

文章编号: 0254-5357(2009)01-0079-02

红外碳硫仪测定矿石中高含量硫的探讨

庄艾春, 肖红新
(广州有色金属研究院, 广东 广州 510651)

摘要: 探讨了用红外碳硫测定仪测定矿石中高含量硫需注意的一些影响因素, 包括标样的选择、减少天平误差、称样量、样品的充分燃烧以及仪器的稳定性, 说明了用红外碳硫仪测定矿石中高含量硫的可行性。

关键词: 红外碳硫仪; 硫; 矿石

中图分类号: O657.33; O613.51 **文献标识码:** B

Determination of High-content Sulfur in Ores by Infrared Carbon-Sulfur Analyzer

ZHUANG Ai-chun, XIAO Hong-xin
(Guangzhou Research Institute of Non-ferrous Metals, Guangzhou 510651, China)

Abstract: A method for the determination of high content of sulfur in ores by infrared carbon-sulfur analyzer was developed. The factors influencing the determination were discussed, including selection of standard samples, balancing error, sample mass tested, fully burning of the samples and stability of the instrument. And the study results showed that the method is suitable for the determination of high-content sulfur in ores.

Key words: infrared carbon-sulfur analyzer; sulfur; ore

测定矿石中的高含量硫, 国标法^[1]往往用重量法和容量法。重量法测定时, 硫以硫酸钡的形式沉淀, 因硫酸钡的质量分数较大, 硫的转换系数较小, 非常有利于硫的测定; 容量法测定时, 硫燃烧变成二氧化硫, 被氧化吸收后用碱标准溶液滴定。这两种方法在实际操作过程中因流程长、沉淀损失、沾污或其他原因, 往往可能使分析结果的误差高于理论水平。用高频红外吸收法测定矿石中的硫, 方法快速, 测量范围宽, 操作简便^[2-3]。

红外碳硫测定仪测量矿石样品中的低含量硫, 其原理是: 将样品在充足的氧气中燃烧, 硫变成二氧化硫, 进入红外检测池进行检测。按标准称量, 碳硫测定仪能测定的硫含量最高只有0.1%。减少称样量理论上能扩大测量范围; 但在实际工作中, 当硫含量达到10%、20%或更高时, 仪器测定的结果往往可信度不高。其实, 碳硫的红外检测技术已非常成熟, 只要注意了几方面的问题, 用碳硫测定仪快速测定矿石中的高含量硫也是比较准确的。

1 注意的几个方面

1.1 标样的选择

红外碳硫仪测定时样品的燃烧依靠坩埚内产生的感应电流, 不同材质的样品感应能力不同, 要加入的助熔剂不一样。为了使样品和标样加入的助熔剂一致, 燃烧机理相近,

测定矿石中的硫一般选择可信度高的矿石标样, 有条件的最好选择同类型的矿石标样。标样的准确性直接影响到测量结果的准确性。

1.2 减少天平误差

天平的误差对样品质量测量结果的影响如表1所示。

表1 天平误差对样品质量测量结果的影响
Table 1 Effect of balancing error on sample weighing

硫含量 w/%	样品称取质量 m/g	天平误差/g	硫含量绝对 误差/%
15.70	0.02	0.001	0.75
		0.0001	0.08
		0.00001	0.01
30.00	0.01	0.001	2.73
		0.0001	0.30
		0.00001	0.03

如美国Leco公司的CS-444碳硫测定仪内置的电子天平只能精确至0.001 g, 若用来称取高含量硫的样品, 因称样量较小, 显然会给结果带来较大的误差。应根据具体情况视硫含量和称样量的大小选择万分之一或十万分之一的天平, 选择精确度高的天平能将天平带来的误差降至最低。

收稿日期: 2008-07-08; 修订日期: 2008-08-25

作者简介: 庄艾春(1973-), 女, 湖南桃源人, 工程师, 分析化学专业。E-mail: zaozysy@163.com。

由表 1 结果可知,选择精确度越高的天平对结果的影响越小。当硫含量达到 10%~20%,应选择十万分之一的天平,可以避免由天平带来的较大误差。在称样时先将灼烧后冷却的坩埚在天平上去皮,在坩埚中直接称量样品,加入适当的助熔剂后放入仪器分析,避免了因转移称取样品带来的误差。

