将急速冷却后的所述共熔体与酸化液混合,然后采用超声波乳化浸出得到所述炉渣消解液。

[0010] 优选地,所述步骤S2中,所述ICP光谱法包括采用ICP-AES光谱仪检测所述炉渣消解液中的钙、镁、硅、铝、铁、锰、铬、钒、钛、磷、硫或铜元素的含量。

[0011] 优选地,所述步骤S2中,所述电极法包括采用多功能离子计检测所述炉渣消解液中氟元素的含量。

[0012] 优选地,所述步骤S2中,所述滴定分析法包括采用重铬酸钾标准溶液或高锰酸钾标准溶液氧化还原滴定分析法检测所述炉渣消解液中亚铁元素的含量。

[0013] 优选地,所述元素标准工作曲线包括钙标准工作曲线、镁标准工作曲线、硅标准工作曲线、铝标准工作曲线、铁标准工作曲线、锰标准工作曲线、铬标准工作曲线、钒标准工作曲线、钛标准工作曲线、铜标准工作曲线、氟标准工作曲线、硫标准工作曲线、磷标准工作曲线和亚铁标准工作曲线中的至少一种。

[0014] 本发明通过事先建立待分析元素的标准工作曲线,并做好元素检测装置的调试准备工作,能够在得到炉渣消解液后快速连续进样,然后根据冶炼炉渣的种类选择常温消解法或高温熔融消解法,其中采用常温消解法时使用超声波对样品进行消解,而采用高温熔融消解法时则使用超声波乳化浸出,避免加热升温及降温过程导致消解时间过长的问題,再根据待分析元素的种类选择ICP光谱法、电极法和滴定分析法中的至少一种方法检测冶炼炉渣中的元素;通过超声波消解或乳化浸出能够避免消解或浸出过程中升温降温导致的时间较长的问题,而根据冶炼炉渣的种类选择不同的消解方法能够进一步节省消解时间,降低操作难度,且通过消解法能够使冶炼炉渣中的元素充分浸出,提高检测精度,ICP光谱法、电极法和滴定分析法检测速度快,检测精度高,且能够适用于绝大部分元素的检测,因此本发明提供的冶炼炉渣在线监测分析系统能够兼顾时效性和准确度,满足实时监控冶炼过程中炉渣成分的需求。

[0015] 本发明的另一目的在于提供一种冶金炉渣在线监测分析系统,包括消解槽、浸出槽和元素检测装置;其中,所述消解槽用于通过超声波对所述冶金炉渣进行消解;所述浸出槽用于通过超声波使所述冶金炉渣中元素乳化浸出;所述元素检测装置用于检测炉渣消解液中的元素含量。

[0016] 优选地,还包括加热装置、冷却装置和加液装置;其中,所述加热装置用于将冶金炉渣和固态溶剂加热熔融为共熔体;所述冷却装置用于将所述共熔体急速冷却;所述加液装置用于定量加入所需试液。

[0017] 优选地,所述加液装置包括恒温储液箱和移液泵。

[0018] 本发明提供的冶金炉渣在线监测分析系统与现有技术比较具有的有益效果与冶金炉渣在线监测分析方法相同,在此不再赘述。

附图说明

[0019] 图1为本发明实施例中冶金炉渣在线监测分析方法的流程图;

[0020] 图2为本发明实施例中炼钢过程高炉渣在线监测分析示例图。

具体实施方式

[0021] 为使本发明的上述目的、特征和优点能够更为明显易懂,下面对本发明的具体实施例做详细的说明。

[0022] 需要说明的是,在不冲突的情况下,本发明中的实施例中的特征可以相互组合。术语“包含”、“包括”、“含有”、“具有”的含义是非限制性的,即可加入不影响结果的其它步骤和其它成分。以上术语涵盖术语“由……组成”和“基本上由……组成”。如无特殊说明的,材料、设备、试剂均为市售。同时,要说明的是,本发明的说明书和权利要求书及上述附图中的术语“第一”、“第二”等是用于区别类似的对象,而不必用于描述特定的顺序或先后次序。应该理解这样使用的数据在适当情况下可以互换,以便这里描述的本发明的实施例能够以除了在这里图示或描述的那些以外的顺序实施。

[0023] 本发明实施例提供一种冶金炉渣在线监测分析方法,如图1所示,包括以下步骤:

