

中华人民共和国国家标准

铁矿石化学分析方法
气体容量法测定总碳量

UDC 622.341.1
:543.06

GB 6730.50—86

Methods for chemical analysis of iron ores
The gas volumetric method for the
determination of total carbon content

本标准适用于铁矿石、铁精矿、烧结矿和球团矿中总碳量的测定。测定范围：0.10~10.00%。
本标准遵守GB 1467—78《冶金产品化学分析方法标准的总则及一般规定》。

1 方法提要

将试样置于高温炉（1200~1300℃）中加热并通入氧气，使试样燃烧，碳完全转化成二氧化碳，收集混合气体于量气管中定容。然后以氢氧化钾溶液吸收其中的二氧化碳，吸收前后体积之差即为二氧化碳的体积，由此计算碳的含量。

2 试剂

2.1 无水氧化钙。

2.2 烧碱石棉（或碱石灰）。

2.3 助熔剂：锡、铜、氧化铜等。含碳量不得超过0.005%，否则应准确加入，并从分析结果中减去空白。

2.4 脱硫剂：活性二氧化锰或钒酸银。

钒酸银的制法：取11.7g钒酸铵，溶于400ml热水中，另取17g硝酸银，溶于200ml水中，将上述两种溶液相混合，生成的黄色沉淀用瓷漏斗或滤纸抽滤，以水洗净，于110℃烘干后使用。

2.5 硫酸（ ρ 1.84g/ml）。

2.6 水准瓶所盛溶液：硫酸溶液（1+1000）加数滴甲基橙（0.1%）混匀。

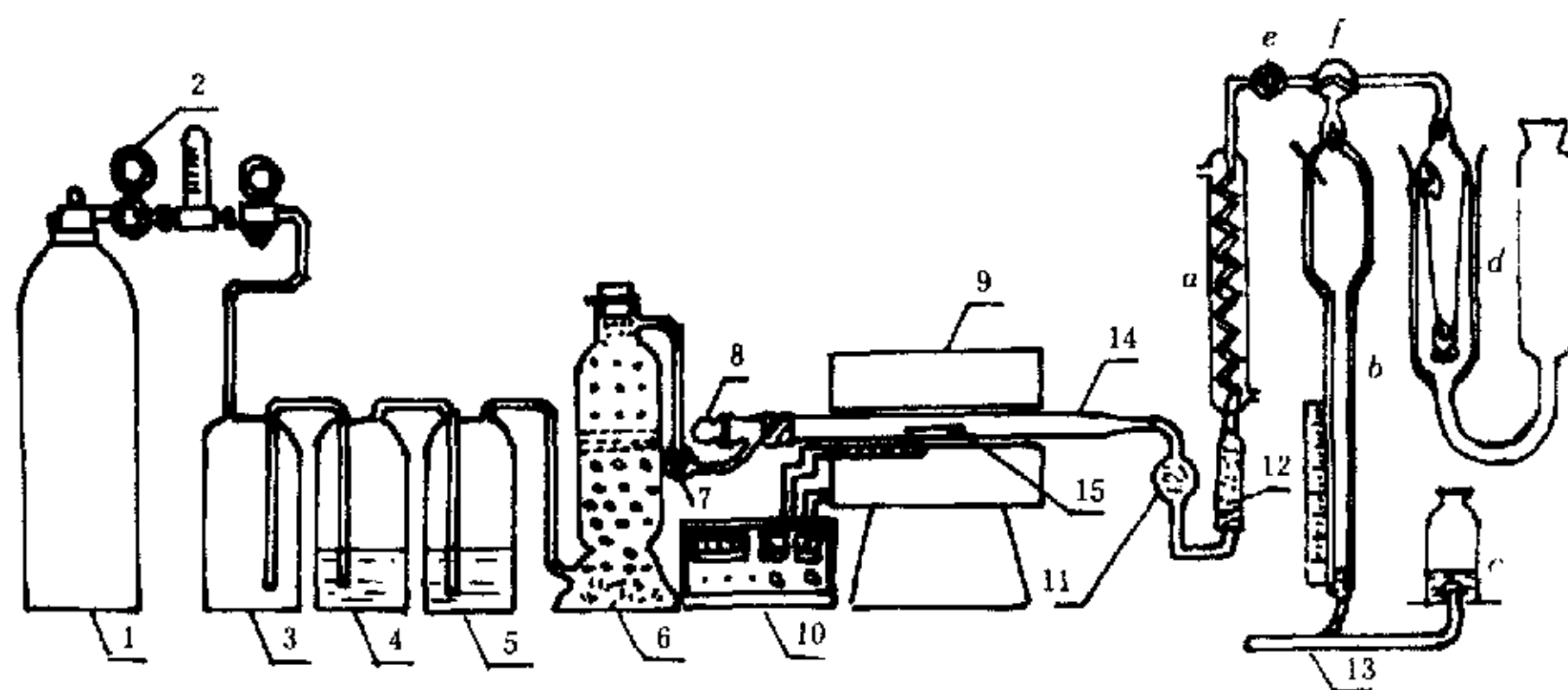
也可用氯化钠（26%）酸性溶液，配制方法如下：取26g氯化钠溶解于74ml水中，并加甲基橙指示剂（0.1%）数滴，滴加硫酸至红色。

