



中华人民共和国国家标准

GB/T 20899.9—2007

金矿石化学分析方法 第 9 部分：碳量的测定

Methods for chemical analysis of gold ores —
Part 9: Determination of carbon contents

2007-04-27 发布

2007-11-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会 发布

前 言

GB/T 20899《金矿石化学分析方法》分为 11 个部分：

- 第 1 部分：金量的测定；
- 第 2 部分：银量的测定；
- 第 3 部分：砷量的测定；
- 第 4 部分：铜量的测定；
- 第 5 部分：铅量的测定；
- 第 6 部分：锌量的测定；
- 第 7 部分：铁量的测定；
- 第 8 部分：硫量的测定；
- 第 9 部分：碳量的测定；
- 第 10 部分：铋量的测定；
- 第 11 部分：砷量和铋量的测定。

本部分为 GB/T 20899 的第 9 部分。

本部分由中华人民共和国国家发展和改革委员会提出。

本部分由长春黄金研究院归口。

本部分由国家金银及制品质量监督检验中心(长春)负责起草。

本部分主要起草人：陈菲菲、黄蕊、刘冰、刘正红、张琦。

金矿石化学分析方法

第9部分：碳量的测定

1 范围

本部分规定了金矿石中碳含量的测定方法。

本部分适用于金矿石中碳含量的测定。测定范围：0.10%～5.00%。

2 方法提要

试料在 1 200℃～1 250℃ 高温氧气流中燃烧，使碳转化成二氧化碳，以百里酚酞为指示剂，用乙醇-乙醇胺-氢氧化钾溶液吸收滴定二氧化碳。

3 试剂

3.1 碳酸钙(基准试剂)。

3.2 变色硅胶。

3.3 氧化铜，粉状。

3.4 无水乙醇。

3.5 硫酸(ρ 1.84 g/mL)。

3.6 高锰酸钾-氢氧化钠溶液：称取 3.0 g 高锰酸钾溶于 100 mL 水中，加入 10 g 氢氧化钠，溶解后装入洗气瓶中。

3.7 标准吸收滴定溶液：

3.7.1 配制：将 30 mL 乙醇胺溶于 970 mL 无水乙醇(3.4)中，加入 3.0 g 氢氧化钾及 150 mg 百里酚酞指示剂，混匀，放置 3 d～5 d 后备用。

3.7.2 标定：称取 0.010 0 g(精确至 0.000 1 g)预先在 100℃～105℃ 烘至恒重的碳酸钙(3.1)，置于预先在 1 000℃ 高温炉中灼烧过的瓷舟中，加入适量的氧化铜(3.3)，以下操作按分析步骤进行。

