

杨惠玲, 班俊生, 夏辉, 等. 微波消解电感耦合等离子体发射光谱法测定三水铝土矿中的有效铝、活性铝和活性硅[J]. 岩矿测试, 2017, 36(3): 246 - 251.

YANG Hui-ling, BAN Jun-sheng, XIA Hui, et al. Determination of Available Alumina, Active Alumina and Active Silicon in Gibbsite Bauxite by Inductively Coupled Plasma-Optical Emission Spectrometry with Microwave Digestion[J]. Rock and Mineral Analysis, 2017, 36(3): 246 - 251. [DOI: 10.15898/j.cnki.11-2131/td.201606120083]

## 微波消解电感耦合等离子体发射光谱法测定三水铝土矿中的有效铝、活性铝和活性硅

杨惠玲<sup>1,2</sup>, 班俊生<sup>3</sup>, 夏辉<sup>1,2</sup>, 王书勤<sup>1,2</sup>, 杜天军<sup>1,2</sup>, 王小强<sup>1,2</sup>

1. 河南省有色金属地质勘查总院, 河南 郑州 450052;
2. 河南省有色金属深部找矿勘查技术研究重点实验室, 河南 郑州 450052;
3. 河南省有色金属地质矿产局第二地质大队中心实验室, 河南 平顶山 467021)

**摘要:**有效铝、活性硅是判定三水铝土矿质量的重要指标, 这两项指标的测定通常采用微波消解电感耦合等离子体发射光谱法(ICP-OES)。该方法首先测定出消解试液中的铝(即有效铝), 再将剩余的残渣酸化溶解, 进而测定出硅(即活性硅)。然而, 由于消解试液不易澄清和残渣酸溶不完全, 往往导致结果的重现性较差。本文对此方法作一改进, 将消解的试液酸化加热, 以钴为内标, 采用ICP-OES同时测定出溶液中的活性铝和活性硅, 然后间接计算出溶液中的有效铝。方法精密度(RSD,  $n=13$ )小于3%, 回收率为97.0%~102.6%, 用国际标准物质验证的测定结果与标准值吻合。本方法解决了消解后的溶液不易澄清和剩余残渣酸溶不完全的问题, 克服了基体效应和仪器波动对测定结果的影响, 能同时测定出活性铝和活性硅, 并且提出的活性铝的概念可应用于三水铝土矿的综合评价和氧化铝生产工艺的调整。

**关键词:** 三水铝土矿; 有效铝; 活性硅; 活性铝; 微波消解; 电感耦合等离子体发射光谱法

**中图分类号:** O657.31; P578.496      **文献标识码:** B

世界铝土矿储量最大的为三水铝石矿, 主要分布在南北纬30°线间的热带和亚热带的非洲、大洋洲、南美洲、印度、印度尼西亚、越南等地区。矿石以中高铝、低硅、高铝硅比、高铁、容易开采为特征, 属于氧化铝生产的优质原料, 适宜用低能耗经济的低温拜耳法工艺生产氧化铝。随着我国铝土矿资源日益匮乏, 对三水铝土矿的进口需求越来越大。衡量三水铝土矿经济价值的两个重要指标为有效铝和活性硅<sup>[1]</sup>。有效铝<sup>[2]</sup>是指在拜耳法生产氧化铝的工艺条件下, 可以从矿石中提取出的净氧化铝含量; 活性硅<sup>[2]</sup>是指在拜耳法生产氧化铝的工艺条件下, 能与苛性碱发生化学反应的含硅化合物的含量, 主

要为高岭石( $\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot \text{SiO}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$ )、白云母 $[\text{KAl}_2(\text{AlSi}_3\text{O}_{10})(\text{OH})_2]$ 、伊利石(水合硅铝酸钾)等, 赤泥<sup>[3]</sup>为提取铝后的残渣, 反应的硅最后以铝硅酸钠方式沉淀下来, 进入赤泥, 活性硅越高, 有效铝损失越多, 消耗氢氧化钠也越多, 直接增加了经济成本。因此, 快速、准确地检测监控进口三水铝土矿的质量非常重要。

