

XRD 在卡尔多炼铅技术中的应用

陈定华 许冬云

(西部矿业股份公司铅业分公司, 广西 西宁 810001)

摘 要: 用 XRD (X 射线衍射法) 分析卡尔多技术炼铅中的冶炼渣, 不但能用于指导配料, 还能发现生产操作中出现的一些问题。由于其价格低、使用成本低、实用性强以及快速分析等优点, XRD 在冶炼行业有很好的应用前景。

关键词: 卡尔多炼铅技术; XRD; 冶炼渣

1 前言

卡尔多炼铅技术 (Kaldo furnace for lead smelting) 是经国家经贸委批准, 由我公司从瑞典引进的一项冶炼技术, 该工艺具有劳动条件好、生产效率高、成本低、环保好等优点。这项工艺, 要求在半个小时之内, 分析出冶炼渣中 Pb、Zn、SiO₂、Fe、CaO 的含量, 确定渣型, 来指导下一炉的配料。传统的化学分析方法由于耗时长, 满足不了工艺要求; 而大多数仪器分析方法要么仪器昂贵, 要么也耗时长。经过长时间考虑, 结合卡尔多炼铅技术的特点, 我们最终选择了 XRD (X 射线衍射法)^[1-2]。经过一段时间的摸索, 基本掌握了在冶炼过程中使用 XRD 的方法, 现在, 我们通过使用 XRD 分析冶炼渣, 不但起到了预期的确定渣型、指导配料的目的, 而且还可从中发现实际操作过程出现的一些问题, 对冶炼渣的处理也起到了很好的指导作用。本文主要通过卡尔多炼铅过程中的冶炼渣经用 XRD 扫描后的衍射图进行分析, 来对配料和操作等进行指导。

2 实验

2.1 冶炼渣衍射图的采集

仪器：XD-2 型 X 射线衍射仪（北京普析通用仪器有限责任公司）

操作条件：Cu 靶，管压：36 kV，管流：20 mA，扫描速度：8°/min，步宽（相对于 2 θ ）：0.02°，发散狭缝（DS）：1°，接收狭缝（RS）：0.3 mm，防散射狭缝（SS）：1°，石墨单色器，2 θ 扫描范围：5°~65°。

2.2 冶炼渣中各主要成分的测定及分析

由于铅冶炼渣是铅精矿（主要成分是 PbS）经过氧化后，以石英砂、石灰石、氧化铁粉造渣，采用焦碳还原后得到的。因此渣中主要含有以下物相中的几种：Pb、PbO、PbS、SiO₂、CaO、CaSiO₃、CaFe₂O₄、Ca₂Fe₂O₅、ZnFeO₄、CaFeSi₂O₆、CaZnSi₂O₇、FeS、FeO、Fe₂O₃、Fe⁺²Fe⁺³O₄、ZnO 等。通过对铅冶炼渣进行 XRD 仪器分析后，得到相应的衍射图后，根据衍射图找到以上物相相应的 PDF 编号，并从图上找到相应的衍射峰强度，采用参考比强度（I/I_{col}）^[3]法测定，从而可得到各主要物相的含量。图 1~图 5 为卡尔多技术冶炼过程中常见的(主要是不正常的) 五种冶炼渣的衍射图：

