

文章编号:1674-2869(2011)02-0025-03

燃烧法测定捕收剂油酸钠的方法

李文洁,刘 星,魏以和*

(武汉工程大学环境与建设学院,湖北 武汉 430074)

摘 要:介绍了一种测定捕收剂—油酸钠的方法,即定容、气体循环燃烧法.实验表明:油酸钠在 500 ℃ 充足氧气条件下燃烧,再经 600 ℃ 催化氧化所产生的 CO₂ 与油酸钠质量间具有良好的线性对应关系,可用于油酸钠的定量分析测定;用该方法测定脂肪酸类捕收剂在矿物表面的吸附量简单、易行.

关键词:浮选;捕收剂;脂肪酸;燃烧法;吸附量

中图分类号:TD923+.13 **文献标识码:**A **doi:**10.3969/j.issn.1674-2869.2011.02.006

0 引 言

捕收剂在矿物表面的选择性吸附是浮选捕收剂能否起作用的关键因素,因此关于浮选中捕收剂在矿物表面吸附量的测定工作在浮选研究中就显得尤为重要.捕收剂在矿物表面等温吸附量的测定方法有很多.如表面张力法,电位滴定法^[1],电流滴定法,极谱分析法,吸光光度法,放射性同位素法,燃烧法,化学分析法等^[2-3].燃烧法是一种简单的测定脂肪酸类捕收剂吸附量的方法.它的基本原理是:被矿物吸附的捕收剂在高温下与氧气反应产生二氧化碳,测定所生成的二氧化碳质量即可推算出被吸附的捕收剂的质量^[4].这种方法在国外早已有人研究过,按二氧化碳质量的检测方法不同可以划分为以下几种测试方法:**a.** 依据样品与参比样品(即未与捕收剂作用的样品)间的差热反应来确定被吸附的捕收剂的量;**b.** 测定燃烧产生气体中二氧化碳浓度,再根据其对应的气体流量,二者乘积对时间的积分即为样品燃烧所释放出的二氧化碳总质量.第一种方法干扰因素很多,很少用于实际矿石体系,仅见于纯矿物体系的研究.第二种方法是普遍采用

的方法,但这种方法需采用高精度的二氧化碳传感器,并配合高精度的气体流量计才能得出准确结果.很多分析仪器即是采用的这种方法.如元素分析仪^[5],TOC 仪等.有鉴于此,笔者采用了一种定容的、气体循环燃烧法来测定矿物吸附的捕收剂量,由于该法不再受气体流量计量的影响,也不需要大流量的载气(氧气),因而可以提高测定的灵敏度和准确度.较之前面所介绍的方法,本方法更容易实现.

1 实验部分

1.1 主要仪器及原理图

实验仪器及实验原理如图 1 所示.

1.2 实验方法

1.2.1 排气程序

如图 1 所示,从高纯氧气瓶流出的恒压氧气,先经催化氧化炉(600 ℃,MnO₂ 与 CuO 的混合催化剂)氧化其中杂质为二氧化碳后进入检测室.检

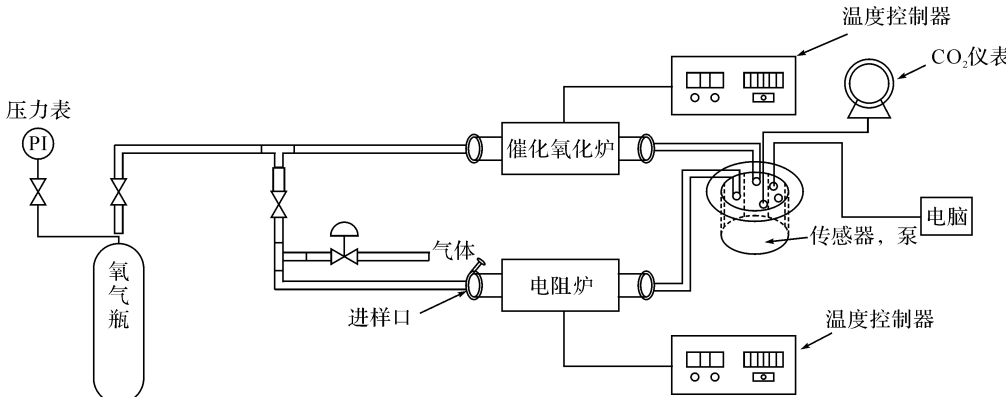


图 1 实验流程图

Fig. 1 Illustration of test devices

测室中安装有 CO₂ 传感器和气泵,传感器输出的信号直接输入显示仪表显示 CO₂ 浓度读数,同时该信号也输入到计算机的 AD 数据采集卡记录.由检测室流出的氧气进入反应炉,反应炉排出的气体排空.当体系中的空气被氧气完全置换,显示仪表显示 CO₂ 浓度读数为 0 之后,保持排气一定时间,即转入测试程序.