[0024] 步骤S1、将冶金炉渣通过常温消解法或高温熔融消解法进行消解,得到炉渣消解液;其中,所述常温消解法采用超声波消解,所述高温熔融消解法采用超声波乳化浸出;

[0025] 步骤S2、采用ICP光谱法、电极法和滴定分析法中的至少一种方法对所述炉渣消解液进行分析,通过预先建立的元素标准工作曲线得到所述冶金炉渣中的元素含量。

[0026] 为了提高冶炼炉渣在线分析的时效性,在冶炼炉中取样后,将冶炼炉渣装入密封金属罐内,通过专用送样风道快速输送至检测实验室,再将冶炼炉渣样品通过震动磨快速研磨处理。

[0027] 另外,预先建立元素标准工作曲线,并做好元素检测装置的调试准备工作,在得到炉渣消解液后能够立即进样分析,并通过标准工作曲线获取元素含量的数据。

[0028] 其中,所述元素标准工作曲线包括钙标准工作曲线、镁标准工作曲线、硅标准工作曲线、铝标准工作曲线、铁标准工作曲线、锰标准工作曲线、铬标准工作曲线、钒标准工作曲线、钛标准工作曲线、铜标准工作曲线、氟标准工作曲线、磷工作曲线、硫工作曲线和亚铁标准工作曲线中的至少一种;完成元素检测装置的调试装备工作,使元素检测装置处于待进样状态,样品处理完后可直接进样检测,从而节省时间。

[0029] 应理解的是,根据冶炼炉渣中需要检测的元素来建立相关的标准工作曲线,且根据检测不同元素所使用的元素检测装置不同,其建立标准工作曲线所使用的元素检测装置也不相同,即元素检测和建立元素标准曲线使用相同的元素检测装置完成;另外,该冶炼炉渣在线监测分析方法可适用于冶炼炉渣中包括氧化钙、氟化钙、氧化镁、三氧化二铝、二氧化硅、二氧化钛、氧化钒、硫、磷、铁、锰、铬、镍、钴、硼、锌、钼、铜、铌、砷、锡、锑、锆和铈等元素的在线监测分析,本实施例所提供的元素标准工作曲线作为示例,并不用于限制本发明的保护范围。

[0030] 示例性地,通过ICP-AES光谱仪建立钙标准工作曲线、镁标准工作曲线、硅标准工作曲线、铝标准工作曲线、铁标准工作曲线、锰标准工作曲线、铬标准工作曲线、钒标准工作曲线、钛标准工作曲线和铜标准工作曲线,具体建立步骤包括:

[0031] 制备与待测冶金炉渣相适应的钙标准溶液、镁标准溶液、硅标准溶液、铝标准溶液、铁标准溶液、锰标准溶液、铬标准溶液、钒标准溶液、钛标准工作曲线和铜标准溶液;分别吸取不同类型的标准溶液0-100mL加入容器中,再加入与冶金炉渣消解等量的复合消解液,再加入5-50mL内标液,混匀后定容,通过ICP-AES光谱仪检测以获得标准曲线;

[0032] 氟元素标准曲线的建立步骤包括:

[0033] 制备与待测冶金炉渣相适应的氟元素标准溶液;分别吸取0-100mL氟元素标准溶液,再加入10-100mL离子强度剂调节溶液pH至6.0-7.0,使用蒸馏水定容后摇匀,通过多功

能离子计检测以获得标准曲线；

[0034] 相应地，亚铁离子标准曲线则通过将不同浓度的亚铁标准溶液用重铬酸钾标准溶液或高锰酸钾溶液等氧化性标准溶液滴定后获得。

[0035] 步骤S1中，冶炼炉渣包括炼钢、炼铁、冶铜及其它有色金属冶炼过程中产生的冶炼炉渣，且适用范围包括高炉渣、转炉渣、二炼渣、精炼渣、预熔渣、电炉渣、铜渣、烧结球团和高炉烧结料，另外也能够适用于萤石、石灰石、白云石、冶金石灰和铁矿石等冶金地矿产品的检测分析。

[0036] 常温消解法包括将所述冶金炉渣与复合消解液在常温下混合，然后通过超声波消解，得到炉渣消解液；其中，复合消解液包括盐酸、硝酸、硫酸、高氯酸、氢溴酸、氢碘酸、柠檬酸、酒石酸和氢氟酸中的至少一种，还包括有机试剂，复合消解液能够与冶金炉渣发生反应，使冶金炉渣中的元素溶出，以进行检测分析，而超声波能够通过高频振动加快复合消解液与冶金炉渣的反应速率，并使溶出的元素在复合消解液中充分分散，且由于超声波消解代替了加热消解，避免了升温 and 降温过程导致的时间较长的问题，适合用于在线监测。