2.7 高锰酸钾-氢氧化钾洗液：取30g氢氧化钾溶于70ml饱和的高锰酸钾溶液中。

2.8 氢氧化钾吸收液（40%）：取40g氢氧化钾溶于水中，稀释至100ml。

3 仪器

燃烧与测定装置示意图



a.1 氧气钢瓶。

b.2 减压阀门（氧气开关）、流量表。

c.3 缓冲阀或安全瓶。

d.4 洗气瓶：内盛高锰酸钾-氢氧化钾洗液（2.7）。装入量占瓶高约三分之一。

e.5 洗气瓶：内盛浓硫酸（2.5）、装入量同上。

f.6 干燥塔：上盛烧碱石棉（或碱石灰（2.2），下盛无水氯化钙（2.1），中间隔玻璃棉，底部及顶端也铺以玻璃棉，塔顶出口与玻璃磨口塞相接，塔底进口与洗气瓶（5）的出口相连接。

g.7 供氧活塞。

h.8 玻璃磨口塞：用塑料管连接在燃烧管上。

i.9 管式炉：为平卧式，高温区要超过150mm（高温加热设备也可用高频加热装置）。

j.10 可控硅控制器（或调压器）：用以调节管式炉的温度。

k.11 球形管（或V形管）：内装玻璃棉（或脱脂棉），用以阻留气流所带出的固体物。

l.12 除硫管：直径为10~15mm，长为100mm的玻璃管，内装4g粒状二氧化锰（或粒状钼酸银），两端塞有脱脂棉。除硫剂失效时应重新更换。如分析含硫量高的试样（0.2%以上），应增加除硫剂量，或再增加一个除硫管。

注：更换水准瓶所盛溶液、球形管中玻璃棉、除硫剂等，均应做几次高碳试样，使二氧化碳饱和后，方能进行操作。

m.13 容量定碳仪及零件。

冷凝管（a）：用以冷却燃烧管中所流出的混合气体。

量气管（b）：用以量混合气体的体积，形状如图所示，量气管具有夹层，夹层间充满以水（使量气管中气体的温度少受外界的影响），量气管的上部管口处置有空心浮子，当量气管中液体充满至上部管口时，该浮子即上升，将管口堵塞，管的膨大部分插有温度计，用以测量气体的温度，量气管的下部为细长形刻度玻璃管（或附有活动刻度标尺），用以量气体的体积。

水准瓶（c）：内盛含有甲基橙的酸性水（2.6），用橡皮管与量气管相连接，用以将混合气体由量气管压入吸收器中。

吸收器（d）：内盛氢氧化钾溶液（2.8）。

小活塞（e）：可以接通冷凝管（a）和量气管（b）亦可分别使（a）或（b）通大气。

三通活塞（f）：使量气管分别与冷凝管（a）或吸收器（d）相通。

注：定碳仪应装置在室温较正常的地方（距离高温炉约300~500mm），避免阳光直接照射。量气管（b）必须保持清洁，有水滴附着量气管内壁时，须用重铬酸钾洗液洗涤。

n.14 燃烧管：长600mm，内径为20mm的瓷管，使用时将燃烧管全部灼烧一次，此外尚应检查是否严密不漏气。燃烧管两端露出炉外部分长度不少于175mm，粗口一端连接玻璃磨口塞塞座，锥形口一端用橡皮管连接于球形管11。

o.15 瓷舟：用无釉瓷质制成，长为 88mm，使用前须在 1200℃ 通氧灼烧 2~4 min，也可在 1000℃ 高温炉中灼烧 1h 以上，灼烧后备用的瓷舟应放置于装有烧碱石棉（或碱石灰）及无水氯化钙的干燥器中。注意干燥器边沿不可涂凡士林或其他类似的物质。

