

中华人民共和国国家标准

铁矿石化学分析方法
烧碱石棉吸收重量法
测定碳酸盐中碳量

UDC 622.341.1
:543.06

GB 6730.51—86

Methods for chemical analysis of iron ores
The caustic asbestos absorption gravimetric
method for the determination of carbon
content in carbonate

本标准适用于铁矿石、铁精矿、烧结矿和球团矿中碳酸盐的碳量测定，测定范围： $>0.1\%$ 。
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

试样用磷酸分解，将所生成的二氧化碳以除去二氧化碳的干燥空气作载气，用装有烧碱石棉和无水高氯酸镁的吸收瓶吸收，然后称量，根据吸收前后的重量差，计算碳的含量。

2 试剂

2.1 烧碱石棉：粒度20~30目。

2.2 无水高氯酸镁（或五氧化二磷）：粒度10~20目，置烘箱中180℃烘干2h，再迅速移入干燥器中冷却备用。使用过的高氯酸镁经烘干后可重复使用。

2.3 无水氯化钙。

2.4 碳酸钙：高纯或优级纯。

2.5 脱水硫酸：将硫酸（ ρ 1.84g/ml）置烧杯中，加热至冒烟，并保持片刻，然后小心置于干燥器中，冷却备用。

2.6 磷酸： ρ 1.70g/ml。

2.7 重铬酸钾-硫酸溶液（5%）：取100ml硫酸（ ρ 1.84g/ml），加热至70~80℃，加入5g重铬酸钾，搅拌溶解后取下放冷。

2.8 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。

3 仪器

分析装置示意图（如图1）。

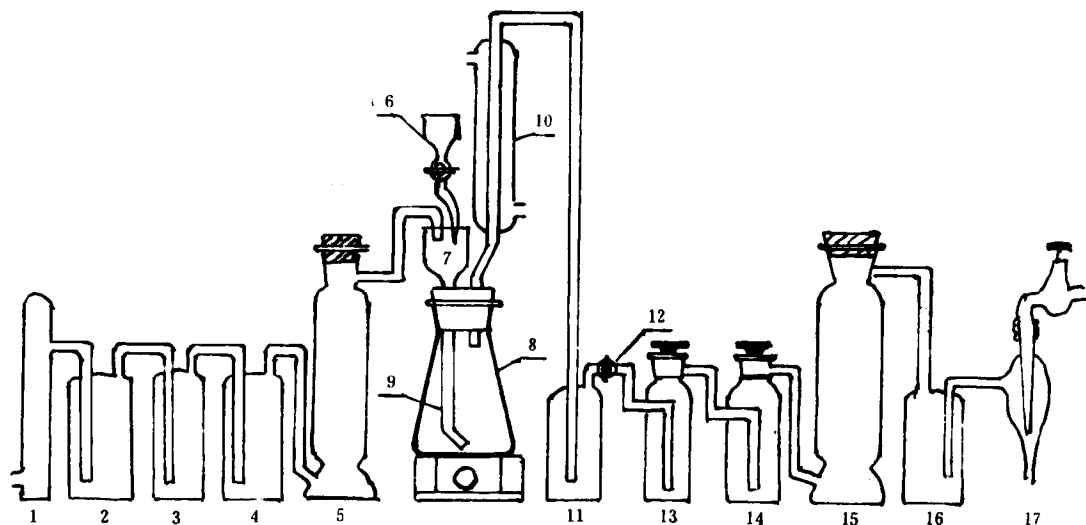


图 1

a.1 转子流量计。

b.2 缓冲瓶：与 1 和 3 相连。

c.3 洗气瓶：内盛高锰酸钾 - 氢氧化钾洗液（2.8），装入量占瓶高约三分之一，与 2 和 4 相连。

d.4 洗气瓶：内盛脱水硫酸（2.5），装入量同上，与 3 和 5 相连。

e.5 干燥塔：上盛烧碱石棉（2.1，或碱石灰），下盛无水氯化钙（2.3），中隔玻璃棉，底部与顶端也铺以玻璃棉，与 4 和 7 相连。

f.6 加酸漏斗（如图 2）：容积为 30ml 左右，与 7 相连。

g.7 连接漏斗（如图 3）：用双孔橡皮塞与 5 及 6 和 9 相连。

h.8 溶样锥形瓶：容积 150~250ml，以双孔橡皮塞与 7 和 10 相连。

i.9 玻璃导管：内径 2~3 mm、末端向上弯成小勾状，通过橡皮塞与 7 相连。

j.10 直形冷凝管：外套管长约 300mm，与 8 和 11 相连。

k.11 洗气瓶：内盛重铬酸钾-硫酸溶液，用以除硫和吸收水分，与 10 和 12 相连。

注：当试样含硫超过 0.2% 时，应在 11 和 12 间增加一脱硫管，内径为 10~15mm，长为 100mm，装入 4g 粒状钒酸银，两端塞以玻璃棉（钒酸银的制法同《铁矿石化学分析方法——气体容量法测定总碳量》2.4）。

