



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 103317250 A

(43) 申请公布日 2013. 09. 25

(21) 申请号 201310227543. 2

(22) 申请日 2013. 06. 08

(71) 申请人 四川汉龙新材料有限公司

地址 618000 四川省德阳市广汉经济开发区  
潮州路东段

(72) 发明人 魏淑红 李根 郭晋川 石磊

杜新 王艳 刘玉明 赵纯培

(74) 专利代理机构 四川省成都市天策商标专利

事务所 51213

代理人 刘兴亮

(51) Int. Cl.

B23K 31/12(2006. 01)

权利要求书2页 说明书4页

(54) 发明名称

一种焊条药皮中金红石含量的测定方法

(57) 摘要

本发明公开了一种焊条药皮中金红石含量的测定方法,包括以下步骤:步骤一:样品的制备:去除焊条药皮中的金属和合金材料,获得含有金红石、非金属矿物和化工原料的样品;步骤二:利用电选法分离样品中的金红石:将步骤一获得的样品进行电选分离,获得金红石的电选精矿,电选精矿的产率为电选精矿的质量与样品总量的比值;步骤三:分析电选精矿中金红石  $TiO_2$  含量;步骤四:确定金红石  $TiO_2$  在焊条药皮中的含量。本发明采用电选法获得电选精矿的操作步骤简便,很容易将金红石分选出来,无需采用化学试剂进行分离,电选分离的金红石含量与理论值接近,测定误差小;采用化学分析方法对金红石  $TiO_2$  的含量进行测定,方法简单,试剂使用量少。

1. 一种焊条药皮中金红石含量的测定方法,其特征在于包括以下步骤:

步骤一:样品的制备:去除焊条药皮中的金属和合金材料,获得含有金红石、非金属矿物和化工原料的样品;

步骤二:利用电选法分离样品中的金红石:将步骤一获得的样品进行电选分离,获得含金红石的电选精矿,电选精矿的产率为电选精矿的质量与样品总量的比值;

步骤三:电选精矿中金红石  $\text{TiO}_2$  含量的测定:将电选精矿经氟化钠和稀盐酸加热分解,过滤后收集残渣,将残渣灰化后冷却,加焦硫酸钾熔融,用稀硫酸加热浸取至熔块溶解,过滤洗涤,收集滤液,滤液用于测定电选精矿中金红石  $\text{TiO}_2$  的含量;

步骤四:确定金红石  $\text{TiO}_2$  在焊条药皮中的含量:根据步骤二的电选精矿的产率和步骤三电选精矿中金红石  $\text{TiO}_2$  的含量来计算金红石  $\text{TiO}_2$  在焊条药皮中的含量,金红石  $\text{TiO}_2$  在焊条药皮中的含量为电选精矿的产率与电选精矿中金红石  $\text{TiO}_2$  含量的乘积。

2. 根据权利要求1所述的一种焊条药皮中金红石含量的测定方法,其特征在于步骤二所述的电选分离的条件是:鼓筒转速:60~120r/min,电压:20~55kV。

3. 根据权利要求1或2所述的一种焊条药皮中金红石含量的测定方法,其特征在于步骤三所述的电选精矿中金红石  $\text{TiO}_2$  含量的测定具体包括以下步骤:

A、电选精矿中金红石  $\text{TiO}_2$  的提取:准确称取电选精矿,置于烧杯中,加入氟化钠和稀盐酸,置于电热板上加热1.5h,取下冷却,用致密定量滤纸过滤,用稀 HCl 洗涤烧杯和残渣,至滤纸上无铁离子的黄色;将残渣放入瓷坩埚置于马弗炉中灰化,于700℃灼烧20-30min,取出冷却,加入焦硫酸钾置于马弗炉中于650-700℃熔融30min,用稀硫酸加热浸取,加热至熔块溶解,趁热过滤,用稀硫酸洗涤,滤液移入容量瓶中,用水稀释至刻度,该溶液即为测定电选精矿中金红石  $\text{TiO}_2$  的试样溶液;

B、绘制二氧化钛溶液校准曲线:移取0.00、0.50、1.00、2.00、4.00、6.00、8.00、10.00mL 浓度100.0  $\mu\text{g/mL}$  的二氧化钛标准溶液,置于50mL容量瓶中,加5mL浓度为20g/L的抗坏血酸溶液,摇匀,放置数分钟,加入体积分数50%的盐酸5mL,浓度为10mg/L二安替比林甲烷溶液20mL,用水稀释至刻度摇匀;1小时后于分光光度计上于波长420nm处测吸光度,绘制二氧化钛溶液校准曲线;

