



中华人民共和国国家标准

GB/T 6730.50—2016
代替 GB/T 6730.50—1986

铁矿石 碳含量的测定 气体容量法

Iron ores—Determination of carbon content—Gas volumetric method

2016-12-30 发布

2017-09-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局 发布
中国国家标准化管理委员会

前 言

GB/T 6730《铁矿石》分为几十部分。

本部分为 GB/T 6730 的第 50 部分。

本部分按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本部分代替 GB/T 6730.50—1986《铁矿石化学分析方法 气体容量法测定总碳量》，本部分与 GB/T 6730.50—1986 相比，除编辑性修改外，主要技术变化如下：

- 增加了警告、规范性引用文件、试验报告；
- 增加了对氧气纯度的要求；
- 增加了仪器中长钩的表述；
- 修改了空白试验和验证试验的操作要求。

本部分由中国钢铁工业协会提出。

本部分由全国铁矿石与直接还原铁标准化技术委员会(SAC/TC 317)归口。

本部分起草单位：鞍钢矿业集团、首钢技术研究院、鞍钢股份有限公司、本溪钢铁(集团)有限责任公司、冶金工业信息标准研究院。

本部分主要起草人：李玉林、陈志华、高景俊、申恒昌、孙德明、孙丽君、张磊、陈自斌。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

- GB/T 6730.50—1986。



铁矿石 碳含量的测定 气体容量法

警告——使用本部分的人员应有正规实验室工作的实践经验。本部分并未指出所有可能的安全问题。使用者有责任采取适当的的安全和健康措施,并保证符合国家有关法规规定的条件。

1 范围

GB/T 6730 的本部分规定了用气体容量法测定铁矿石中碳含量的方法。

本部分适用于铁矿石、铁精矿、烧结矿和球团矿中碳含量的测定。测定范围(质量分数):0.10%~10.00%。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件,仅注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件,其最新版本(包括所有的修改单)适用于本文件。

GB/T 223.69—2008 钢铁及合金 碳量的测定 管式炉燃烧后气体容量法

GB/T 6730.1 铁矿石 分析用预干燥试样的制备

GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

GB/T 10322.1 铁矿石 取样和制样方法

3 原理

将试料置于高温炉(1 200 ℃~1 300 ℃)中加热并通入氧气,使试料燃烧,碳完全转化成二氧化碳。除去二氧化硫后将收集的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。

4 试剂和材料

4.1 无水氧化钙。

4.2 烧碱石棉或碱石灰。

4.3 助熔剂,锡、铜、氧化铜等(含碳量不得超过 0.005%)。

4.4 脱硫剂,活性二氧化锰或钒酸银,粒状。钒酸银的制法:称取 11.7 g 钒酸铵,溶于 400 mL 热水中,另取 17 g 硝酸银,溶于 200 mL 水中,将上述两种溶液混合,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。

4.5 硫酸, $\rho=1.84$ g/mL。

4.6 水准瓶所盛溶液。硫酸溶液(1+1 000)加数滴甲基橙(1 g/L),至呈稳定的浅红色,也可用氯化钠酸性溶液,取 26 g 氯化钠溶解于 74 mL 水中,并加甲基橙指示剂(1 g/L)数滴,滴加硫酸(1+2)至红色。

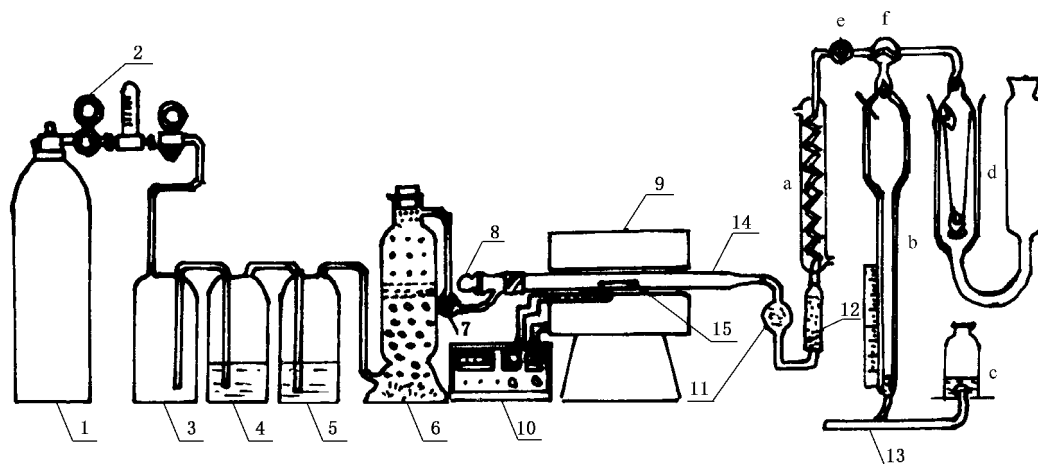
4.7 高锰酸钾-氢氧化钾洗液,称取 30 g 氢氧化钾溶于 70 mL 饱和的高锰酸钾溶液中。