近年来, 我国一些企业实验室模拟拜耳法生产工艺, 对铝土矿样品进行消解处理, 依据行业标准YS/T 575.1—2007对有效铝进行测定, 依据YS/T 575.2—2007和YS/T 575.3—2007对活性硅进行测定, 以上方法分别涉及容量法、重量法和分光光度

收稿日期: 2016-06-12; 修回日期: 2017-05-27; 接受日期: 2017-05-31

基金项目: 2016年度河南省“两权价款”地质科研类项目(豫财招标采购-2015-1992-03)

作者简介: 杨惠玲, 教授级高级工程师, 主要研究方向为无机分析。E-mail: yyf\_yhl@163.com。

法,步骤繁琐,分析周期长,劳动强度大,不利于批量样品分析。文献[2]通过微波消解对铝土矿样品进行处理,采用 ICP-OES 分别测定有效铝和活性硅,在该方法中,由于试液中的沉淀在摇匀后无法快速沉降,一部分铝和硅形成的水合铝硅酸钠会被分取进入测试有效铝的溶液中,造成有效铝的测定结果偏高,同时由于赤泥无法快速溶解,随着放置时间的延长,活性硅的值在慢慢增加,造成活性硅的测定结果偏低。另有专利技术(专利号 200910243364.1)提出了一种快速测定三水铝土矿中有效铝的方法,通过在反应釜中加入铝土矿样品和碱液,采用容量法与重量法相结合测定溶出液中的有效铝,该方法操作复杂,且无法同时测定活性硅的含量。

使用拜耳法生产氧化铝时,铝土矿中的含硅矿物在设定的溶出条件下,活性硅与溶液中的铝酸钠反应,生成水合铝硅酸钠进入赤泥,会造成有效铝的损失,通常情况下,每 1 kg 参加反应的活性硅会损耗 1 kg 氧化铝<sup>[3]</sup>。对此,有必要引入活性铝这一概念。活性铝为在拜耳法生产氧化铝工艺条件下,与氢氧化钠反应的所有氧化铝,其中一部分为溶液中的有效铝,另一部分为与二氧化硅反应形成水合铝硅酸钠沉淀进入赤泥中的氧化铝,这部分氧化铝可以被盐酸溶解。因此,将消解液用盐酸酸化后,采用 ICP-OES 法可同时测定活性铝和活性硅的含量,并可计算出有效铝的含量。除此之外,在有预脱硅工艺<sup>[3-7]</sup>和加入石灰进行脱硅<sup>[8]</sup>的生产流程中,活性铝能更有效地评价三水铝土矿的价值,因为上述两个生产流程与活性硅进行反应的那部分铝会大大降低,引入活性铝这一概念后,能够同时进行活性铝和活性硅的测定,简化了分析方法,测定数据也更为准确,同时,有效铝也可根据活性铝和活性硅的测定结果计算得出。

本文利用微波消解技术,模拟拜耳法氧化铝生产工艺,将三水铝土矿样品在一定的溶出温度、时间及溶出碱度条件下快速进行溶出,之后对溶出的全部试液进行处理,采用 ICP-OES 法同时测定活性铝和活性硅,并计算出有效铝。此方法已经国际标准物质的验证,证明了分析结果是准确、可靠的。

## 1 实验部分

### 1.1 仪器与工作参数

ICAP 6300 Radial 全谱直读电感耦合等离子体

发射光谱仪(美国 ThermoFisher 公司)。优化后的 ICP-OES 测试条件为:射频功率 1150 W,蠕动泵泵速 30 r/min,雾化器压力 0.2 MPa,辅助气(Ar)流量 1.0 L/min,铝的分析波长 167.079 nm,硅的分析波长 251.611 nm。

ETHOS 密闭微波消解仪(意大利 Milestone 公司)。实验选用 DRN-41 高通量转子(65 mL)与 TFM-10 高压转子在相同条件下测定,微波消解设定的加热程序为:5 min 升温到 50℃,再经 10 min 升温到指定温度 145℃,保持 30 min,完毕后降至 80℃ 取出。为研究不同温度对样品消解效果的影响,最高消解温度分别设定为 120℃、140℃、150℃ 和 175℃。