1.2.2 测试程序 当整个体系完全由氧气所充满后,关闭氧气入口阀门,将反应炉流出的气体通过三通阀再输入至催化反应炉,同时开启气流泵,即此时反应体系中气体是在体系中闭路循环的.开启反应炉,运行记录程序.随反应炉温度上升,样品中的捕收剂与氧气反应,生成 CO₂,检测室中 CO₂ 浓度会逐渐上升直至平衡值.

实验也用到了传统的开路试验法,详见文献[4-5].

2 结果与分析

2.1 燃烧反应温度的确定

一般情况下油酸钠在 300 ℃ 条件下就开始分解,产生二氧化碳.为了为找出油酸钠最适合的燃烧反应温度(即最低的),将相同质量的油酸钠在传统的开路试验装置中(恒流 60 mL/min,1.01×10⁵ Pa,75 微克油酸,测定取样间隔为 1 次/秒)分二个温度段恒温灼烧.当在第一个反应温度下不再有 CO₂ 产生后(即 CO₂ 体积分数读数为 0),再将温度升至第二个反应温度(500 ℃)继续恒温灼烧.实验结果如图 2 所示.图中 a 曲线为常温(即不加热)所得到的结果,b、c、d 曲线分别为先加热至 300,350,400 ℃ 直至不再有 CO₂ 产生后,再将温度继续升至 500 ℃ 恒温所得到的结果.e 曲线为直接加热样品至 500 ℃ 所得到的结果.

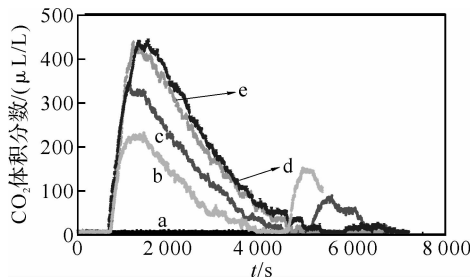


图 2 油酸钠在不同温度下燃烧所产生的 CO₂

Fig. 2 CO₂ concentrations when sodium oleate burnt at different temperatures

由图 2 中结果可知,只有当反应温度高于或等于 400 ℃ 时,再升温至 500 ℃ 才不会再有 CO₂ 产生;反应温度低于 400 ℃ 时,反应不充分,会有部分油酸钠残余,即再在 500 ℃ 燃烧时还会继续有 CO₂ 产生.根

据以上实验结果确定反应温度(最低)为 400 ℃.

2.2 一氧化碳的影响

油酸钠即使在氧气充足的条件下,也只有在 800 ℃ 高温下才可能完全燃烧.在逐渐升温的体系中,或多或少会有部分 CO 产生.为了证明 CO 的影响,将二份相同质量的油酸钠(2.156 mg)在 500 ℃ 恒温燃烧,一组启动如上图 1 所示的催化氧化装置,一组不加催化氧化装置(即装置不加温),对比其燃烧所产生 CO₂ 体积分数,试验结果示于图 3.

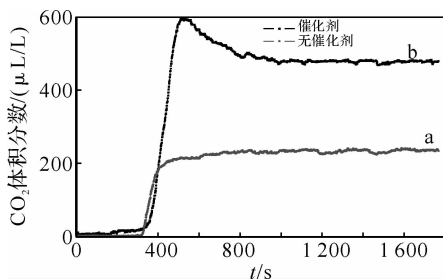


图 3 催化剂对油酸燃烧产生的 CO₂ 量的影响

Fig. 3 The concentrations of CO₂ with and without catalyst

从图 3 可知,对于相同质量的油酸钠,启用催化氧化装置时(图中 b 线)所产生 CO₂ 体积分数明显高于无催化氧化装置(图中 a 线)所产生 CO₂ 体积分数.由此可见在闭路循环、温度逐渐上升的试验条件下,必须加催化氧化装置才能保证实验结果的准确性.

2.3 催化反应温度的确定

取五份质量为 2.156 mg 油酸钠在不同催化氧化反应温度下,于 500 ℃ 下燃烧,测产生气体中 CO₂ 体积分数,试验结果示于图 4.

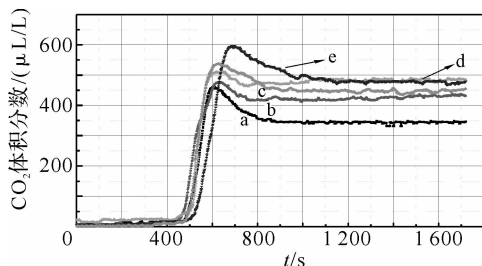


图 4 催化剂催化温度实验结果

Fig. 4 CO₂ concentrations when same amount of sodium oleate was burnt at 500 ℃ but catalyzed oxidized at different temperature

图 4 中 a、b、c、d、e 曲线分别为催化反应在常温、200、400、600、650 ℃ 下得到的实验结果.当催化氧化温度为 600 及 650 ℃ 时,催化剂效果最好,所产生的 CO₂ 体积分数最高,而且 600 及 650 ℃ 时所产生的 CO₂ 体积分数几乎相等,说明在 600 ℃ 时催化剂已经达到最大效率.所以催化氧化反应温度可确定为 600 ℃.