[0037] 示例性地，常温消解方法包括以下步骤：

[0038] 步骤T1、将冶金炉渣使用碳化钨料钵或高锰/铬钢料钵震动研磨10-30s，称取0.1-0.5g样本放入烧杯中，精确至0.1mg，并记录称量质量；

[0039] 步骤T2、向烧杯中加入10-500mL复合消解液，开启超声波装置，通过超声波对烧杯中的溶液进行消解，并不断搅拌，消解1-10min，即完成消解。

[0040] 高温熔融消解法包括将冶金炉渣与固态熔剂在400-1000℃的高温下熔融为液态，得到共熔体，再将急速冷却后的所述共熔体与浸出液混合，然后采用超声波乳化浸出得到样品浸出液，将所述样品浸出液与酸化液混合得到炉渣消解液；或，将所述冶金炉渣与固态熔剂混合后在400-1000℃的高温下熔融为液态，得到共熔体，再将急速冷却后的所述共熔体与酸化液混合，然后采用超声波乳化浸出得到炉渣消解液；其中，固态熔剂包括硝酸钾、硝酸镁、硝酸锂、硝酸锶、硝酸铜、硝酸铁和硝酸锰等硝酸盐，高锰酸钾和高锰酸钠等高锰酸盐，氯酸钠和氯酸钾等氯酸盐及高氯酸盐，三氧化铬、铬酸钾、铬酸钠和重铬酸钾等铬酸盐及酸酐或其他强氧化性含氧酸盐，过氧化钾、过氧化钠和过氧化锂等金属过氧化物或其他过氧化物，碳酸钾、碳酸钠和碳酸锂等碳酸盐，氢氧化钾和氢氧化钠等苛性碱及其他氢氧化物以及焦硫酸钾、焦硫酸钠和硫酸钠等酸性熔剂；浸出液包括蒸馏水、酸性浸出液或碱性浸出液，碱性浸出液包括氢氧化钠、氢氧化钾和氨水中的至少一种，酸性浸出液包括盐酸、硝酸、硫酸、磷酸、高氯酸、氢溴酸、氢碘酸、柠檬酸、酒石酸和氢氟酸中的至少一种；酸化液包括盐酸、硝酸、硫酸、磷酸、高氯酸、氢溴酸、氢碘酸、柠檬酸、酒石酸和氢氟酸中的至少一种；固态熔剂与冶金炉渣共同经过高温熔融为液态，破坏冶金炉渣的结构，再通过浸出液使共熔体中的元素充分浸出至溶液中，加入酸化液进行酸化，从而具备检测分析条件。

[0041] 其中，急速冷却包括水浴冷却、流水冷却、冰盐浴冷却、底部喷淋冷却或风冷冷却，通过采用急速冷却方式，5-20s即可完成共熔体的冷却过程，显著缩短了冷却时间。

[0042] 示例性地，高温熔融消解方法包括以下步骤：

[0043] 步骤U1、将冶金炉渣使用碳化钨料钵或高锰/铬钢料钵震动研磨10-30s，称取0.1-0.5g样本放入烧杯中，精确至0.1mg，并记录称量质量；

[0044] 步骤U2、向盛放有1-15g固态熔剂的镍坩埚中加入称量好的冶金炉渣，并将冶金炉

渣与固态熔剂混合均匀；

[0045] 步骤U3、将镍坩埚置于酒精喷灯上，灼烧至冶金炉渣和固态熔剂完全融化，并保持1-30s，得到共熔体；

[0046] 步骤U4、将镍坩埚取出并将其底部置于冷水槽内，急速冷却5-30s；

[0047] 步骤U5、将经过急速冷却后的共熔体倒入盛放有50-150mL的烧杯中，将烧杯置于超声装置中，超声乳化浸出1-5min，得到样品浸出液；

[0048] 步骤U6、将样品浸出液与20-50mL浓度为5-50%的酸化液混合均匀，得到炉渣消解液。

[0049] 应理解的是，根据需要消解的冶炼炉渣的种类选择使用常温消解法或高温熔融消解法，其中常温消解法适用于有色金属及其合金、钢铁材料、水泥、冶金炉渣、金属锰、低碳锰铁或镍的消解，不适用于有岩相结构的氧化物或地矿产品，而高温熔融消解法适用于所有冶炼炉渣的消解；但相对于高温熔融消解法，常温消解法操作更为简单，且耗时更短，因此优选常温消解法，当常温消解法无法满足要求时则使用高温熔融消解法。