l.12 两通玻璃活塞：用以调节气流，与 11 和 13 相连。

m.13 吸收瓶：内盛无水高氯酸镁（或五氧化二磷）（2.2），两端衬玻璃棉，上部加少量脱脂棉，用以吸收水分，与 12 和 14 相连。

n.14 吸收瓶（如图 4）：瓶下部装约 40mm 高的烧碱石棉，上部装 10mm 高的无水高氯酸镁（或五氧化二磷）（2.2），两端衬玻璃棉，上部加少量脱脂棉，与 13 和 15 相连（当吸收瓶中的烧碱石棉有 2/3 失效时，应重新更换）。

o.15 安全瓶（干燥塔）：下部装无水氯化钙（2.3），上部装烧碱石棉（或碱石灰），中间隔玻璃棉，底部与顶端也铺以玻璃棉，用以隔绝空气中的水分与二氧化碳，与 14 和 16 相连。

p.16 缓冲瓶：防止水道水流入安全瓶，与 15 和 17 相连。

q.17 水流抽气管（或真空泵），与 16 和水龙头相连（也可用真空泵代替水流抽气管）。

注：装置的各部分，均按装置示意图以适当长度的透明胶管连接。

r.18 万用电热器：用以加热溶解试样。

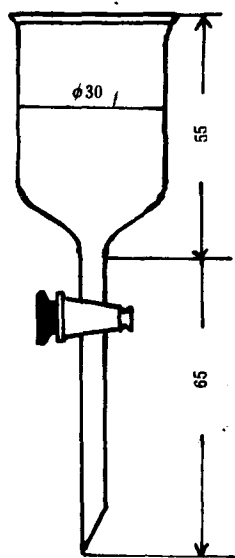


图 2

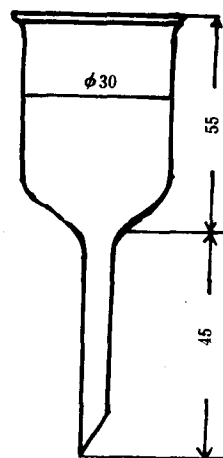


图 3

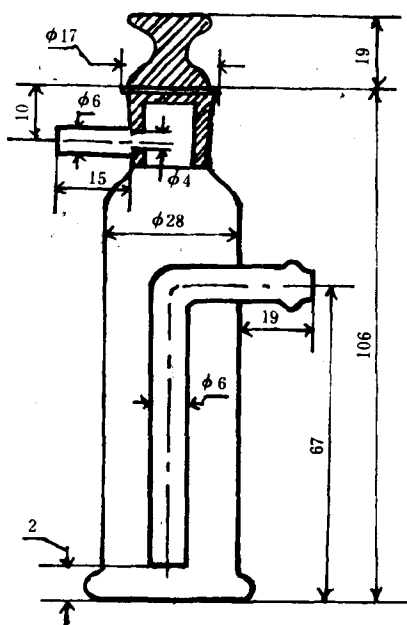


图 4

4 试样

4.1 一般试样粒度应小于 $100\mu\text{m}$,如试样中结合水或易氧化物含量高时,其粒度应小于 $160\mu\text{m}$ 。

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

含碳量 $<2\%$ 称取试样1.000g; $2\sim 5\%$ 称取试样0.5000g; $>5\%$ 称取试样0.2000g于溶样锥形瓶中。

5.3 空白试验

随同试样做空白试验。打开水流抽气管及活塞12, 使整个装置为通路, 将连接转子流量计的胶管用弹簧夹夹住, 使之不漏气, 然后观察各部有无漏气现象。当洗气瓶11无气泡产生时, 即为不漏气, 如有漏气, 应逐段检查, 查明漏气部位, 并进行处理。仪器装置检查完毕后, 即可进行测定系统的校验, 按200ml/min的通气速度进行, 通气20min称量一次, 再次通气20min后称量, 至两次称量之差不超过0.5mg, 如超过0.5mg且很稳定时, 则应取其平均值, 并从分析结果中扣除。

