

运用高频红外碳硫仪测定 铝土矿中的碳硫含量

赵新春 王亮亮 乔丹 王 垚

(国家电投集团山西铝业有限公司, 山西 原平 034100)

摘 要 随着市场需求的不断扩大和氧化铝工艺及技术的不断发展, 对氧化铝产品质量提出了越来越严格的要求, 这就对其原料质量提出了更高的要求。对于氧化铝生产来讲, 铝土矿中的碳硫是有害成分, 不利于氧化铝的冶炼。利用 HW2000C 型高频红外碳硫仪测定铝土矿中的碳、硫, 具有操作简单、精度高等特点。通过实验证明在称样量为 0.15g, 助熔剂为 0.5g 左右纯铁和 1.5g 左右钨粒的情况下, 测量结果最佳。

关键词 高频红外仪 铝土矿 二氧化硫

中图分类号: TG1; TQ1

文献标识码: A

文章编号: 1007-0745(2021)05-0030-03

在氧化铝生产过程中, 有 5%~10% 的有机碳转化为草酸钠, 而草酸钠的积累, 会使氧化铝中杂质含量高, 严重影响产品质量; 同时铝土矿中的硫、硫化物、硫酸盐等会与铝酸钠溶液、苛性碱溶液反应, 使碱耗增加^[1]。严重影响生产的正常操作, 为此及时掌握铝土矿中的碳硫含量对生产来说极为重要。

本文主要研究的是利用 HW2000C 型高频红外碳硫仪测定铝土矿石中的碳、硫。

1 实验部分

1.1 设备及试剂

HW2000C 型高频红外碳硫仪; 专用瓷坩埚 25mm × 25mm (使用前在 1200℃ 马弗炉中灼烧 4h 后, 冷却至室温, 于干燥器中保存备用); 分析天平; 马弗炉; 干燥器。

纯铁助熔剂: 纯度 >99.8%, 粒度 < 1.25mm, C < 0.0005%, S < 0.0005%。

钨粒: C ≤ 0.0005%, S ≤ 0.0005%, 粒度 40 目。

氧气: 纯度 >99.5%。

国家一级标准物质: YSBC28065-94、YSBC28122-94、YSBC28120-94、YSBC28115a-94、YSBC28102a-2011、YSBC28117-94、GBW(E)070170。

1.2 分析步骤

样品处理: 将试样预先在 105℃ ± 5℃ 的烘箱中烘干至恒重, 置于干燥器中, 冷却至室温。

打开电源: 提前 30min 打开设备电源, 确保设备预热时间不低于 30min, 提前 10min 左右开启高频炉电源。

打开氧气: 分析样品前打开氧气总阀, 调节输出压力, 确保瓶内压力不小于 2MPa, 输出压力不小于 0.2MPa。

余气排除: 在正式分析前, 需先分析 2~3 个废样, 对仪器内残留气体进行排除。

仪器校准: 在分析试样前, 应先用标准物质校准仪器,

点击“系数校准”, 选择重复性较好的至少两个标样进行数据校准, 直至校准至标准值接近。

试样分析: 用特制的坩埚钳取出高温焙烧过的小坩埚放置在电子天平上 (不能用手触碰已经在高温炉中烧过的坩埚, 以防手上的汗液沾染到坩埚上影响碳硫的测定), 置零。称取 0.15g 左右试样, 点“F”键发送质量, 然后加 0.5g 左右纯铁助熔剂, 取下坩埚, 用特定的钨粒勺加入 1.5g 左右钨粒, 均匀的覆盖在样品的表面, 然后用坩埚夹将小坩埚平稳的放置于坩埚座, 进行分析。

2 结果与讨论

2.1 试样称样量的选择

利用高频红外碳硫仪测定矿石中的碳硫时, 是将矿石在富氧状态下由高频炉高温加热燃烧使其氧化成二氧化碳和二氧化硫。该气体经处理后进入相应的吸收池进行测量。称样量过少, 容易产生较大的测定误差; 称样量过多, 样品熔融不完全, 造成分析结果严重偏低^[2] 现用 GBW(E) 070170 标准物质, 按照分析流程分别称取 0.05g、0.10g、0.15g、0.20g 试样进行分析, 结果见下表 1。

由表 1 数据可得, 当称样量在 0.15g 时, 误差最小, 且在范围之内。完全可以满足测量需要, 因此选择称样量为 0.15g 较为合适。

2.2 方法的精密度

选取 YSBC28065-94、YSBC28102a-2011、GBW(E)070170 等 3 种标准物质, 按照上述分析步骤对其进行 10 次测定, 结果见表 2。

由表 2 可得, 10 次平行测定结果之间的差别较小, 说明分析结果的精密度较高。但精密度只是保证准确度的一个先决条件, 要想证明此方法的准确性, 还需对方法的准确度进行测量。

2.3 方法准确度

选取 YSBC28065-94、YSBC28122-94、YSBC28120-94、

表1 样品称样量的实验结果 (%)

称样量 (g)	测量值 C(%)	测量值 S(%)
标准值	0.22	0.058
0.05	0.1258	0.0354
0.10	0.1743	0.0435
0.15	0.2142	0.0572
0.2	0.2258	0.0569

表2 C、S的精密测量度结果 (%)

测量次数 (C)	YSBC28065-94	YSBC28102a-2011	GBW(E)070170
1	2.8789	0.06435	0.2201
2	2.8893	0.06612	0.2189
3	2.8808	0.05943	0.2222
4	2.8778	0.06642	0.2203
5	2.8696	0.06498	0.2176
6	2.8753	0.06609	0.2098
7	2.8801	0.06432	0.2165
8	2.8699	0.06478	0.2189
9	2.8902	0.06601	0.2167
10	2.8795	0.06503	0.2196
S	0.0069	0.0020	0.0034
\bar{X}	2.8791	0.0648	0.2181
RSD(%)	0.2379	3.1240	1.5501