[0050] 另外，为了进一步节省消解时间，消解过程中通过控制加入试液的温度和加入量，使得到的炉渣消解液的温度和体积均达到预设值；也就是说，通过前置计算，定量加入合适温度的试液，使最终得到的炉渣消解液的温度和总体积均满足预设值，避免了重复定容和降温等过程导致的时间较长的问题。

[0051] 步骤S2中，采用ICP光谱法、电极法和滴定分析法中的至少一种方法对所述炉渣消解液进行分析，通过预先建立的元素标准工作曲线得到所述冶金炉渣中的元素含量。

[0052] 具体地，所述ICP光谱法包括采用ICP-AES光谱仪检测所述炉渣消解液中的钙、镁、硅、铝、铁、锰、铬、钒、钛或铜元素的含量；所述电极法包括采用多功能离子计检测所述炉渣消解液中氟元素的含量；所述滴定分析法包括采用重铬酸钾标准溶液或高锰酸钾标准溶液氧化还原滴定分析法检测所述炉渣消解液中亚铁元素的含量。

[0053] ICP-AES光谱仪即电感耦合等离子体-原子发射光谱仪，能够通过特征谱线的强度进行定量分析元素含量，使用范围广且灵敏度高，检测限低，而且其检测时间较短，自动化程度高，适用于在线监测分析；对于无法通过ICP光谱法检测的元素，则通过其它方法检测，例如通过电极法检测氟元素，用于得到冶金炉渣中氟化钙的质量分数，通过滴定分析法检测亚铁元素含量。

[0054] 通过ICP光谱法、电极法或滴定分析法得到冶炼炉渣中元素的含量后，能够用于冶炼炉渣各组分含量的“符合性”监测，判断是否需要添加造渣原料，从而对炉渣的组分进行调控。

[0055] 本发明的另一目的在于提供一种冶金炉渣在线监测分析系统，包括消解槽、浸出槽和元素检测装置；其中，所述消解槽用于通过超声波对所述冶金炉渣进行消解；所述浸出槽用于通过超声波使所述冶金炉渣中元素乳化浸出；所述元素检测装置用于检测炉渣消解液中的元素含量。

[0056] 另外，该冶金炉渣在线监测分析系统还包括加热装置、冷却装置和加液装置；其中，所述加热装置用于将冶金炉渣和固态溶剂加热熔融为共熔体；所述冷却装置用于将所述共熔体急速冷却；所述加液装置用于定量加入所需试液。

[0057] 其中，所述加热装置包括火焰喷灯、高频电感耦合线圈或平板加热电容，优选设置

为火焰喷灯,火焰喷灯包括气体喷灯和酒精喷灯,其结构简单、运行维护成本低,温度较高,且能对需加热容器包裹更加紧密,升温更快,且温度较为稳定,能够提高加热熔融效率;

[0058] 所述消解槽包括超声波发生器、能量转换器和搅拌器,超声波发生器用于将市电转换为与能量转换器相匹配的高频交流电信号,能量转换器用于接收超声波发生器所产生的高频交流电信号,并转换为机械功率(即超声波),搅拌器用于超声消解期间对溶液进行搅拌;

[0059] 示例性地,所述消解槽包括不锈钢槽、超声波发生器、能量转换器和磁力搅拌器,常温消解时,将盛放有冶炼炉渣和复合消解液地容器放入不锈钢槽中,开启超声波发生器和磁力搅拌器,能量转换器接收到超声波发生器产生的高频交流电信号后,产生超声波,对冶炼炉渣进行消解,磁力搅拌器不停搅拌加快冶金炉渣和复合消解液地混合;

[0060] 示例性地,所述冷却槽包括不锈钢槽,不锈钢槽中盛放有冷水,将盛放有共熔体的容器放入冷却槽中,能够急速冷却。

[0061] 所述浸出槽包括超声波发生器和能量转换器,超声波发生器和能量转换器的功能则如前所述;