C、测定电选精矿中金红石  $\text{TiO}_2$  的含量:分取上述步骤A的溶液于50mL容量瓶中,加5mL浓度为20g/L的抗坏血酸溶液,摇匀,放置数分钟,加入体积分数50%的盐酸5mL,浓度为10mg/L二安替比林甲烷溶液20mL,用水稀释至刻度,摇匀;1小时后于分光光度计上于波长420nm处测吸光度,根据步骤B的校准曲线查得电选精矿试样溶液中金红石  $\text{TiO}_2$  的质量。

4. 根据权利要求3所述的一种焊条药皮中金红石含量的测定方法,其特征在于所述的电选精矿中金红石  $\text{TiO}_2$  含量按照下述公式计算:

$$\omega(\text{TiO}_2)/10^{-2} = \frac{(m_1 - m_0) \times V \times 10^{-4}}{m \times V_1}$$

式中:

$\omega(\text{TiO}_2)/10^{-2}$ ——电选精矿中金红石  $\text{TiO}_2$  的质量分数;

$m_1$ ——从校准曲线上查得电选精矿试样溶液中金红石  $\text{TiO}_2$  的质量,  $\mu\text{g}$ ;

$m_0$ ——从校准曲线上查得试样空白溶液中二氧化钛的质量,  $\mu\text{g}$ ;

$V_1$ ——分取电选精矿试样溶液的体积, mL;

$V$ ——电选精矿试样溶液的总体积, mL;

$m$ ——称取电选精矿试样的质量, g。

## 一种焊条药皮中金红石含量的测定方法

### 技术领域

[0001] 本发明涉及一种焊条药皮中金红石含量的测定方法,具体是测定焊条药皮中金红石含量及电选精矿中金红石  $\text{TiO}_2$  的含量。

### 背景技术

[0002] 压涂在焊芯表面的涂层称为药皮。药皮的化学成分对焊条的性能有着至关重要的影响,因此研究焊条药皮的配方对于设计制造出高品质高性能的焊条有十分重要的意义。焊条药皮由各类矿物质、合金和化工产品等原料组成,其组成成分相当复杂,在定量分析中他们互相干扰,这给焊条药皮的定量分析带来许多困难。本文通过电选分离的方法对焊条药皮中的金红石成分进行分离,并采用化学分析方法对电选精矿中金红石  $\text{TiO}_2$  含量进行分析,同时对样品中金红石含量进行了验证,得到的分析结果准确可靠,从而探索出了分离焊条药皮中金红石的方法和检测焊条药皮中金红石  $\text{TiO}_2$  含量的有效方法。

### 发明内容

[0003] 本发明的目的提供一种焊条药皮中金红石含量的测定方法,该方法首先利用金红石良好的导电性,用电选法将焊条药皮中的金红石与其他成分分离得到含金红石的电选精矿,然后对电选精矿中金红石  $\text{TiO}_2$  进行分析测定。

[0004] 为了达到上述的技术效果,本发明采取以下技术方案:

[0005] 一种焊条药皮中金红石含量的测定方法,包括以下步骤:

[0006] 步骤一:样品的制备:去除焊条药皮中的金属和合金材料,获得含有金红石、非金属矿物和化工原料的样品;

[0007] 步骤二:利用电选法分离样品中的金红石:将步骤一获得的样品进行电选分离,获得含金红石的电选精矿,电选精矿的产率为电选精矿的质量与样品总量的比值;电选分离的条件:鼓筒转速:60~120r/min,电压:20~55kV。药皮中矿物的导电性质如下表1。

[0008] 表1:各种矿物导电性质

[0009]

矿物名称	分子式	介电常数 $\epsilon$	导电性质
金红石	$\text{TiO}_2$	87 ~ 173	导体
萤石	$\text{CaF}_2$	6.7 ~ 7.0	非导体
硅灰石	$\text{Ca}(\text{Si}_3\text{O}_9)$	6.17	非导体
大理石	$\text{CaCO}_3$	6	非导体

[0010] 步骤三:电选精矿中金红石  $\text{TiO}_2$  含量的测定:将电选精矿经氟化钠和稀盐酸加热分解,过滤后收集残渣,将残渣灰化后冷却,加焦硫酸钾熔融,用稀硫酸加热浸取至熔块溶

解,过滤洗涤,收集滤液,滤液用于测定金红石  $\text{TiO}_2$  的含量;