4.8 氢氧化钾吸收液,400 g/L。称取 400 g 氢氧化钾溶于水中,稀释至 1 000 mL。

5 仪器

5.1 燃烧与测定装置示意图

5.1.1 燃烧与测定装置示意图见图 1。



说明:

- 1——氧气钢瓶,氧气纯度不低于 99.5%。
- 2——减压阀门(氧气开关)、流量表。
- 3——缓冲阀或安全瓶。
- 4——洗气瓶,内盛高锰酸钾-氢氧化钾洗液(4.7),装入量占瓶高约三分之一。
- 5——洗气瓶,内盛硫酸(4.5)、装入量同上。
- 6——干燥塔:上盛烧碱石棉或碱石灰(4.2),下盛无水氧化钙(4.1),中间隔玻璃棉,底部及顶端也铺以玻璃棉。
- 7——供氧活塞。
- 8——玻璃磨口塞。
- 9——管式炉:高温区要超过 150 mm,也可用高频加热装置。
- 10——可控硅控制器或调压器:调节管式炉的温度。
- 11——球形管:内装玻璃棉或脱脂棉,用以阻留气流所带出的固体物。
- 12——除硫管:直径为 10 mm~15 mm,长为 100 mm 的玻璃管,内装 4 g 粒状二氧化锰(或粒状钒酸银),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料(0.2% 以上),应增加除硫剂量,或再增加一个除硫管。
- 13——定碳仪部件及装置(或见定碳仪说明书)。
 - a 冷凝管。用以冷却燃烧管中所流出的混合气体。
 - b 量气管。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,当量器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。
 - c 水准瓶。内盛含有甲基橙的酸性水(4.6),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。
 - d 吸收器。内盛氢氧化钾吸收液(4.8)。
 - e 小活塞。可以接通冷凝管(a)和量气管(b)亦可分别使(a)或(b)通大气。
 - f 三通活塞。使量气管分别与冷凝管(a)或吸收器(d)相通。
- 14——燃烧管,长 600 mm,内径为 20 mm 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 175 mm,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)。
- 15——瓷舟:长为 88 mm 或 97 mm,使用前应在测定温度通氧灼烧,直至碳完全烧尽。

图 1 燃烧与测定装置示意图

- 5.1.2 新连接定碳装置或更换水准瓶所盛溶液、球形管中的玻璃棉、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。
- 5.1.3 定碳仪应装置在室温较正常的地方(距离高温炉约 300 mm~500 mm),避免阳光直接照射。量气管(b)应保持清洁,有水滴附着量气管内壁时,应用重铬酸钾洗液洗涤。

5.2 长钩

低碳镍铬丝或耐热低合金钢丝制成,用于推入或拉出瓷舟。

6 取样和制样

6.1 实验室试样

按照 GB/T 10322.1 进行取样和制样,试样粒度应小于 100 μm ,如试样中化合水或易氧化物含量较高时,其粒度应小于 160 μm 。

注:化合水和易氧化物含量高的规定见 GB/T 6730.1。

6.2 预干燥试样

充分混匀实验室试样,按 GB/T 6730.1 的规定,在 105 $^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ 温度下干燥试样,于干燥器中冷却至室温备用。

7 分析步骤

警示——对燃烧分析来说,危险主要来自于预先灼烧磁舟和熔融时的烧伤。分析中无论何时取用磁舟都必须使用镊子并用适当的容器盛放。操作盛氧钢瓶必须有正规的预防措施。由于狭窄空间中存在高浓度氧时有引发火灾的危险,必须将燃烧过程的氧有效地进行排出。