5.4 校正试验

用基准(或高纯)碳酸钙(或标准试样)检查装置是否正常: 称取0.2000或0.5000g(表1)已于105~110℃干燥, 并冷却至室温的碳酸钙(2.4)于溶样锥形瓶中, 以少量水冲洗瓶壁, 按以下分析步骤操作, 测得碳量在允许差范围内时, 说明测定装置正常。

表 1

碳酸钙, g	相当1g试样时碳, %
0.2000	2.40
0.5000	6.00

测定系统经校验无误后, 即可按分析步骤进行试样测定。

5.5 测定

将称好样的溶样锥形瓶, 塞紧双孔胶皮塞, 加20ml磷酸(2.6)于加酸漏斗中, 打开水流抽气管, 控制气体流速为100~150ml/min。再打开加酸漏斗的活塞, 将磷酸(2.6)逐滴加入溶样锥形瓶中, 最后剩1~2ml时, 关闭加酸漏斗的活塞, 打开连接于冷凝管的冷却水, 并将炉温升高至溶液微沸, 气体流速加大到200ml/min。20min后停止加热, 并关闭各活塞, 用绸布包取吸收瓶14(防止直接用手拿取)进行称量(当吸收瓶吸收二氧化碳20min后发热时, 不能马上称量, 应置于干燥器中冷至室温再称量)。

6 分析结果的计算

6.1 按下式计算碳的百分含量:

$$C(\%) = \frac{(m_1 - m_2) \times 0.2729}{m} \times 100 \times K$$

式中: m_1 ——吸收二氧化碳后瓶的质量, g;

m_2 ——吸收二氧化碳前瓶的质量, g;

m ——试样量, g;

0.2729——为二氧化碳换算成碳的系数;

K ——由公式 $K = \frac{100}{100 - A}$ 所得的换算系数(如使用预先干燥试样则 $K = 1$), 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 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。

6.3 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。

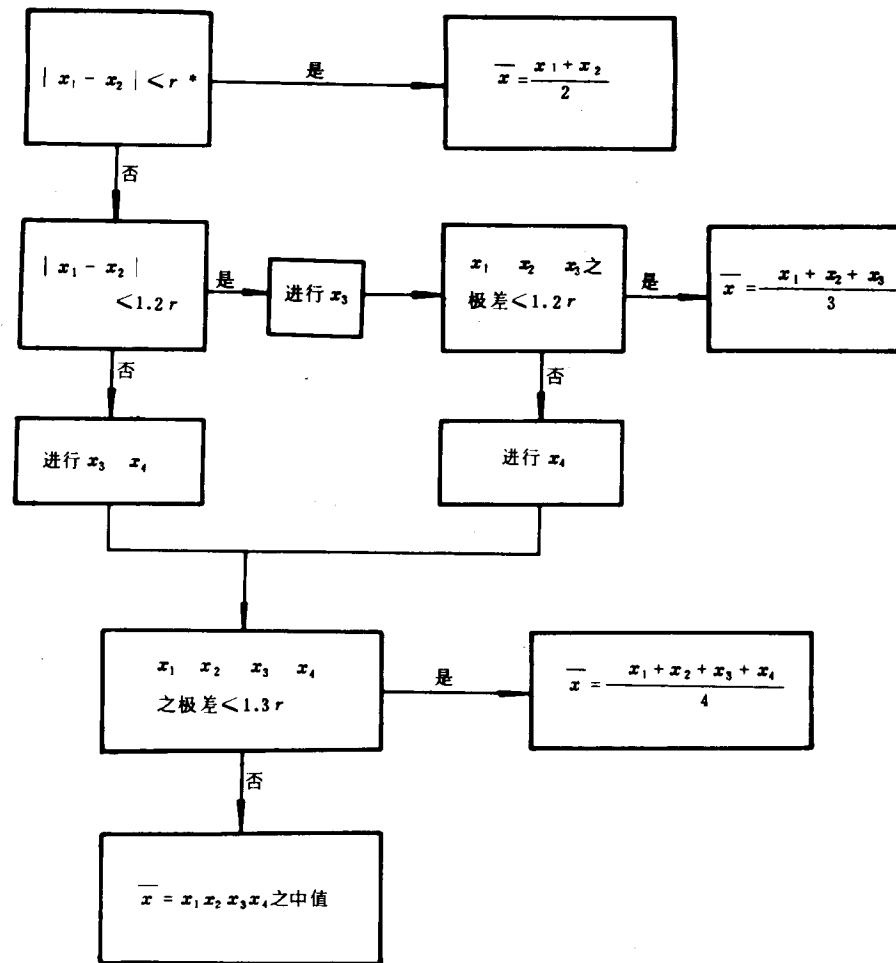
7 允许差

表 2

%

碳酸盐碳量	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。