[0011] 步骤四:确定金红石  $\text{TiO}_2$  在焊条药皮中的含量:根据步骤二的电选精矿的产率和步骤三电选精矿中金红石  $\text{TiO}_2$  含量来计算金红石  $\text{TiO}_2$  在焊条药皮中的含量,金红石  $\text{TiO}_2$  在焊条药皮中的含量为电选精矿的产率与电选精矿中金红石  $\text{TiO}_2$  含量的乘积。

[0012] 上述的步骤三中分析电选精矿中金红石  $\text{TiO}_2$  含量的测定具体包括以下步骤:

[0013] A、电选精矿中金红石  $\text{TiO}_2$  的提取:准确称取电选精矿,置于烧杯中,加入氟化钠和稀盐酸,置于电热板上加热 1.5h,取下冷却,用致密定量滤纸过滤,用稀 HCl 洗涤烧杯和残渣,至滤纸上无铁离子的黄色;将残渣放入瓷坩埚置于马弗炉中灰化,于  $700^\circ\text{C}$  灼烧 20-30min,取出冷却,加入焦硫酸钾置于马弗炉中于  $650-700^\circ\text{C}$  熔融 30min,用稀硫酸加热浸取,加热至熔块溶解,趁热过滤,用稀硫酸洗涤,滤液移入容量瓶中,用水稀释至刻度,该溶液即为测定电选精矿中金红石  $\text{TiO}_2$  的试样溶液;

[0014] B、绘制二氧化钛溶液校准曲线:移取 0.00、0.50、1.00、2.00、4.00、6.00、8.00、10.00mL 浓度  $100.0 \mu\text{g/mL}$  的二氧化钛标准溶液,置于 50mL 容量瓶中,加 5mL 浓度为 20g/L 的抗坏血酸溶液,摇匀,放置数分钟,加入体积分数 50% 的盐酸 5mL,浓度为 10mg/L 二安替比林甲烷溶液 20mL,用水稀释至刻度摇匀;1 小时后于分光光度计上于波长 420nm 处测吸光度,绘制二氧化钛溶液校准曲线;

[0015] C、测定电选精矿中金红石  $\text{TiO}_2$  的含量:分取上述步骤 A 的溶液于 50mL 容量瓶中,加 5mL 浓度为 20g/L 的抗坏血酸溶液,摇匀,放置数分钟,加入体积分数 50% 的盐酸 5mL,浓度为 10mg/L 二安替比林甲烷溶液 20mL,用水稀释至刻度,摇匀;1 小时后于分光光度计上于波长 420nm 处测吸光度,根据步骤 B 的校准曲线查得电选精矿试样溶液中金红石  $\text{TiO}_2$  的质量。

[0016] 在上述的测定方法中,所述的电选精矿中金红石  $\text{TiO}_2$  含量按照下述公式计算:

$$[0017] \quad \omega(\text{TiO}_2) / 10^{-2} = \frac{(m_1 - m_0) \times V \times 10^{-4}}{m \times V_1}$$

[0018] 式中:

[0019]  $\omega(\text{TiO}_2) / 10^{-2}$ ——电选精矿中金红石  $\text{TiO}_2$  的质量分数;

[0020]  $m_1$ ——从校准曲线上查得电选精矿试样溶液中金红石  $\text{TiO}_2$  的质量,  $\mu\text{g}$ ;

[0021]  $m_0$ ——从校准曲线上查得试样空白溶液中二氧化钛的质量,  $\mu\text{g}$ ;

[0022]  $V_1$ ——分取电选精矿试样溶液的体积, mL;

[0023]  $V$ ——电选精矿试样溶液的总体积, mL;

[0024]  $m$ ——称取电选精矿试样的质量, g。

[0025] 本发明与现有技术相比,具有以下有益效果:

[0026] (1) 本发明将焊条药皮中的金属和合金去除后,采用电选法得到具有导电性质的电选精矿,该电选精矿中即为金红石,采用化学分析方法分析电选精矿中金红石  $\text{TiO}_2$  的含量,采用电选法获得电选精矿的操作步骤简便,很容易将金红石分选出来,无需采用化学试剂进行分离,电选分离的金红石含量与理论值接近,测定误差小;采用化学分析方法对金红石中  $\text{TiO}_2$  含量进行测定,方法简单,试剂使用量少。

[0027] (2) 本发明为焊条药皮中金红石含量的测定提供了方法,为焊条药皮中金红石含

量对焊条药皮性能影响提供了试验依据,同时也为焊条药皮新配方研究提供了技术支持。

### 具体实施方式

[0028] 下面结合本发明的实施例对本发明作进一步的阐述和说明。

[0029] 实施例：

[0030] 以某自制焊条药皮试样为例,其配方为：铁粉 17%,铬粉 9%,镍粉 9%,锰粉 2%,钼铁 7%,硅铁 4%,金红石 3.7%,大理石 18%,萤石 7%,硅灰石 4.3%,冰晶石 19%。