### 1.2 标准溶液与主要试剂

Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>、SiO<sub>2</sub> 标准储备溶液:浓度均为 1 mg/mL(国家标准物质研究中心研制)。

Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>、SiO<sub>2</sub> 标准工作液:按基体匹配的原理,含有与样品基体一致的氯化钠及盐酸浓度,分别配制于一组 100 mL 容量瓶中,Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 标准溶液的浓度为 0、10、50、100 μg/mL, SiO<sub>2</sub> 标准溶液的浓度为 0、1、10、50 μg/mL。

氢氧化钠、盐酸:均为分析纯。

Co 内标溶液:浓度为 20 μg/mL,介质为 5% 盐酸。采用在线三通加入内标溶液。

实验用水为去离子交换水(电阻率 ≥ 18 MΩ·cm)。

### 1.3 样品来源及矿物组成

本文选用的样品为老挝人民共和国占巴色省巴松县矿区和马达加斯加索非亚省 Andranovato 矿区的三水铝土矿,经 X 射线粉晶衍射及电子探针分析主要矿物为三水铝石、高岭石,其次为磁赤铁矿、钛铁矿、锐钛矿、石英、磷灰石、锆石等,用常规方法加工至 200 目,105℃ 烘 4 h,放置于干燥器中备用。

### 1.4 实验方法

称取 1.0000 g(精确至 0.0002 g)样品放入消解罐中,加入 10.0 mL 90 g/L 氢氧化钠溶液(以 Na<sub>2</sub>O 量计 70 g/L),摇匀,装入消解仪,输入升温曲线,在 145℃ 下消解 30 min。

将消解液转入盛有 100.0 mL 0.6 mol/L 盐酸的 250 mL 烧杯中,加热微沸 5 min 溶解其中的水合铝硅酸钠,冷却后将溶液转入 250 mL 容量瓶中定容、混匀。取分液 5 mL,加水稀释至 20~30 mL 后,加

入50%的盐酸10 mL,用水稀释至100 mL,用ICP-OES同时测定活性铝和活性硅的含量,有效铝含量则由公式(1)计算得出。

$$\text{有效铝 Al}_2\text{O}_3(\%) = \text{活性铝 Al}_2\text{O}_3(\%) - \text{活性硅 SiO}_2(\%) \quad (1)$$

## 2 结果与讨论

### 2.1 氢氧化钠溶液加入量对消解的影响

氢氧化钠溶液加入量直接影响有效铝及活性硅的溶出效果<sup>[9]</sup>。因微波消解液体总体积不能低于7 mL,为实验方便,固定加入氢氧化钠溶液的体积为10 mL、消解温度145℃、消解时间30 min,改变加入氢氧化钠溶液的浓度从而改变氢氧化钠的量,实验结果见表1。从表1可见,氢氧化钠的浓度在55 g/L以上时溶出率趋近稳定,文献[2]选择加入氢氧化钠溶液浓度为145 g/L,本实验选用固定加入氢氧化钠溶液浓度为90 g/L,不但节约了成本,而且还可降低惰性硅的溶出。

表1 NaOH加入量影响

Table 1 Effect of NaOH dosage

NaOH 浓度 (g/L)	有效铝 Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> 含量 (%)	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> 溶出率 (%)	活性硅 SiO <sub>2</sub> 含量 (%)
30	23.58	60.48	0.53
45	33.31	85.43	0.67
55	35.02	89.82	0.65
65	35.47	90.97	0.67
80	35.41	90.82	0.64
90	35.65	91.43	0.68
100	35.62	91.36	0.65

### 2.2 微波消解时间和温度对消解的影响

称取1.0000 g样品,加入10 mL氢氧化钠溶液(90 g/L),于145℃微波消解不同时间。实验证明微波消解20~40 min趋于稳定,随着时间的增加,有效铝变化不大,但可溶性硅有增加趋势,本实验选择文献[2]相同的时间30 min。