[0062] 示例性地,所述冷却浸出槽包括不锈钢槽、超声波发生器和能量转换器,盛放有共熔体容器经过冷却后,向其中加入浸出液,转移至不锈钢槽中,开启超声波发生器,能量转换器接收到超声波发生器产生的高频交流电信号后产生超声波,对共熔体和浸出液的混合溶液进行乳化浸出,使元素充分浸出。

[0063] 所述加液装置包括恒温储液箱和移液泵,恒温储液箱用于储存不同温度的试液,移液泵用于定量吸取所述试液;其中,恒温储液箱可包括多个,用于储存不同温度的试液,通过定量加入合适温度的试液,使最终得到的炉渣消解液温度和总体积均达到预设值,进一步节省了消解时间。

[0064] 所述元素检测装置包括ICP-AES光谱仪、多功能离子计和滴定管;其中,ICP-AES光谱仪用于钙、镁、硅、铝、铁、锰、铬、钒、钛或铜元素的检测分析,适用范围广,自动化程度高,检出限低其耗时较短,多功能离子计用于氟元素含量的检测分析,检测准确度高且耗时间短,滴定管用于亚铁元素的检测分析,检测准确度高且耗时较短。

[0065] 下面结合具体实施例,进一步阐述本发明。应理解,这些实施例仅用于说明本发明而并不用于限制本发明的范围。下列实施例中未注明具体条件的实验方法,通常按照制造厂商所建议的条件。

[0066] 实施例1

[0067] 对炼钢过程中的精炼渣中的CaO、CaF₂、MgO、Al₂O₃、SiO₂、Fe和Mn含量进行在线监测分析,所用试液包括:复合消解液1:由盐酸、硝酸、高氯酸、柠檬酸、酒石酸、氢氟酸、甲醇和水按照10:10:5:2:1:5:2:65的体积比复合配制而成;复合消解液2:由盐酸、硝酸、高氯酸、柠檬酸、酒石酸、甲醇和水按照10:10:5:2:1:2:70的体积比复合配制而成;内标溶液:0.1%的硝酸钪溶液;离子强度剂:含30%的柠檬酸钠和10%的氯化钾的复合溶液。包括以下步骤:

[0068] 1.1、使用标准品或基准试剂复合配制ICP-AES光谱仪工作曲线的各质量浓度点的标准溶液,对照精炼渣测量试液的基体,对标准溶液进行基本匹配,选择适宜的分析线,分别建立钙元素、镁元素、铝元素、硅元素、铁元素和锰元素的标准工作曲线;使用氟化钠复

合配制氟元素的5个不同数量级的质量浓度点的标准溶液,调控离子强度并调控pH为6.5,使用多功能离子计和氟电极对标准溶液进行测量,绘制氟元素的标准工作曲线;调整ICP-AES光谱仪和多功能离子计至待进样状态;

[0069] 1.2、从冶炼炉中取样,装入密封金属罐中,通过专用送样风道输送至检测实验室,通过振动磨对精炼渣进行研磨处理,称取0.2g(精确至0.1mg)研磨后的精炼渣样品放入盛放有150mL复合消解液1的烧杯1中,称取0.5g(精确至0.1mg)研磨后的精炼渣样品放入盛放有150mL复合消解液2的烧杯2中;

[0070] 1.3、将烧杯1和烧杯2置于消解槽中,开启超声波发生器和磁力搅拌器,消解60s,然后在烧杯1中加入10mL内标溶液,90mL蒸馏水,得到炉渣消解液1,烧杯2中加入100mL蒸馏水,得到炉渣消解液2;

[0071] 1.4、将30mL离子强度剂和30mL蒸馏水加入容量瓶中,滴加两滴酚红试剂,取5mL炉渣消解液2置于容量瓶中,用氢氧化钠和盐酸调整溶液刚好由红变黄,再过量滴加一滴盐酸,加水定容至100mL,得到检测液2;

[0072] 1.5、将炉渣消解液1直接置于ICP-AES光谱仪上分析,将检测液2用多功能离子计中的氟电极进行分析;

[0073] 1.6、钙元素、镁元素、铝元素、硅元素、铁元素和锰元素的分析结果可直接从ICP-AES光谱仪中读出,其中钙以单一的钙元素 W_{Ca} 形式读出,氟元素从多功能离子计的结果中得到,氟化钙监测结果通过公式(1)计算得到:

$$[0074] \quad W_{CaF2} = W_F \times 78/38; \quad (1)$$

[0075] 氧化钙含量通过公式(2)计算得到:

$$[0076] \quad W_{CaO} = (W_{Ca} - W_{CaF2} \times 40/78) \times 56; \quad (2)。$$