p.16 推入或拉出瓷舟的长钩：用粗镍铬丝（或粗紫铜丝及耐热低合金钢丝）制成。

q.17 水银气压计，气压值按下式校正：

$$P = P'(1 - 0.000163t - 0.0026\cos 2\varphi - 0.000002H)$$

式中：P——校正后的气压值，mPa；

P'——水银气压计测得的气压值，mPa；

t——水银气压计所在处温度，℃；

φ ——水银气压计所在处纬度，度；

H——水银气压计所在处海拔高度，m。

4 试样

4.1 一般试样粒度应小于 100 μm ，如试样中结合水或易氧化物质含量高时，其粒度应小于 160 μm 。

4.2 预干燥不影响试样组成者，应按 GB 6730.1—86 《铁矿石化学分析方法分析用预干燥试样的制备》进行。

5 分析步骤

5.1 测定数量

同一试样，在同一试验室，应由同一操作者在不同时间内进行 2~4 次测定。

5.2 试样量

根据试样含碳量，按表 1 称取试样。将试样置于瓷舟内，覆以 0.5~1g 助熔剂（2.3）。

表 1

含碳量，%	称样量，g
0.1~0.5	2.0000~1.0000
>0.5~2.0	1.0000~0.5000
>2.0~4.0	0.5000~0.2000
>4.0~8.0	0.2000~0.1000
>8.0~10.0	0.1000

5.3 空白试验

随同试样做空白试验。吸收器及水准瓶内溶液的温度以及混合气体的温度，三者应基本相同，否则将产生正负空白值。因此在测定前应通氧气重复做空白试验数次直至空白值稳定，方可进行试样分析，由于室温变化及工作过程引起冷凝管中水温变化，因此工作中须经常测定空白值，从结果中扣除。

5.4 校正试验

随同试样分析同类型（指分析步骤相一致）的标准试样。

5.5 分析前的准备

接通电源，将炉温升至 1200~1300℃、检查整个管路、活塞及装置是否正常，然后使仪器处于下

述准备状态，量气管（b）充满水，活塞（e）和三通活塞（f）关闭，水准瓶（c）置于定碳标尺零点位置，燃烧管内不通氧。

5.6 测定

启开玻璃磨口塞 8，将瓷舟 15 放入瓷管内，用长钩 16 推至高温处，立即塞紧磨口塞，预热 1 min，根据定碳仪操作规程操作，测定其读数（体积或含量）。启开磨口塞 8，用长钩 16 将瓷舟 15 拉出（观察试样是否燃烧完全，如燃烧不完全须重新分析）。即可进行下一个试样分析。

6 分析结果的计算

按式（1）或（2）计算总碳的百分含量：

6.1 当标尺的刻度是体积（ml）时：

$$C(\%) = \frac{A_1 \cdot V \cdot f}{m} \times 100 \times K \dots\dots\dots (1)$$

式中：\$A_1\$——温度 16℃，气压 1013 mPa，封闭液面上每毫升二氧化碳中含碳质量（g）。用酸性水作封闭液时 \$A_1\$ 值为 0.0005000 g；用氯化钠酸性溶液作封闭液时 \$A_1\$ 值为 0.0005022 g；

\$V\$——吸收前与吸收后气体的体积差，即二氧化碳体积，ml；

\$f\$——温度、气压修正系数，采用不同封闭液时其值不同需查不同表（见 GB 223.1—81《钢铁及合金碳量的测定》的附录）；

\$m\$——试样量，g；

\$K\$——由公式 \$K = \frac{100}{100 - A}\$ 所得的换算系数（如使用预干燥试样则 \$K = 1\$），\$A\$ 是按 GB 6730.3—86《铁矿石化学分析方法重量法测定分析试样中吸湿水量》测定得到的吸湿水质量百分数。

6.2 当标尺的刻度是碳量（例如上海产的定碳仪把 25 ml 体积刻成碳量为 1.250%，沈阳产的定碳仪把 30 ml 体积刻成碳量为 1.500%）时。

$$C(\%) = \frac{A_1 \cdot x \times 20 \times f}{m} \times 100 \times K \dots\dots\dots (2)$$

式中：\$A_1\$、\$f\$、\$m\$、\$K\$——代表的意义与式（1）相同；

\$x\$——标尺读数（含碳量）；

20——标尺读数（含碳量）换算成二氧化碳气体体积（ml）的系数（即 \$\frac{25}{1.250}\$ 或 \$\frac{30}{1.500}\$）。

6.3 分析值的验收：

当平行分析同类型标准试样所得的分析值与标准值之差不大于表 2 所列的允许差时，则试样分析值有效，否则无效，应重新分析。分析值是否有效首先取决于平行分析的标准试样的分析值是否与标准值一致。

当所得试样的两个有效分析值之差，不大于表 2 所列允许差时，则可予以平均，计算为最终分析结果，如二者之差大于允许差时，则应按附录 A 的规定，进行追加分析和数据处理。