对于三水铝石型铝土矿,一般采用的溶出工艺为在150℃左右进行高压溶出<sup>[9]</sup>,文献[2]采用175℃,文献[10]实验了145℃和113℃两段溶出新工艺。本实验选择在上述两项已选最佳条件下,称取1.0000 g样品,加入10 mL氢氧化钠溶液(90 g/L),在不同的温度下消解30 min,120~175℃进行试验。表2测定结果表明:消解温度在140~

150℃对结果影响不大,随着温度的增加,有些样品的可溶性硅增加趋势加大,这是因为样品中的惰性硅(石英)开始溶解,为控制惰性硅的溶解,本实验选择与目前低温拜耳法生产工艺接近的温度145℃。

表2 微波消解温度的影响

Table 2 Effect of microwave digestion temperature

测定项目	1#样品		2#样品	
	120	140	120	140
温度(℃)	150	175	150	175
有效铝 Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> 含量(%)	36.12	36.32	34.33	35.96
活性硅 SiO <sub>2</sub> 含量(%)	36.77	37.13	35.90	35.81
活性硅 SiO <sub>2</sub> 含量(%)	7.63	10.65	0.96	1.05
含量(%)	10.65	10.96	1.12	2.56

### 2.3 加盐酸后放置时间对澄清液中 SiO<sub>2</sub>含量的影响

按照文献[2]实验方法进行大批量三水铝土矿勘查样品测试,发现活性硅的重现性很差,且酸化后溶液悬浮物不易下降,因此设计下述实验:分别称取两组样品(1#和2#),按照试验方法进行消解,一组按照文献[2]实验方法放置不同时间后进行分析,另一组按照本实验方法放置不同时间后测定。从表3的结果可以看出,按照文献[2]实验方法进行分析,加酸后随着放置时间的延长,清液中 SiO<sub>2</sub>含量在逐渐增加,说明钠铝硅渣在常温及实验酸度下溶解的速度较慢,不能很快溶解完全,这将直接影响活性硅的测定,使活性硅的测定结果偏低。本文实验方法中,将微波消解完的试样边搅动边缓缓转入盛有100.0 mL 0.6 mol/L 盐酸的玻璃烧杯中,加热微沸5 min,其中的水合铝硅酸钠就能溶解完全。

表3 加盐酸后放置时间对澄清液中硅含量的影响

Table 3 Effect of placement time after adding hydrochloric acid on the content of silicon in supernatant liquid

测定项目	1#样品		2#样品	
放置时间(h)	12	24	12	24
	48	72	48	72
不加热 SiO <sub>2</sub> 含量 (%)	5.04	5.60	1.32	1.50
	5.82	5.88	1.68	1.76
加热 SiO <sub>2</sub> 含量 (%)	5.88	5.86	1.77	1.80
	5.87	5.85	1.77	1.78

### 2.4 赤泥中活性三氧化二铝和活性二氧化硅的测定

在拜耳法生产氧化铝的工艺中,通常情况下,每1 kg参加反应的活性硅会与1 kg氧化铝反应生成

铝硅酸钠聚合物,造成铝浸出率的降低,为得到直接准确的数据,现设计下述实验:称取一组15个样品,每个样品平行三份,按照实验方法进行消解,消解后的样品过滤,经固液分离后将沉淀溶于盛有100.0 mL 0.6 mol/L 盐酸的250 mL 烧杯中,加热煮沸5 min,冷却后将溶液转入250 mL 容量瓶中定容,混匀,再用蒸馏水稀释定容,按实验方法用ICP-OES测定溶液中的 $\text{Al}_2\text{O}_3$ 和 $\text{SiO}_2$ 含量,计算出15件赤泥试样中的活性铝、活性硅平均值,计算出它们之间质量比( $k$ )。获得的 $k$ 值在0.936~1.082,平均值为1.008,与有关报道相符。在计算有效铝的含量时,硅的测量误差会传递给有效铝,由于三水铝土矿要求的有效铝硅比一般要大于8,因此传递给有效铝的误差很小。