[0031] (1) 取 100g 该焊条药皮,去除其中的金属及合金原料,剩余样品重量为 48.3g。

[0032] (2) 将步骤 1 中获得的剩余样品 48.3g 作为原料进行电选分离,获得 3.57g 电选精矿,则该电选精矿的产率为 3.57%,即焊条药皮中金红石的含量为 3.57%,该结果与原料配方中金红石含量 3.70% 基本接近。

[0033] (3) 分析电选精矿中金红石  $TiO_2$  的含量：

[0034] A、电选精矿中金红石  $TiO_2$  的提取：准确称取 0.2000g 电选精矿,置于 200mL 聚四氟乙烯烧杯中,加入 0.5g 氟化钠和 50mL 质量分数为 35% 的盐酸,在电热板上于 250~300℃ 下加热 1.5h,取下冷却,用致密定量滤纸过滤,用 70~85℃ 质量分数 5% 的 HCl 洗涤水洗涤烧杯和残渣,至滤纸上无铁离子的黄色；将残渣放入瓷坩埚中灰化,于 700℃ 灼烧 20-30min,取出冷却,加 5-6g 焦硫酸钾置于马弗炉中于 650-700℃ 熔融 30min,用 50mL 质量分数 6% 的硫酸于 200mL 烧杯中加热浸取,加热至熔块溶解,趁热过滤,用 70~85℃ 质量分数 6% 硫酸洗涤,滤液移入 100mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,该溶液即为测定电选精矿中金红石  $TiO_2$  的试样溶液；

[0035] B、绘制二氧化钛溶液校准曲线：移取 0.00、0.50、1.00、2.00、4.00、6.00、8.00、10.00mL 浓度 100.0  $\mu g/mL$  的二氧化钛标准溶液,置于 50mL 容量瓶中,加 5mL 浓度为 20g/L 的抗坏血酸溶液,摇匀,放置数分钟,加入质量分数 50% 的盐酸 5mL,浓度为 10mg/L 二安替比林甲烷溶液 20mL,用水稀释至刻度摇匀；1 小时后于分光光度计上于波长 420nm 处测吸光度,绘制二氧化钛溶液校准曲线；

[0036] C、测定电选精矿中金红石  $TiO_2$  的含量：分取 5-10mL 上述步骤 A 的溶液于 50mL 容量瓶中,加 5mL 浓度为 20g/L 的抗坏血酸溶液,摇匀,放置数分钟,加入质量分数 50% 的盐酸 5mL,浓度为 10mg/L 二安替比林甲烷溶液 20mL,用水稀释至刻度,摇匀；1 小时后于分光光度计上于波长 420nm 处测吸光度,根据步骤 B 的校准曲线查得电选精矿试样溶液金红石  $TiO_2$  的质量。

[0037] D、所述的电选精矿中金红石  $TiO_2$  含量按照下述公式计算：

$$[0038] \quad \omega(TiO_2) / 10^{-2} = \frac{(m_1 - m_0) \times V \times 10^{-4}}{m \times V_1}$$

[0039] 式中：

[0040]  $\omega(TiO_2) / 10^{-2}$ ——电选精矿中金红石  $TiO_2$  的质量分数；

[0041]  $m_1$ ——从校准曲线上查得电选精矿试样溶液中金红石  $TiO_2$  的质量,  $\mu g$ ；

[0042]  $m_0$ ——从校准曲线上查得试样空白溶液二氧化钛的质量,  $\mu g$ ；

[0043]  $V_1$ ——分取电选精矿试样溶液的体积, mL；

[0044] V——电选精矿试样溶液的总体积, mL ;

[0045] m——称取电选精矿试样的质量, g。

[0046] 分析 3.57g 电选精矿中金红石  $\text{TiO}_2$  含量为 87.56%。

[0047] (4)电选精矿产率为 3.57%, 电选精矿中金红石  $\text{TiO}_2$  含量为 87.56%, 则金红石  $\text{TiO}_2$  在焊条药皮中的含量为 : $3.57\% \times 87.56\% = 3.13\%$ 。

[0048] 尽管这里参照本发明的解释性实施例对本发明进行了描述, 上述实施例仅为本发明较佳的实施方式, 本发明的实施方式并不受上述实施例的限制, 应该理解, 本领域技术人员可以设计出很多其他的修改和实施方式, 这些修改和实施方式将落在本申请公开的原则范围和精神之内。