6.4 最终结果的计算：

试样有效分析值的算术平均值为最终分析结果。平均值计算至小数第四位，并按数字修约规则的规定修约至小数第二位。

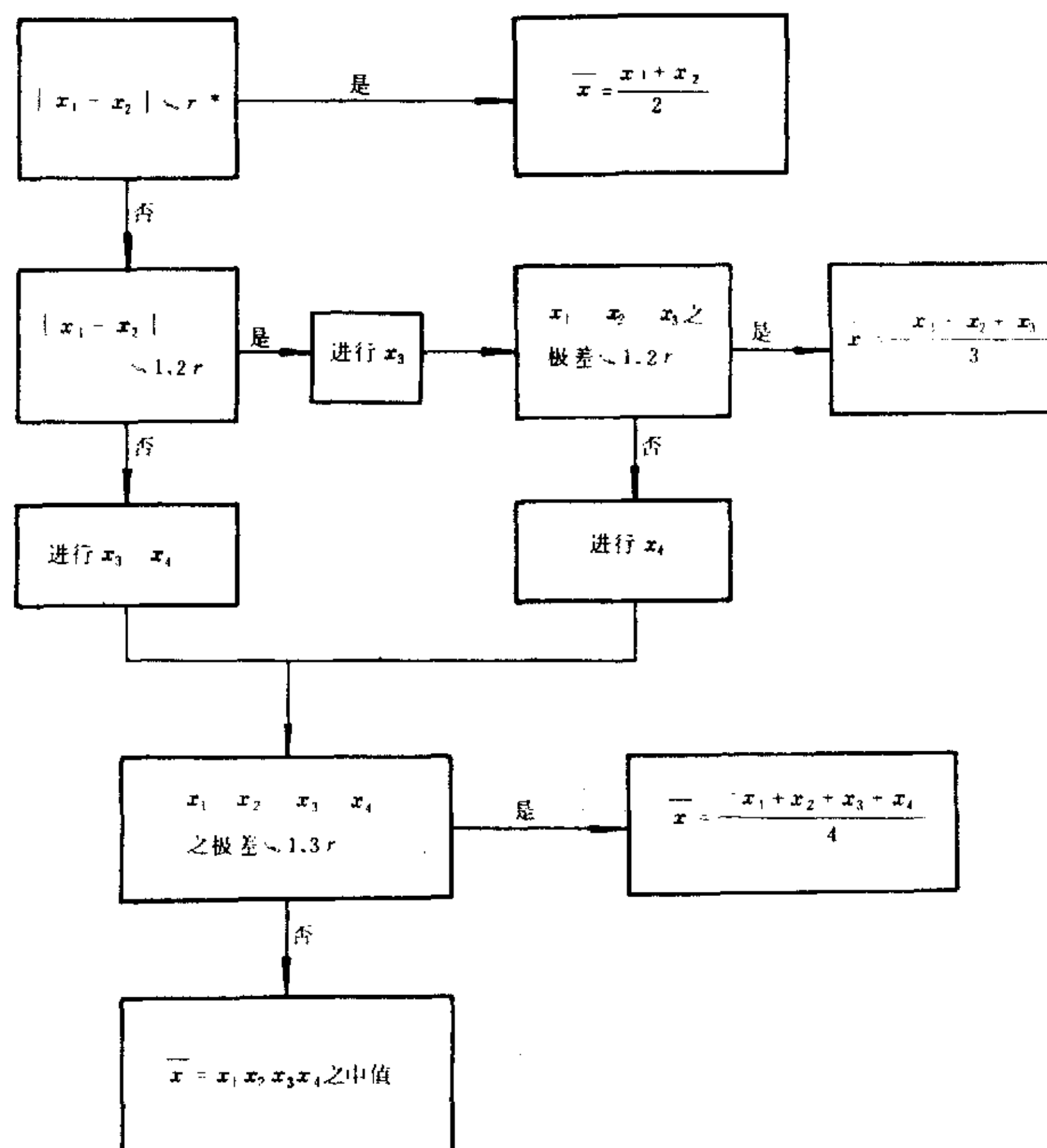
7 允许差

表 2

%

总 碳 量	标样允许差	试样允许差
0.10 ~ 0.20	± 0.03	0.04
> 0.20 ~ 0.50	± 0.04	0.06
> 0.50 ~ 1.00	± 0.06	0.08
> 1.00 ~ 2.00	± 0.07	0.10
> 2.00 ~ 5.00	± 0.15	0.20
> 5.00 ~ 10.0	± 0.20	0.30

附录 A
验收试样分析值程序
(补充件)



附加说明:

本标准由中华人民共和国冶金工业部提出。

本标准由包头钢铁公司负责起草。

本标准由鞍钢钢铁研究所起草。

本标准主要起草人洪和育。

* r即表2中所列允许差。