## 2.5 方法技术指标

### 2.5.1 方法检出限和加标回收率

实验中使用的 $\text{Al}_2\text{O}_3$ 标准曲线系列为0、10、50、100  $\mu\text{g}/\text{mL}$ ,  $\text{SiO}_2$ 标准曲线系列为0、1、10、50  $\mu\text{g}/\text{mL}$ ,配成混合标准溶液,盐酸浓度为10%,每100 mL 补加90 g/L 氢氧化化钠溶液0.2 mL,保持与样品基体基本一致。相关系数为0.9999;仪器的 $\text{Al}_2\text{O}_3$ 及 $\text{SiO}_2$ 检出限为0.04  $\mu\text{g}/\text{mL}$ ,方法检出下限为0.02%,上限分别为60%、25%,比文献[2]提供的检出下限低,上限基本相符。

另取两个样品分成三组,加入不同量的 $\text{Al}_2\text{O}_3$ 和 $\text{SiO}_2$ 标准溶液,测试结果列于表4, $\text{Al}_2\text{O}_3$ 的加标回收率为97.0%~101.2%, $\text{SiO}_2$ 的加标回收率为98.0%~102.6%。

表4 加标回收率实验

Table 4 Spiked recovery tests of the method

原浓度 ( $\mu\text{g}/\text{mL}$ )	$\text{Al}_2\text{O}_3$ 含量( $\mu\text{g}/\text{mL}$ )			原浓度 ( $\mu\text{g}/\text{mL}$ )	$\text{SiO}_2$ 含量( $\mu\text{g}/\text{mL}$ )		
	加标量	加标后 测量值	回收率 (%)		加标量	加标后 测量值	回收率 (%)
20.82	10	30.62	98.0	11.26	10	21.08	98.3
	20	40.86	100.2		20	31.29	100.2
	30	50.11	97.6				
57.94	20	78.18	101.2	2.06	2.0	4.11	102.6
	50	106.45	97.0		4.0	6.13	101.8
	100	158.00	100.1		6.0	7.94	98.0

### 2.5.2 与相关方法的精密度比较

选择不同国家、不同含量的两个样品,分别称取13份平行样品,按照实验方法及文献[2]提供的方法,在相同的实验条件下进行重复性实验。从表5测试结果可以看出,两种方法的测定值的吻合度较

好,而经改进的本方法的相对标准偏差(RSD, $n=13$ )小于3%,精密度有明显提高。

### 2.5.3 方法准确度

依据本文的分析方法,用35个国际协作实验室定值的巴西国际标准物质BXGO-1、BXPA-2、BXMG-2、BXSP-1、BXMG-3进行准确度试验,重复测定4次,表6的数据表明,测定值在推荐值的允差范围之内。

表5 方法精密度实验

Table 5 Precision tests of the method

样品 编号	本实验方法				文献方法			
	有效铝 $\text{Al}_2\text{O}_3$		活性硅 $\text{SiO}_2$		有效铝 $\text{Al}_2\text{O}_3$		活性硅 $\text{SiO}_2$	
	平均值 (%)	RSD (%)	平均值 (%)	RSD (%)	平均值 (%)	RSD (%)	平均值 (%)	RSD (%)
1#	29.61	1.05	3.67	1.87	29.49	1.80	3.54	2.49
2#	36.96	1.69	10.65	1.51	37.03	2.64	10.47	1.88

表6 方法准确度实验

Table 6 Accuracy tests of the method

国际标准 物质编号	推荐值		实验方法			
	有效铝 $\text{Al}_2\text{O}_3$ (%)	活性硅 $\text{SiO}_2$ (%)	有效铝 $\text{Al}_2\text{O}_3$		活性硅 $\text{SiO}_2$	
			平均值 (%)	相对误差 (%)	平均值 (%)	相对误差 (%)
BXGO-1	59.33 ± 0.53	0.516 ± 0.012	59.38	0.08	0.52	0.54
BXPA-2	50.65 ± 0.43	4.15 ± 0.15	50.36	-0.57	4.14	-0.30
BXMG-2	45.47 ± 0.37	1.879 ± 0.082	45.08	-0.87	1.97	4.80
BXSP-1	40.00 ± 0.31	7.84 ± 0.26	40.32	0.79	7.71	-1.67
BXMG-3	33.20 ± 0.30	0.754 ± 0.062	33.02	-0.54	0.75	-0.07