测量次数 (S)	YSBC28065-94	YSBC28102a-2011	GBW(E)070170
1	0.1042	0.3643	0.0583
2	0.1048	0.3648	0.0586
3	0.1038	0.3598	0.0587
4	0.1036	0.3589	0.0576
5	0.1033	0.3579	0.0574
6	0.1037	0.3592	0.0563
7	0.1042	0.3599	0.0569
8	0.1043	0.3642	0.0578
9	0.1036	0.3645	0.0574
10	0.1034	0.3586	0.0573
S	0.0005	0.0028	0.0008
\bar{X}	0.1039	0.3612	0.0576
RSD(%)	0.4525	0.7887	1.3038

YSBC28115a-94、YSBC28102a-2011、YSBC28117-94、GBW(E)070170等6种标准物质,按照上述分析步骤测量其中的碳硫含量,结果见表3。

由表3可得,运用此方法测量矿石中的C、S绝大部分

相对误差在 $\pm 2\%$ 以内,表明此方法的准确度高,可以满足测量要求。

3 结论

通过实验证明,利用HW2000C型高频红外碳硫仪测定

表3 C、S的准确度测量结果(%)

标准物质	标准值(C)	测量值(C)	E	RE(%)
YSBC28065-94	2.88	2.8901	-0.0101	-0.3495
YSBC28122-94	0.62	0.6145	0.0055	0.8950
YSBC28120-94	0.54	0.5432	-0.0032	-0.5891
YSBC28115a-94	0.356	0.3563	-0.0003	-0.0842
YSBC28102a-2011	0.065	0.0648	0.0002	0.3086
YSBC28117-94	0.462	0.4625	-0.0005	-0.1081
GBW(E)070170	0.22	0.2196	0.0004	0.1821

标准物质	标准值(C)	测量值(C)	E	RE(%)
YSBC28065-94	0.104	0.1038	0.0002	0.1927
YSBC28122-94	0.025	0.0254	-0.0004	-1.5748
YSBC28120-94	0.024	0.0243	-0.0003	-1.2346
YSBC28115a-94	0.033	0.0326	0.0004	1.2270
YSBC28102a-2011	0.364	0.3637	0.0003	0.0825
YSBC28117-94	0.0096	0.0101	-0.0005	-4.9505
GBW(E)070170	0.058	0.0576	0.0004	0.6944

铝土矿石中的碳、硫方法可行,且得出最佳称样量为0.15g。通过精密度、准确度实验表明该方法数据准确稳定性强、准确度高,并且该方法简便、可操作性强,可以满足生产需要。

参考文献:

- [1] 戚立宽,罗玉长.碱石灰烧结法生产 Al_2O_3 过程中硫的化合物的排除[J].金属学报,1979,15(03):299-304.
- [2] 袁润蕾.HCS878A型高频红外碳硫分析仪测定地质样品中碳、硫[J].分析测试,2019,09:31-33.

(上接第29页)

(2)减少管线中的弯头,是流程工艺需求。现场20米左右的管线中,有弯头多达4个,天然气在管输的过程中,很容易因为方向的改变使管线弯头处的温度降低,天然气的水分在低温处聚集、结霜、结冰最后形成冻堵。措施:可将管线直接从井口架空连接到水套炉,弯头处(两处)预留三通阀门,做解冻或者加药口用。

2.6 水套炉出口到分离器入口解堵措施

每年秋季对水套炉火管、控制阀门、进气管道进行保养、更换,保障冬季水套炉的正常运行。

2.7 站内分离器提高效率预防计量流程冻堵的措施

现在站内有两台立式重力分离器在运行,之前站内压缩时,一直在并联使用。天然气改成管输后,气量增大,由原来的日产几千方增至日产两万多方,天然气内的杂质和水分也相应增加。冬天外输计量流程偶尔有冻堵现象,过滤器清洗频繁。措施:由原来的分离器并联改成分离器串联杜绝了计量流程的冻堵现象,过滤器清洗频率下降了80%。

3 结论

(1)堵塞气井的因素主要包括入井液、井筒腐蚀产物以及地层出砂等。

(2)在高温高压的井下环境中,缓蚀剂自身组分容易发生一系列的物理化学变化。钻井、完井过程中会残余一

些杂物,同时油井管壁也存在腐蚀物,缓蚀剂入井后,与两者胶结形成混合物,堵塞气井。

(3)对气井堵塞的预防,要结合产层岩石物理特性,对完井方式以及管串结构进行合理地选择。循环洗井在完井后必须要进行,要将井下脏物最大程度地排出。另外,压裂酸化作业后的排液也必须要及时进行,并且最大程度排空,避免作业残留物造成堵塞。

(4)对入井液加强管理,选用入井液时要有针对性,加注量以及加注周期根据实际情况进行动态调整;做好入井液的储存工作,避免其在入井前乳化变质。

(5)建议在加注缓蚀剂之前进行洗井;缓蚀剂使用一年后也要进行清洗作业,然后重新对井筒进行缓蚀剂预膜及加注。同时建立完善的管理模式,做好垢物清洗工作。

(6)应该研发高效有机解堵剂,并积极进行现场应用试验,针对不同的堵塞情况研制相应的解堵药剂。

参考文献:

- [1] 黎洪珍,刘畅,梁兵,汪三谷,彭丹.气井堵塞原因分析及解堵措施探讨[J].天然气勘探与开发,2010(04):45-48.
- [2] 聂延波,王洪峰,王胜军,朱松柏,王益民,杨新影.克深气田异常高压气井井筒异常堵塞治理[J].新疆石油地质,2019,40(01):84-90.