[0077] 将检测结果与YSBC13836-96的给定值进行对比,如表1所示:

[0078] 表1精炼渣分析结果(w%)

检测项目	CaO	MgO	SiO ₂	Al ₂ O ₃	TiO ₂	TFe	MnO
检测值	53.31	12.32	7.33	4.02	21.68	0.07	0.02

[0080] 从取样开始至得到检测结果,共耗时7分钟30秒。

[0081] 实施例2

[0082] 本实施例采用与实施例1相同的分析方法,区别在于对GSBH42009-94高炉渣标准样品进行分析。检测分析结果如表2所示:

[0083] 表2GSBH42009-94高炉渣标准样品的准确度测试

	CaO	MgO	AL ₂ O ₃	SiO ₂	TFe	MnO
给定值	41.55	8.07	7.64	39.95	0.62	0.31
测定值	41.62	7.91	7.49	40.12	0.60	0.31
差值	0.07	0.16	0.15	0.16	0.02	0.00
YB/T 4177 再现性限	1.60	1.01	0.90	4.90	0.42	0.32

[0085] 实施例3

[0086] 本实施例采用与实施例1相同的分析方法,区别在于对GBW01707转炉渣标准样品

进行分析。检测分析结果如表3所示：

[0087] 表3GBW 01707转炉渣标准样品的准确度测试

	TCa	MgO	Al ₂ O ₃	SiO ₂	TFe	MnO	F
[0088] 给定值	31.73	9.24	7.75	26.40	5.55	1.93	0.80
测定值	31.81	9.26	7.82	26.75	5.56	1.92	0.75
[0089] 差 值	0.08	0.02	0.07	0.35	0.01	0.01	0.05
YB/T 4177 再现性限	1.15	1.01	0.90	3.76	1.17	0.76	/

[0090] 从表1、表2和表3可以看出,通过本发明实施例提供的冶金炉渣在线监测分析方法能够得到准确的检测结果,具有高正确度的显著特点,且耗时较短,兼顾了时效性和准确度;另外,本发明实施例提供的冶金炉渣在线监测分析方法通过定量分析基本原理进行检测分析,获得的检测数据具有计量溯源性。

[0091] 图2为利用本发明提供的冶金炉渣在线监测分析方法及装置在线监测分析炼钢过程中精炼渣的运行情况。

[0092] 如图2所示,2021年4月16日对锭型为67t,取样时机为合金后的精炼渣进行在线监测分析,通过分析可知CaO含量为63.45%,CaF₂含量为8.57%,MgO含量为3.44%,Al₂O₃含量为2.16%,SiO₂含量为18.78%,Fe含量为0.26%,Mn含量为0.03%;2021年7月13日对锭型为185t,取样时机为出钢前的精炼渣继进行在线监测分析,通过分析可知CaO含量为50.21%,CaF₂含量为10.07%,MgO含量为9.48%,Al₂O₃含量为1.46%,SiO₂含量为27.93%,Fe含量为0.44%,Mn含量为0.03%;通过该冶金炉渣在线监测分析方法及装置能够实时、准确的了解精炼渣的情况,从而进行及时调整。

[0093] 虽然本公开披露如上,但本公开的保护范围并非仅限于此。本领域技术人员在不脱离本公开的精神和范围的前提下,可进行各种变更与修改,这些变更与修改均将落入本公开的保护范围。