### 2.5.4 与经典分析方法的对比

分别称取三组N1~N18样品,均按照实验方法进行消解。方法1:第一组消解后的样品,采用有色行业标准《铝土矿石分析方法 第1部分:氧化铝含量的测定 EDTA 滴定法》对有效铝进行测定,采用《铝土矿石分析方法 第3部分:钼蓝光度法》对活性硅进行测定。方法2:第二组消解后的样品,采用文献[2]的方法进行测定。方法3:第三组消解后的样品,采用本实验方法对活性铝和活性硅进行测定,并计算出有效铝。

参考DZ/T 0130—2006《地质实验室测试质量管理规范》对物相分析的要求,当物相分析的系数 $K$ 值取2时,由于方法2和方法3均用全谱进行测定,有效铝、活性硅的测试数据均不超差。方法2、方法3与方法1进行比较,均有超差现象,但如果将 $K$ 值扩大1.5倍,即 $K$ 值取3时,三种实验方法得到的有效铝和活性硅的实验数据均不超差。

### 3 结论

对三水铝土矿中的活性铝、活性硅检测流程进行改进,进一步提出了活性铝的概念,将微波消解的温度、时间及试剂用量进行严密实验,建立了采用微波消解技术 ICP-OES 测定活性铝、活性硅、有效铝的快速检测方法。与文献方法相比,本方法节约了成本,提高了工作效率,能够解决地质勘查单位、生产企业对三水铝土矿中有效铝、活性硅快速检测的需求,可广泛应用于三水铝土矿的勘探能力评价,同时该方法测定的活性铝数据对于氧化铝生产工艺的调整具有指导意义。在方法应用方面,还可以进一步拓展被测元素的种类,即可将溶液经稀释后采用电感耦合等离子体质谱法测定三水铝土矿中的稀土元素。

### 4 参考文献

- [1] 艾光华,刘俊星.低品位三水铝石型铝土矿选矿试验研究[J].中国矿业,2011,20(4):62-66.  
Ai G H, Liu J X. Study on low Al-Si ratio gibbsite bauxite dressing pilot[J]. China Mining Magazine, 2011, 20(4): 62-66.
- [2] 奥地利安东帕公司.铝钒土中有效铝和活性硅的测定[J].岩矿测试,2007,26(2):170-171.  
Austrian Anton Parr Company. Determination of available alumina and reactive silicon in bauxite[J]. Rock and Mineral Analysis, 2007, 26(2): 170-171.
- [3] 付高峰,田福泉,权昆.中低品位铝土矿石灰拜耳法溶出的研究[J].东北大学学报(自然科学版),2005,26(11):1093-1095.  
Fu G F, Tian F Q, Quan K. Research on low grade bauxite lime Bayer process dissolution[J]. Journal of Northeastern University (Natural Science), 2005, 26(11): 1093-1095.
- [4] 余新阳,钟宏,刘广义,等.新型阳离子有机硅 QAS222 对铝硅矿物浮选行为的研究[J].非金属矿,2010,33(1):11-13.

