

文章编号:1673-9981(2007)03-0240-02

## 高频红外吸收法测定草酸镍中的硫

庄艾春

(广州有色金属研究院分析测试中心, 广东 广州 510650)

**摘要:** 采用高频燃烧红外吸收法测定草酸镍中的硫时, 先将样品灼烧, 再采用依次加入纯铁助熔剂、样品、纯铁和钨锡助熔剂的方式熔样, 测定结果的相对标准偏差小于2%。

**关键词:** 红外吸收法; 草酸镍; 硫

**中图分类号:** O659.2

**文献标识码:** A

草酸镍是带结晶水的浅绿色粉末, 主要用于生产镍催化剂和超细氧化镍或镍粉。草酸镍带有结晶水, 用红外法测定硫时会出现拖尾现象, 这不仅使测定结果不稳定, 而且还会使仪器的干燥剂很快失效, 影响测定。本文采用先灼烧再测定的方法, 效果较好。

### 1 实验部分

#### 1.1 试剂和仪器

纯铁助熔剂(太原钢铁研究院); 钨锡助熔剂、钨助熔剂(北京钢铁研究总院); 铁矿石标样(北京钢铁研究总院);  $w(S)=0.322\%$ ; 镍粉(工业品)。

CS-444 红外碳硫测定仪(美国 LECO 公司); 瓷坩埚(1200℃灼烧 4h, 在干燥器中冷却)。

#### 1.2 实验方法

在经预处理的瓷坩埚内, 先放入 0.4g 纯铁, 再放入约 0.2g 样品, 然后将坩埚放入马弗炉中在 350℃灼烧 1 h。取出坩埚, 加入 0.3~0.4 g 纯铁助熔剂, 并使其均匀地分布在样品上面, 再加入 1.6 g 钨锡助熔剂。打开仪器预热, 待仪器稳定后, 按仪器操作步骤分析样品。

### 2 结果与讨论

收稿日期: 2006-11-20

作者简介: 庄艾春(1973-), 女, 湖南桃源人, 工程师, 学士。

#### 2.1 灼烧对测定的影响

用标样和不拖尾的样品按上述方法进行灼烧, 样品中硫的测定结果列于表 1。

表 1 灼烧对测定硫的影响

Table 1 Results of effect of preheat on sulfur test

样品	灼烧前 $w(S)/\%$	灼烧后 $w(S)/\%$
铁矿标样	0.322	0.325, 0.333, 0.330
镍粉	0.12	0.12, 0.12, 0.12

由表 1 可知, 灼烧前后硫的测定结果非常相近, 说明在 350℃灼烧对硫的测定结果不会有影响。样品经过灼烧后, 可蒸发掉样品中的水分或结晶水, 不仅使测定结果稳定, 而且也延长了仪器干燥剂的使用寿命, 节约了分析成本。

#### 2.2 称样量的确定

称样量直接影响分析结果的准确性。样品量太多, 试样熔融不完全, 影响回收率, 测定结果偏低; 样品量太少, 会使测定结果误差增大。试验结果表明, 样品量为 0.2 g 左右较合适。

#### 2.3 助熔剂的选择及熔样方式

用红外法测硫, 必须使样品中的硫完全释放, 这样就需要选择适当的助熔剂及熔样方式。用纯铁、钨锡和钨作助熔剂并以不同的顺序加入样品中, 对草

酸镍中的硫进行分析,结果表明:如果底层不放纯铁,无论在样品上面加何种助熔剂,板电流都很低,测定结果偏低;用纯铁作底层,在样品上覆盖钨或钨锡助熔剂,板电流也较低,测定结果比较低;用纯铁作底层,在样品上加纯铁和钨锡或纯铁和钨助熔剂时,板电流高,且二者的测定结果接近.但用纯铁作底层,在样品上加纯铁和钨助熔剂时,板电流虽高但很快降低,而用纯铁作底层,在样品上加纯铁和钨锡助熔剂时,板电流高且稳定.所以选择依次加入纯铁助熔剂、样品、纯铁和钨锡助熔剂的方式熔样.

2.4 精密度试验

按照本实验方法测定草酸镍中的硫,结果列于表 2.由表 2 可知,该法的分析结果稳定,相对标准

偏差小于 2%.

表 2 精密度试验结果  
Table 2 Results of precision test

测定值 $w(S)/\%$	标准偏差	相对标准偏差/ $\%$
0.027,0.027,0.026,0.027, 0.027,0.026,0.027	0.0005	1.84

3 结 论

先将样品灼烧,再依次加入纯铁助熔剂、样品、纯铁和钨锡助熔剂进行熔样,可使硫的测定结果的相对标准偏差小于 2%.

Determination of sulfur in oxalic acid nickel by a high-frequency  
infrared absorption method

ZHUANG Ai-chun

(Guangzhou Research Institute of Non-ferrous Metals,Guangzhou 510650, China)

**Abstract:** Adopting infrared absorption method to determinate sulfur in oxalic acid nickel,preheated the sample firstly,selected the method of adding pure iron flux, sample, pure iron and wolfram stannum flux in turn, to fuse the sample. The relative standard deviation of determinated results was less than 2%.

**Key words:** infrared absorption method; oxalic acid nickel; sulfur