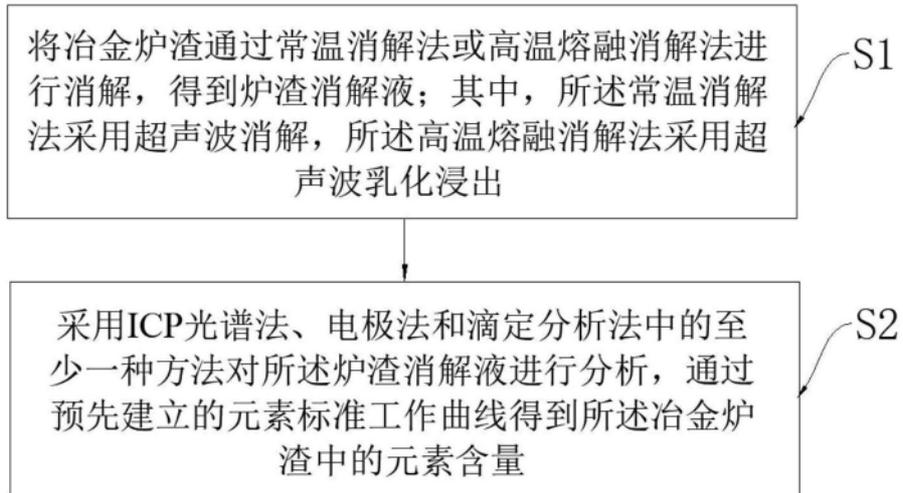


图1

序号	日期	锭型	取样时机	CaO	CaF2	MgO	Al2O3	SiO2	Fe	Mn
1	2021.4.16	67T	合金后	63.45	8.57	3.44	2.16	18.78	0.26	0.03
2	2021.4.16	67T	真空后	60.08	7.5	4.94	3.66	20.76	0.08	0.03
3	2021.4.19	114T	合金后	54.84	9.99	7.7	2.7	22	0.12	0.14
4	2021.4.20	114T	合金后	60.32	9.03	3.94	1.85	21.36	0.06	0.04
5	2021.4.23	83T	合金后	51.82	11.31	6.56	4.16	21.76	0.05	0.02
6	2021.4.24	207T	合金后	50.88	9.62	6.66	2.12	26.61	0.03	0.02
7			合金后	47.36	6.72	9.66	2.70	27.97	0.53	0.14
8	2021.4.24	185T	合金后	51.57	6.94	5.77	1.93	27.99	0.28	0.09
9			合金后	51.14	11.89	4.34	2.23	25.44	0.31	0.02
10	2021.4.25	74T	合金后	51.40	8.81	4.65	3.61	29.28	0.67	0.26
11	2021.4.25	67T	合金后	53.48	13.43	3.42	1.59	23.24	0.24	0.01
12	2021.5.7	303T	合金后	50.13	9.63	6.18	2.74	27.82	0.22	0.05
13			合金后	49.91	8.74	6.27	2.03	29.18	0.2	0.1
14	2021.5.8	126T	合金后	46.45	3.96	11.07	3.89	29.05	0.29	0.26
15	2021.7.13	185T	合金后	51.96	10.00	8.40	1.48	27.75	0.20	0.01
16			出钢前	50.21	10.07	9.48	1.46	27.93	0.44	0.03
17			合金后	57.68	9.01	5.42	1.88	26.10	0.07	0.00
18			出钢前	51.81	12.59	7.46	2.88	24.85	0.11	0.02
19	2021.7.14	303T	合金后	51.10	7.82	9.49	2.03	28.92	0.25	0.04
20			出钢前	47.01	8.80	12.65	4.48	26.48	0.36	0.05
21			合金后	51.36	7.99	8.25	2.00	29.83	0.23	0.07
22			出钢前	43.99	7.32	13.39	8.15	26.55	0.27	0.10
23	2021.8.4	176T	合金后	50.81	10.68	5.56	30.29	2.05	0.66	0.02
24			出钢前	47.51	9.57	7.15	31.70	3.39	0.65	0.06
25			合金后	49.80	11.79	4.69	32.07	1.70	0.07	0.02
26			出钢前	47.07	9.79	6.83	33.66	2.52	0.10	0.04
27	2021.8.7	176T	合金后	50.99	10.62	4.71	32.61	0.92	0.21	0.02
28			出钢前	46.91	9.38	7.04	32.89	3.27	0.54	0.06
29			合金后	44.63	17.48	8.31	22.77	6.45	0.59	0.05
30			出钢前	42.91	10.33	9.95	33.34	3.45	0.11	0.05
31	2021.8.9	176T	合金后	46.40	11.11	7.38	33.03	1.90	0.22	0.03
32			出钢前	44.59	10.58	8.25	33.86	2.45	0.25	0.04
33			合金后	52.10	10.45	3.93	31.75	1.67	0.20	0.02
34			出钢前	48.48	9.41	5.07	32.06	5.06	0.40	0.04
35	2021.8.12	176T	合金后	50.82	7.53	4.77	34.61	1.64	0.41	0.02
36			出钢前	47.00	7.46	7.24	34.18	3.60	0.22	0.07
37			合金后	54.82	8.29	4.19	30.30	0.97	0.33	0.03
38			出钢前	51.06	7.32	6.46	31.28	3.48	0.19	0.05

图2