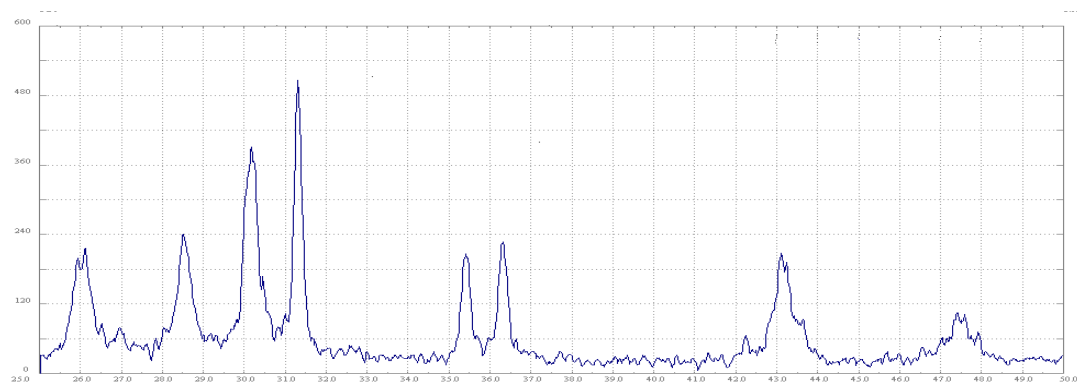


图 1 冶炼渣-1 衍射谱图

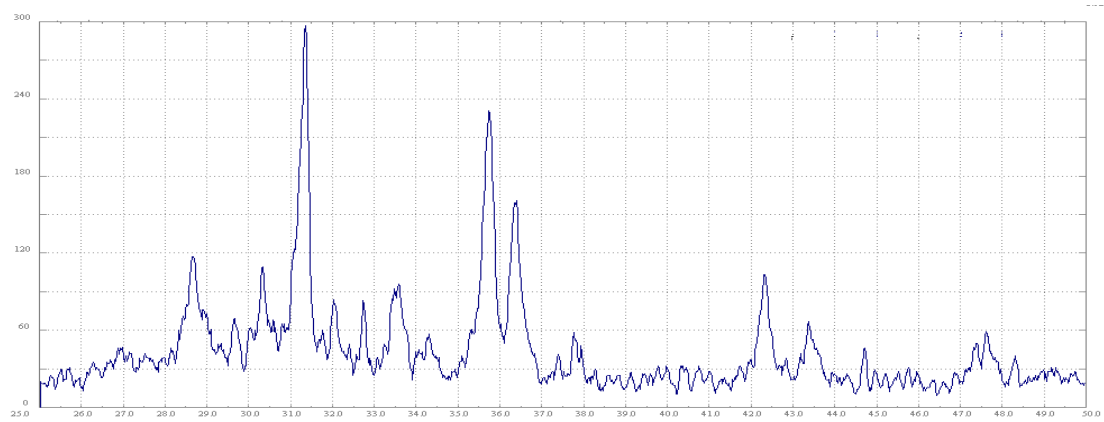


图 2 冶炼渣-2 衍射谱图

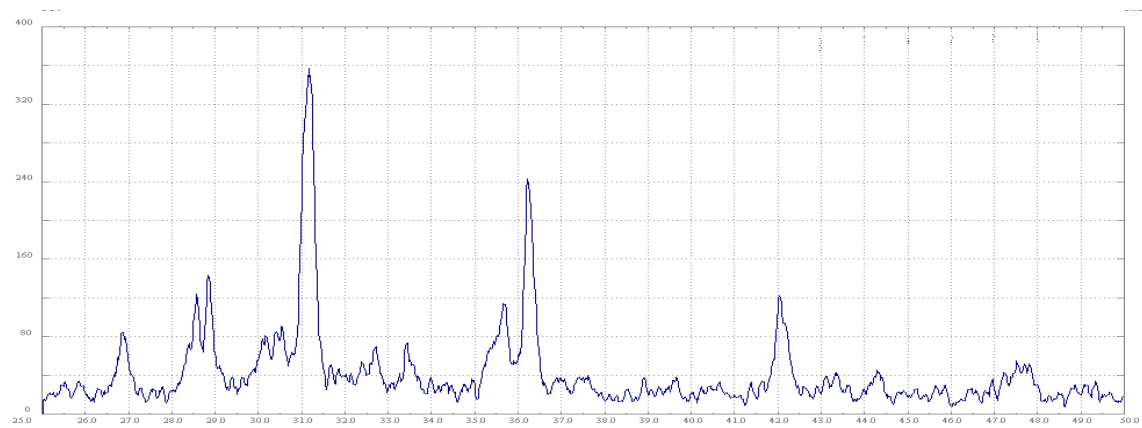


图 3 炼渣-3 衍射谱图

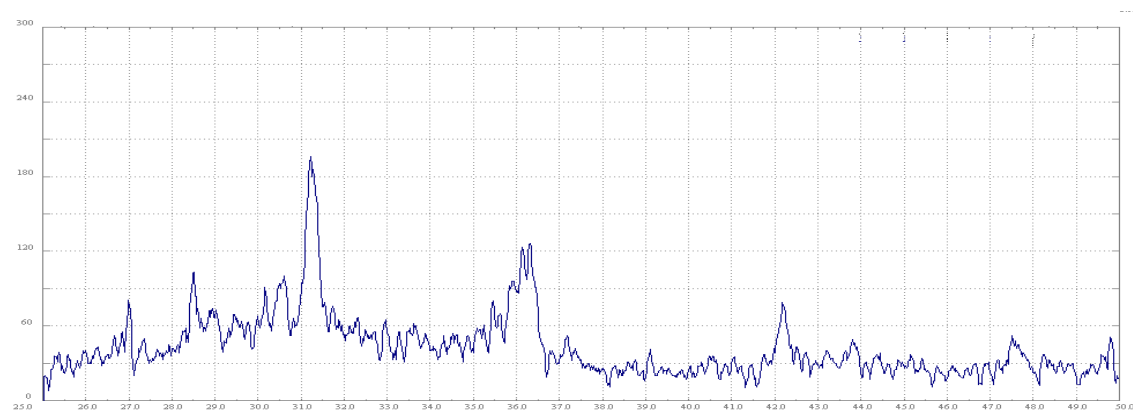


图 4 冶炼渣-4 衍射谱图

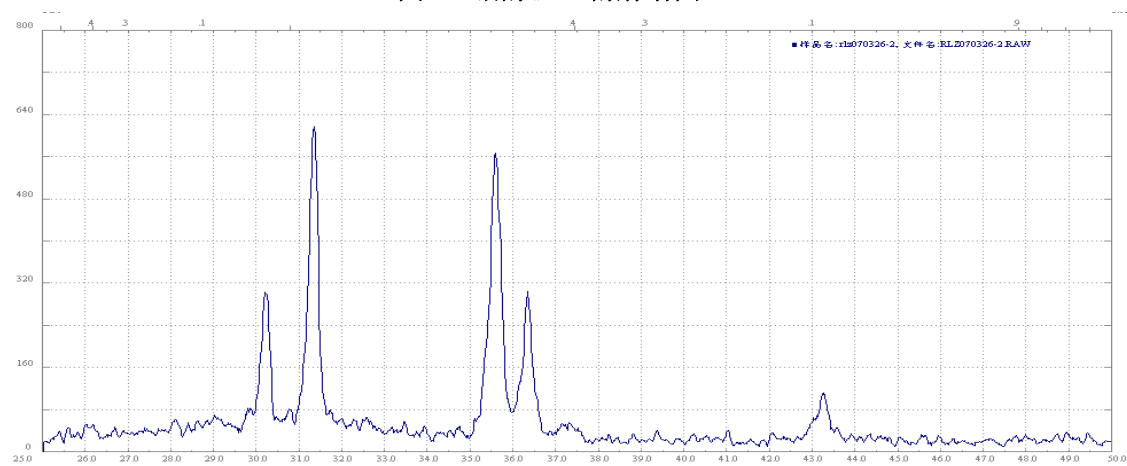


图 5 冶炼渣-5 衍射谱图

根据以上五种衍射图，采用参考比强度 (I/I_{col}) 法测定，分别测得相应的冶炼渣 1~5 中主要物相组成及含量如表 1 所示。

表 1 冶炼渣主要物相组成及含量

样品名称	物相百分含量组成/ %											
	Pb	PbO	PbS	CaZnSi ₂ O ₇	CaFeSi ₂ O ₆	CaFe ₂ O ₄	ZnFeO ₄	FeS	FeO	Fe ₂ O ₃	Fe ²⁺ Fe ₂ ³⁺ O ₄	ZnO
冶炼渣-1	4.7	2.4	6.8	33.2	11.0	5.6	12.2	14.2	1.9	-	-	8.1
冶炼渣-2	4.8	1.2	2.1	40.9	11.0	17.8	4.2	4.1	3.0	-	-	11.0
冶炼渣-3	1.5	1.1	-	45.2	15.9	12.4	3.3	-	4.3	3.7	-	12.7
冶炼渣-4	2.2	1.4	-	33.1	14.9	14.7	3.4	-	3.3	8.1	9.6	9.2
冶炼渣-5	12.2	1.1	-	-	21.7	11.0	-	-	2.3	8.8	30.9	11.8