- Yu X Y, Zhong H, Liu G Y, et al. Research on relation of novel organosilicon cation surfactant QAS222 and aluminosilicate mineral flotation behaviors [J]. Non-Metallic Mines, 2010, 33(1): 11-13.
- [5] 张国范,卢毅屏,欧乐明,等.捕收剂 RL 在铝土矿浮选中的应用[J].中国有色金属学报,2001,11(4):712-715.  
Zhang G F, Lu Y P, Ou L M, et al. A new collector RL for flotation of bauxite [J]. The Chinese Journal of Nonferrous Metals, 2001, 11(4): 712-715.
- [6] 余新阳,钟宏.阳离子反浮选脱硅捕收剂研究现状[J].轻金属,2008(6):6-10.  
Yu X Y, Zhong H. Current research status on cationic collector of reverse flotation desilication [J]. Light Metal, 2008(6): 6-10.
- [7] 吴边华,董洁.关于铝土矿浮选脱硅的综述[J].煤炭技术,2008,27(4):120-122.  
Wu B H, Dong J. Overview of flotation for desilication of bauxite [J]. Coal Technology, 2008, 27(4): 120-122.
- [8] 潘晓林,于海燕,涂赣峰,等.石灰对三水铝石型铝土矿低温溶出行为的影响[J].东北大学学报(自然科学版),2013,34(4):551-555.  
Pan X L, Yu H Y, Tu G F, et al. Effect of lime on digestion of gibbsitic bauxites at low temperature [J]. Journal of Northeastern University (Natural Science), 2013, 34(4): 551-555.
- [9] 胡四春,赵恒勤,马化龙,等.海南某三水铝石型铝土矿常压溶出试验研究[J].2012,32(增刊):107-109.  
Hu S C, Zhao H Q, Ma H L, et al. Research on Hainan a gibbsite bauxite pressure test at atmosphere [J]. Mining and Metallurgical Engineering, 2012, 32 (Supplement): 107-109.
- [10] 王刚,薛忠秀.常压低温拜耳法新工艺研究[J].轻金属,2013(3):11-15.  
Wang G, Xue Z X. Research on new Bayer process at atmospheric pressure and low temperature [J]. Light Metal, 2013(3): 11-15.

# Determination of Available Alumina, Active Alumina and Active Silicon in Gibbsite Bauxite by Inductively Coupled Plasma-Optical Emission Spectrometry with Microwave Digestion

YANG Hui-ling<sup>1,2</sup>, BAN Jun-sheng<sup>3</sup>, XIA Hui<sup>1,2</sup>, WANG Shu-Qin<sup>1,2</sup>, DU Tian-jun<sup>1,2</sup>,  
WANG Xiao-qiang<sup>1,2</sup>

(1. General Institute for Nonferrous Metals and Geological Exploration of Henan Province, Zhengzhou 450052, China;

2. Key Laboratory of Deep Ore-prospecting Technology Research for Non-ferrous Metals of Henan Province, Zhengzhou 450052, China;

3. Central Laboratory of the Second Branch, Bureau of Geological Exploration of Non-Ferrous Metals of Henan Province, Pingdingshan 467021, China)

## Highlights

- The active alumina contained in gibbsite bauxite was first proposed and determined.
- The method described by the Austrian Anton Parr Company was optimized.
- The active silicon and active alumina were accurately and simultaneously measured by ICP-OES, and the available alumina was calculated by empirical formula.

**Abstract:** Available alumina and active silicon in gibbsite bauxite are important indicators for the quality of bauxite. These two components are commonly determined by Inductively Coupled Plasma-Optical Emission Spectrometry (ICP-OES). In this method, available alumina in solution after digestion is determined first and active silicon is then determined after acid dissolution of the residue. However, because the solution is not easy to determine, and the residue

cannot be digested completely, the results have poor reproducibility. By heating and acidifying the solution and taking Co as the internal standard, the conventional method can be improved upon. Active alumina and active silicon were simultaneously determined by Inductively Coupled Plasma-Mass Spectrometry (ICP-MS), and available alumina was quantified indirectly by calculation. The method precision (RSD) is greater than 3% ( $n = 13$ ) and the recoveries range from 97.0% to 102.6%. The results of international standard materials are consistent with the certified values. The proposed method solves the issues of the conventional method and improves the influence of the matrix effect and equipment drift on analytical results. This method can determine simultaneously active alumina and active silicon. The concept of active alumina can be used to comprehensively evaluate gibbsite bauxite and the adjustment of the production method of aluminum oxide.

**Key words:** gibbsite bauxite; available alumina; reactive silicon; reactive alumina; microwave digestion; Inductively Coupled Plasma-Optical Emission Spectrometry