1.3 称样量的大小

对于高含量硫的样品,用碳硫仪测定时,称样量不宜太大。首先,因矿石本身感应能力差,虽加入了助熔剂,称样量太大也容易使样品燃烧不完全;其次,坩埚的容量是有限的,称样量太大需加入更多的助熔剂,坩埚太满易产生飞溅,熔体太多产生的气体也难以释放,容易产生拖尾现象。

各类型的仪器称样量会有所不同,具体称样量的大小应根据标样的硫含量和样品中硫的大致含量来确定,使样品与标样的净含硫量相近。若用硫含量 2% 的标样来校准,测定硫含量 10% 的样品,标样称取 0.2 g 能充分燃烧,那么样品就称取 0.04 g。对于硫含量极高的样品,最好用硫含量极低的 SiO₂ 粉作稀释剂,混合均匀后用稀释法测定^[3]。用 CS-444 碳硫测定仪测定硫含量 2% 左右的样品,可称取 0.15~0.2 g,加入适量的助熔剂后能获得很好的燃烧效果。

1.4 样品的充分燃烧

样品燃烧的好坏,是样品中的硫是否完全释放的依据。若燃烧后坩埚表面光滑,则表示样品完全燃烧,硫已完全释放;若燃烧后坩埚表面凹凸不平或起泡,则表示样品燃烧不完全,样品中的硫肯定未完全释放,这时硫的测定结果显然会偏低。选择合适的燃烧方法,加入合适和适量的助熔剂,使样品充分燃烧释放其中的硫,是获得正确结果的关键。

1.5 仪器的稳定性

仪器的精密密度越来越高,如碳硫测定仪的相对标准偏差小于 0.5%。仪器分析速度快,只要仪器处于稳定的状态,就能获得好的重现性。作者实验室多次重复测定可以获得满意的结果。

2 方法对比

硫含量高的矿样很多,如铜矿石、钼矿石、镍矿石、铁矿

石等。用 CS-444 碳硫测定仪测定这类矿样中的硫,测定值与硫酸钡重量法进行比对,结果满意(见表 2)。

表 2 红外碳硫测定仪和重量法测定矿样中的硫

Table 2 Comparison of analytical results of sulfur in ore samples by infrared carbon-sulfur analyzer and gravimetric method $w_B/\%$

样品	重量法	红外法					RSD/%
		分次测定值				平均值	
铜矿石	21.75	21.85	21.70	21.72	21.59	21.70	0.49
		21.68	21.62	21.57	21.84		
矿石	12.14	12.15	12.11	12.05	12.20	12.12	0.56
		12.20	12.09	12.13	12.01		
矿石	27.58	27.39	27.53	27.53	27.29	27.48	0.44
		27.44	27.58	27.42	27.68		
钼矿石	12.10	12.03	12.08	12.11	12.09	12.04	0.45
		11.98	12.04	12.03	11.95		
镍精粉 (稀释法)	36.56	36.40	36.36	36.51	36.31	36.42	0.29
		36.49	36.59	36.42	36.28		
磁铁矿	2.94	2.91	2.93	2.94	2.92	2.93	0.68
(YSBC 28734-95)(标准值)		2.93	2.96	2.95	2.90		
磁铁矿	1.57	1.57	1.57	1.57	1.58	1.57	0.45
(YSBC 28750-95)(标准值)		1.56	1.56	1.57	1.56		

3 结语

用红外碳硫仪测定矿石中的高含量硫,在仪器稳定的情况下,选择合适的标样、称取适量的样品并尽量减少天平误差、加入适量的助熔剂保证样品的充分燃烧,就能获得准确的结果。

4 参考文献

[1] GB/T 3884. 3—2000, 铜精矿化学分析方法; 硫量的测定[S].
[2] 蔡东方, 袁爱萍, 覃然, 唐艳霞, 汪静玲. 高频红外吸收法测定锑精矿中的硫含量[J]. 广西科学院学报, 2006, 22(S): 437-438, 440.
[3] 王虹, 马德起, 苏明跃, 潘宏伟. 高温燃烧红外吸收法测定锰矿石中硫[J]. 冶金分析, 2006, 26(3): 102.
[4] 肖红新, 庄艾春. 高频红外吸收法快速测定铜精矿中高含量硫[J]. 冶金分析, 2006, 26(2): 93-94.