根据工艺要求，铅冶炼渣中：Pb<5%，SiO₂的含量在 20~25%左右，CaO 的含量在 20~25%左右，Fe+Zn 的含量在 30~35%左右，这是目前常用的渣型。根据表 1，通过计算各冶炼渣中主要成分 Pb、Zn、SiO₂、CaO、Fe 的含量（由经验值可知，其他杂质约占 5%，认为杂质以外元素总和约占总量的 95%）。如表 2 所示。

表 2 常用渣型的主要成分

样品名称	渣型组成/%				
	总 Pb	总 Zn	SiO ₂	CaO	FeO
冶炼渣-1	12.2	15.9	17.1	15.0	20.4
冶炼渣-2	7.3	17.6	19.9	20.4	17.6
冶炼渣-3	2.4	19.5	22.8	21.6	16.6
冶炼渣-4	3.3	14.5	18.9	17.9	25.2

冶炼渣-5	12.6	9.0	10.0	7.3	35.1
-------	------	-----	------	-----	------

从冶炼渣-1 的结果看，PbS 的含量比较高，可判断在铅精矿的氧化过程中氧矿比(氧气的体积与铅精矿的质量之比)偏低，可适当调高氧矿比，且这种冶炼渣由于含铅高，可作为含铅高的高铅渣返炉。一般如果氧化不好，对渣型的影响也较大。

同样，从冶炼渣-2 的结果看，氧化不太好，应稍调高氧矿比，由于渣中铅含量只比要求的（5%）稍高，可视实际情况作合适处理。

从冶炼渣-3 的结果看，并结合生产实际情况，这种冶炼渣达到了配料和操作的目的，符合卡尔多炼铅技术的要求，结果比较理想。

从冶炼渣-4 的结果可知，在配料中石英砂、石灰石加入量少了点，应调整配料单；冶炼渣含铅较低，但产生了部分磁性铁（ $\text{Fe}^{+2}\text{Fe}_2^{+3}\text{O}_4$ ），这是一种高价铁的氧化物，它会升高渣的熔点，造成出渣难。因此可适当降低氧矿比。

从冶炼渣-5 的结果看，磁性铁（ $\text{Fe}^{+2}\text{Fe}_2^{+3}\text{O}_4$ ）已达 30%，氧矿比已严重偏高，且这种磁性铁在渣中与铅的含量有一种近似的正比关系存在。因此，应降低氧矿比，减少这种磁性铁的产生。

3 结果和讨论

采用 XRD 对铅冶炼渣进行分析，不但能有效的指导配料，还能及时发现操作过程中存在的一些问题，并且能够及时提供渣中铅的含量，以便对渣作相应的处理；同时还可对冶炼所用的原料（铅精矿、石灰石、石英砂、铁粉等）作初步分析，看是否适合卡尔多技术炼铅等。用 XRD 分析冶炼渣，成本低（除仪器本身外，几乎不需要任何成本），熟练掌握后，在 10 min 内即可出结果，能方便地指导生产。

参考文献

[1] 王英华, X 光衍射技术基础, 北京: 清华大学出版社, 2003.
[2] 江超华, X 射线粉末衍射实验技术基础, www.msal.net.
[3] 马礼敦. 近代 X 射线多晶体衍射[M], 北京: 化学工业出版社, 2004: 484.

Study on Kaldo Furnace for Lead Smelting Technology by X-ray Diffractometer
Chen Dinghua Xu Dongyun
(Western Mining Corporation the lead industry branch , Xining 810001)

Abstract: Smelting slag from Kaldo furnace for lead smelting technology was analyzed by XRD. The method not only could be used for guiding ingredients but also for finding some of the problems of production. Because of its low prices, the low use-cost, practicability and quick analysis, There is a better prospect in the refining industry by XRD.

Keywords: Kaldo furnace for lead smelting Technology; XRD; smelting slag