

文章编号: 1003-7837(2005)01-0070-03

红外吸收法测定铅锌矿中的高硫

肖红新

(广州有色金属研究院分析测试中心, 广东广州 510651)

摘要: 使用红外碳硫仪测定铅锌矿中的硫含量. 称约 0.200 g 铅锌矿矿样, 添加稀释剂二氧化硅粉降低样品中的硫含量. 用铁 0.6 g、钨 2 g 和锡 0.4 g 作助熔剂, 分析时间为 50 s 时, 用红外法测定铅锌矿中的硫, 其相对标准偏差小于 1%. 该法简单、检测快速, 测定结果准确、可靠.

关键词: 红外吸收法; 铅锌矿; 硫

中图分类号: O659.2 **文献标识码:** A

铅锌矿中的含硫量是铅锌矿质量的一项重要技术指标. 测定铅锌矿中含硫量的经典方法是重量法^[1]和容量法^[2], 但重量法的流程长、操作繁琐及劳动强度大, 容量法的准确度和精密度很难把握. 而红外吸收法测定碳硫, 方法简单、快速、准确度和灵敏度高. 在助熔剂的作用下, 用 HF-400 型高频燃烧炉燃烧样品, 碳硫以气体的形式放出, 进入红外检测池进行测定. 本文中用含硫很低的二氧化硅粉作为稀释剂, 使用红外碳硫测定仪可快速测定出铅锌矿中高含量硫, 结果准确可靠.

1 试验部分

1.1 仪器与试剂

CS-444 红外碳硫测定仪(美国 LECO 公司生产)坩埚: 在 1200℃ 灼烧 4 h 后, 冷却后放入干燥器中.

助熔剂: 纯钨(中国冶金公司生产)、纯铁(北京钢铁总院生产)、钨锡(中国冶金公司生产)和纯锡(云南锡业研究所生产).

稀释剂: 二氧化硅粉(广州有色金属研究院生产)粒度约 0.038 mm, $w(S) = 0.0045\%$; 标准样品: YSBC28750-95 铁矿标样 $w(S) = 1.57\%$; 气体: 助燃气为氧气(99.9%)、动力气为氮气.

1.2 试验方法

1.2.1 制样

将铅锌矿用磨样机磨成粒度约 0.038 mm 的粉末, 然后与稀释剂按一定比例混合, 置于一大玻璃瓶中, 剧烈摇动, 使其混合均匀, 制成用于检测的样品. 稀释的比例由铁矿标样和铅锌矿中的硫含量决定, 稀释后样品中的硫含量要和铁标样的硫含量大致相等. 对于硫含量大于 20% 的铅锌矿, 应稀释 15 倍左右. 稀释剂的用量(g) = 样品铅锌矿含硫量/铁矿标样含硫量 × 样品铅锌矿质量(g).

1.2.2 测量

打开助燃气、动力气和电源, 让仪器预热 1 h 后, 先检测几个样品让仪器稳定. 测量时, 依次在坩埚中加入铁助熔剂、样品、钨助熔剂和锡助熔剂, 然后再按仪器要求操作.

1.2.3 测量结果的换算公式

$$m_1 w_1 + m_2 w_2 = (m_1 + m_2) w_3 \quad (1)$$

式(1)中: m_1 —铅锌矿的质量; w_1 —铅锌矿的硫含量; m_2 —稀释剂二氧化硅的质量; w_2 —稀释剂二氧化硅中的硫含量; w_3 —稀释后样品中的硫含量.

由于稀释剂含硫量很低, $m_2 w_2$ 可以忽略不计, 所以 $w_1 = (m_1 + m_2) w_3 / m_1$.

2 结果与讨论

2.1 分析时间和比较水平的选择

稀释剂二氧化硅粉是低磁性材料,在高频交变磁场中吸收的能量较小,试样加热升温慢,熔融和释放气体的时间长^[3],所以把分析时间定为50 s。检测器的输出经过峰值后与比较水平相等时分析即结束。比较水平的设置随峰的形状不同而不同。比较水平增大,分析过程缩短;比较水平变小,分析过程将延长。稀释后的铅锌矿硫含量还是比较大,峰形较扁平,为了避免把有用的检测输出排除在分析积分之外,使结果偏低,把比较水平定为1。

2.2 助熔剂的选择

燃烧测定碳硫时,添加剂起助熔、发热、调节介质酸碱性、搅拌、催化、稳燃和抗干扰的作用。对于碳硫的测定,要求添加剂的空白值小,导电导磁,同时还要考虑几何形状及粒度空隙度等物理性能^[4]。基于以上原则,选择纯钨、钨锡、纯铁和纯锡作助熔剂。对助熔剂的种类及加入顺序进行试验,结果表明,加入单一助熔剂均不能使气体完全放出,拖尾严重,板