按式(1)计算标准吸收滴定溶液的滴定度：

$$T = \frac{m_1 \times 0.120\ 0}{V} \dots\dots\dots (1)$$

式中：

T ——与 1.00 mL 标准吸收滴定溶液相当的以克表示的碳的质量，单位为克每毫升(g/mL)；

m_1 ——称取碳酸钙的质量，单位为克(g)；

V ——标定时，滴定消耗标准吸收滴定溶液的体积，单位为毫升(mL)；

0.120 0 ——碳酸钙对碳的换算系数。

平行标定三份，测定值保留四位有效数字，其极差值不大于 1×10^{-5} g/mL 时，取其平均值，否则，重新标定。

4 装置

4.1 高温管式电炉：最高温度 1 350℃，常用温度 1 300℃。

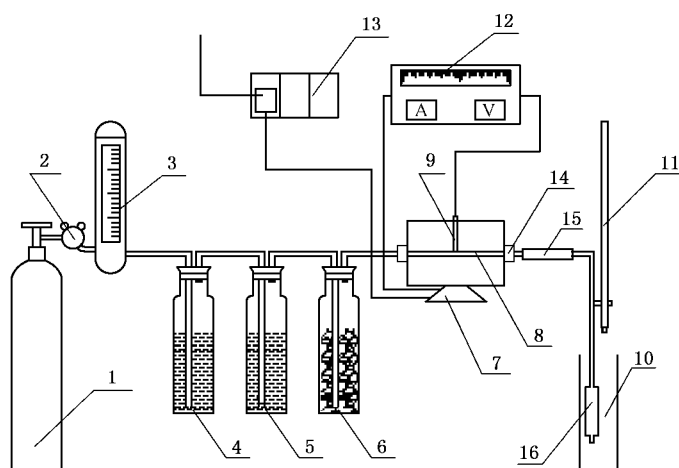
4.2 温度自动控制器(0℃～1 600℃)。

4.3 转子流量计(0 L/min～2 L/min)。

4.4 锥形燃烧管：内径 18 mm，外径 22 mm，总长 600 mm。

4.5 瓷舟:长 88 mm,使用前应在 1 000℃ 预先灼烧 1 h。

4.6 碳的测定装置(见图 1)



- 1——氧气瓶;
- 2——减压阀;
- 3——转子流量计;
- 4——洗气瓶[内装高锰酸钾-氢氧化钠溶液(3.6),液面高约 1/3 瓶高];
- 5——洗气瓶[内装硫酸(3.5),液面高约 1/3 瓶高];
- 6——干燥塔[内装变色硅胶(3.2)];
- 7——高温管式电炉;
- 8——锥形瓷管;
- 9——瓷舟;
- 10——150 mL 气体吸收瓶;
- 11——滴定管;
- 12——温度控制器;
- 13——电源;
- 14——橡胶塞;
- 15——乳胶管;
- 16——多孔气体扩散管。

图 1 非水滴定法测定碳装置图

5 试样

5.1 试样粒度应不大于 0.074 mm。

5.2 试样在 100℃~105℃ 烘 1 h 后,置于干燥器中冷至室温。

6 分析步骤

6.1 试料

称取 0.10 g 试样,精确至 0.000 1 g。

独立地进行两次测定,取其平均值。

6.2 空白试验

随同试料做空白试验。

6.3 测定

6.3.1 将试料(6.1)均匀地置于瓷舟中,覆盖 0.5 g 氧化铜(3.3),放于干燥器中。

- 6.3.2 接通高温管式电炉电源,分2次~3次逐渐加大电压,使炉温升至1 250℃。
- 6.3.3 在二氧化碳吸收瓶中加入标准吸收滴定溶液(3.7),使吸收液的液面距离气体扩散管下端50 mm。
- 6.3.4 按图1连接好全部装置。在通气的条件下检查装置的气密性。调节氧气流量为0.15 L/min~0.20 L/min。
- 6.3.5 用镍铬丝将盛有任一试料的瓷舟迅速推入燃烧管温度最高处,立即塞紧橡胶塞通入氧气,待吸收瓶中溶液蓝色消退时,立即用标准吸收溶液(3.7)滴定至出现稳定的蓝色即为终点。
- 6.3.6 试料分析:用镍铬丝将盛有试料的瓷舟迅速推入燃烧管温度最高处,立即塞紧橡胶塞通入氧气,调整氧气流量在0.15 L/min~0.20 L/min之间,吸收瓶中溶液蓝色消退时,立即用标准吸收滴定溶液(3.7)滴定至出现稳定的蓝色并与6.3.5终点颜色一致,即为终点。

注:不论新旧燃烧管,开始测定前,均应在1 200℃~1 250℃充分燃烧,并预烧1个~2个实验样品后,方可进行正式试样的测定。

7 结果计算

按式(2)计算碳的质量分数:



$$w(C) = \frac{T \cdot V_1}{m_0} \times 100 \dots\dots\dots (2)$$

式中:

$w(C)$ —— 碳的质量分数,用%表示;

T —— 与1.00 mL标准吸收滴定溶液相当的以克表示的碳的质量,单位为克每毫升(g/mL);

V_1 —— 测定时滴定试料溶液标准吸收滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

m_0 —— 试料的质量,单位为克(g);

所得结果表示至两位小数。

8 允许差

实验室之间分析结果的差值应不大于表1所列允许差。

表 1 单位为%

碳质量分数	允许差
0.05~0.10	0.03
>0.10~0.20	0.05
>0.20~0.50	0.08
>0.50~1.00	0.10
>1.00~2.00	0.20
>2.00~5.00	0.30