根据以上确定反应条件,笔者可以得出燃烧

法测定油酸钠质量的工作曲线. 将不同质量的油酸钠(1. 725、2. 587、3. 234、4. 312、5. 390 mg)在 500 ℃下燃烧反应,反应气体在 600 ℃下催化氧化得如下图 5 所示的一组试验结果.

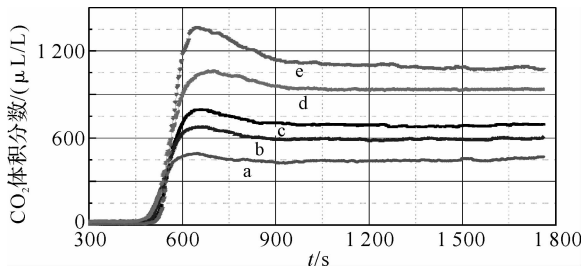


图 5 不同质量的油酸钠燃烧时产生的 CO₂ 体积分数
Fig.5 CO₂ concentrations when various amount of sodium oleate was burnt at 500 ℃ and catalyzed oxidized at 600 ℃

图 5 中 a、b、c、d、e 分别 1. 725、2. 587、3. 234、4. 312、5. 390 mg 油酸钠在燃烧温度为 500 ℃,催化反应温度为 600 ℃时得到的试验曲线图. 图 5 中的数据(即平衡段数据)经处理后可得到此条件下油酸钠质量与燃烧所产生的 CO₂ 质量间的线性关系图,如图 6 所示.

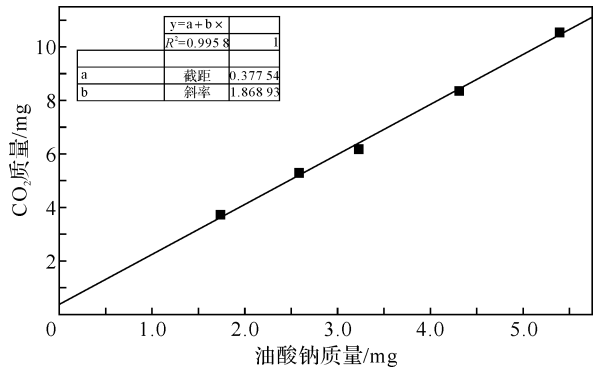


图 6 油酸钠与其燃烧产生的二氧化碳浓度间的线性关系
Fig.6 Linear relationship between the amount of sodium oleate and CO₂ it produced

由以上结果可见,油酸钠质量与其燃烧所产生的 CO₂ 质量间具有很好的线性对应关系,可用于油酸钠的定量分析测定.

3 结 语

a. 油酸钠在燃烧反应最低温度为 400 ℃,催化反应的最低温度为 600 ℃时,油酸钠质量与其燃烧所产生的 CO₂ 质量间具有很好的线性对应关系,可用于油酸钠的定量分析;

b. 定容、气体循环燃烧法测定捕收剂油酸钠在矿物表面的吸附量方法简单、易行,对生产具有一定的指导意义.

参考文献:

[1] 张炎斌,程四清. 磷矿捕收剂油酸钠的表面张力研究[J]. 武汉工业学院学报,2010,29(2):45-46.
[2] 徐岩. 荧光光谱法测定捕收剂在煤表面的吸附量[J]. 矿业研究与开发,2005,6(3):48.
[3] 王淀佐. 浮选药剂作用原理及应用[M]. 北京:冶金工业出版社,1982.
[4] Pugh R J, Husby K. Quantitative determination of collector adsorbed on fluorite, galena, and quartz particles by selective oxidation surface analysis[J]. International Journal of mineral processing,1986,18: 263-275.
[5] Miettinen M, Sten P, Backman S, et al. Determination of chemicals bound to mineral surfaces in flotation processes [J]. Minerals Engineering, 2000,13(3):245-254.

Combustion method to quantitatively determine collector sodium oleate adsorbed on minerals

LI Wen-jie , LIU Xing , WEI Yi-he

(School of Environmental and civil Engineering, Wuhan Institute of Technology, Wuhan 430074, China)

Abstract: A combustion method with constant volume and oxygen circulation was investigated to quantitatively determine fatty acid collector adsorbed on minerals. Tests using sodium oleate showed a very good linear relationship between the amount of sodium oleate and the CO₂ produced when sodium oleate was burnt at 500 ℃ and further catalyzed oxidized at 600 ℃. This means it can be used to quantitative analyze fatty acid collector adsorbed on minerals. The method was proved to be practical and easy to realize.

Key words: flotation; collector; fatty acid; combustion method; adsorption