电流低,燃烧后表面不光滑,测试结果偏低;按顺序加入多种助熔剂,如样品+钨+铁,样品+钨锡+铁,铁+样品+钨方式,燃烧后表面也不光滑,但气体释放明显好转,其中以铁+样品+钨的方式还有拖尾现象。以铁+样品+钨锡、铁+样品+钨+锡方式燃烧,燃烧后表面比较光滑,板电流也较大,其中以铁+样品+钨+锡方式燃烧,气体释放最完全。所以选择以铁+样品+钨+锡方式燃烧,其中铁约0.6 g,钨约2 g,锡约0.4 g。

2.3 称样量的选择

将称样量与样品中硫含量的测定结果列于表1。从表1可以看出:样品量小于0.150 g时,测量结果相差较大,也不稳定,精密度差。由于称样量小,相对误差比较大,导致测定结果的误差也比较大。样品量大于0.300 g时,测量结果逐渐降低,测量过程中有拖尾现象。为避免样品的称样量带来的误差和燃烧时拖尾对测量结果的影响,样品量为0.200 g左右较适宜。

表1 称样量与硫含量测量值的关系

Table 1 Relationship between test portion weight and measured value of sulfur content

称样量/g	0.050	0.100	0.150	0.200	0.250	0.300	0.350	0.400
$\alpha(\text{S})\%$	1.3730	1.4283	1.4508	1.4545	1.4470	1.4347	1.4236	1.4322

2.4 精密度试验

对3个铅锌矿矿样的含硫量分别进行6次测

定,测定结果列于表2。由表2可以看出,相对标准偏差均小于1%。

表2 精密度试验结果

Table 2 Result for precision

样品	测定值 $\alpha(\text{S})\%$						平均值 $\alpha(\text{S})\%$	相对标准 偏差/%
	1	2	3	4	5	6		
1	23.36	23.35	23.33	23.53	23.15	23.79	23.42	0.93
2	22.51	22.37	22.41	22.65	22.45	22.39	22.46	0.46
3	24.25	24.37	24.40	24.53	24.38	24.30	24.37	0.39

2.5 对比试验

用本法和重量法分别对4个矿样的含硫量进行测

定,测定结果列于表3。由表3可以看出,红外吸收法与重量法的测量结果一致,其相对偏差均小于1%。

表3 红外吸收法与重量法测量结果的比较

Table 3 comparison of results for infrared absorption and gravimetry

样品编号	1	2	3	4
重量法 $\alpha(\text{S})\%$	23.44	22.46	23.42	24.37
红外吸收法 $\alpha(\text{S})\%$	23.55	22.27	23.57	24.15
相对标准偏差/%	0.46	0.85	0.64	0.90

3 结 论

(1)通过添加稀释剂,降低铅锌矿的含硫量,可以用红外碳硫仪测定铅锌矿的高含量硫,方法简单、快速、可靠。

(2)由于稀释倍数较大,误差也同样被放大,所以要求操作细心,称样量力求准确,稀释力求均匀,并多次测量求平均值。

(3)为测定其它高硫的矿样提供了一个参考方法。

参考文献:

- [1]北京矿冶研究总院分析室. 矿石及有色金属分析手册 [M]. 北京:冶金工业出版社,1989. 132-133.
- [2]GB/T8151.1-87,燃烧-中和滴定法测定铅锌矿中的硫含量[S].
- [3]陈平,伍伟东. 红外吸收法测定难熔铁合金中的硫时积分时间延长原因的探讨[J]. 广东有色金属学报,1994,4(1):71-73.
- [4]田英炎. 燃烧测定碳硫添加剂的作用原理及应用[A]. 全国材料理化测试与产品质量控制学术研讨会[C]. 上海:理化检验杂志社,2002. 45-53.

Determination of high sulfur in lead-zinc mine with infrared absorption method

XIAO Hong-xin

(Analysis and Testing Research Center , Guangzhou Research Institute of Non-ferrous Metals , Guangzhou 510651 , China)

Abstract : The infrared carbon-sulfur instrument is used for determining content of sulfur in lead-zinc mine in this paper. The 0.200g of lead-zinc sample is weighed , then followed by addition of diluent of silica dioxide powder for lowering the content of sulfur in the sample. The 0.6g of Fe ,2g of W and 0.4g of Sn are selected as flux. Sulfur in lead-zinc is determined by infrared method during analysis time of 50s with less 1% of relative deviation. The mehtod is simple and quick in operation and high in determining accuracy.

Key words : high-frequency infrared absorption ; lead-zinc mine ; sulfur