7.1 测定次数

对同一预干燥试料,至少独立测定两次。

注:“独立”是指再次及后续任何一次测定结果不受前面测定结果的影响。本分析方法中,此条件意味着同一操作者在不同的时间或不同操作者进行重复测定,包括采用适当的再校准。

7.2 试料量

按表 1 称取试料,精确至 0.000 1 g。将试料置于瓷舟内,覆以 0.5 g~1 g 助熔剂(4.3)。

表 1 试料量

碳含量(质量分数)/%	试料量/g
0.10~0.50	2.00~1.00
>0.50~2.00	1.00~0.50
>2.00~4.00	0.50~0.20
>4.00~8.00	0.20~0.10
>8.00~10.00	0.10

7.3 空白试验及验证试验

7.3.1 空白试验

吸收器及水准瓶内溶液与待测混合气体的温度,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。由于室温变化和分析中引起了冷凝管内水温的变化,因此在测量试料过程中须经常测定空白值,并从结果中扣除。

7.3.2 验证试验

试料分析前进行同类型标准样品的验证试验。



7.4 测定

7.4.1 装上燃烧管,接通电源,将炉温升至 1 200 ℃~1 300 ℃。通入氧气,检查整个管路、活塞是否漏气。调节并保持仪器装置处于正常的工作状态。

7.4.2 启开玻璃磨口塞(见图 1 中 8),将瓷舟放入瓷管内,用长钩(5.2)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)。并从记录中扣除所有的空白试验值。

7.4.3 启开玻璃磨口塞,用长钩将瓷舟拉出。检查观察试料是否燃烧完全,如融渣不平,断面有气孔,表面燃烧不完全,须重新进行分析。

8 结果的计算

8.1 碳含量的计算

8.1.1 当标尺的刻度是体积(mL)时,按式(1)计算试样中碳含量(质量分数) w_C ,其数值以百分数表示:

$$w_C = \frac{A \times V \times f}{m} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

A ——温度 16 ℃,气压 1 013 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 值为 0.000 500 0 g;用氯化钠酸性溶液作封闭液时 A 值为 0.000 502 2 g;

V ——吸收前与吸收后气体的体积差,即二氧化碳体积,单位为毫升(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/T 223.69—2008 的附录 A 和附录 B);

m ——试料量,单位为克(g)。

8.1.2 采用水银气压计,气压值按式(2)校正:

$$p = p'(1 - 0.000 163t - 0.002 6\cos 2\varphi - 0.000 000 2H) \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中:

p ——校正后的气压值,单位为毫帕(mPa);

p' ——水银气压计测得的气压值,单位为毫帕(mPa);

t ——水银气压计所在处温度,单位为摄氏度(℃);

φ ——水银气压计所在处纬度,单位为度(°);

H ——水银气压计所在处海拔高度,单位为米(m)。

8.1.3 当标尺的刻度是碳量(例如有的定碳仪把 25 mL 体积刻成碳量为 1.250%,有的定碳仪把 30 mL 体积刻成碳量为 1.500%)时,按式(3)计算试样中碳含量(质量分数) w_C ,其数值以百分数表示:

$$w_c = \frac{A \times x \times 20 \times f}{m} \times 100\% \dots\dots\dots (3)$$

式中：
x —— 标尺读数(含碳量)，%；
20 —— 标尺读数(含碳量)换算成二氧化碳体积(mL)的系数(既 25/1.250 或 30/1.500)。

8.2 分析结果的处理

8.2.1 允许差

分析试样的允许差见表 2。

表 2 允许差

碳含量(质量分数)/%	试样允许差/%
0.10~0.20	0.04
>0.20~0.50	0.06
>0.50~1.00	0.08
>1.00~2.00	0.10
>2.00~5.00	0.20
>5.00~10.00	0.30

8.2.2 分析结果的确定

根据附录 A 的程序,按公式计算独立重复测量结果,并与允许差进行比较,来确定分析结果。

8.2.3 最终结果的计算

试样的有效分析值的算术平均值为最终分析结果,并按 GB/T 8170 数字修约规则的规定修约至小数点第二位。

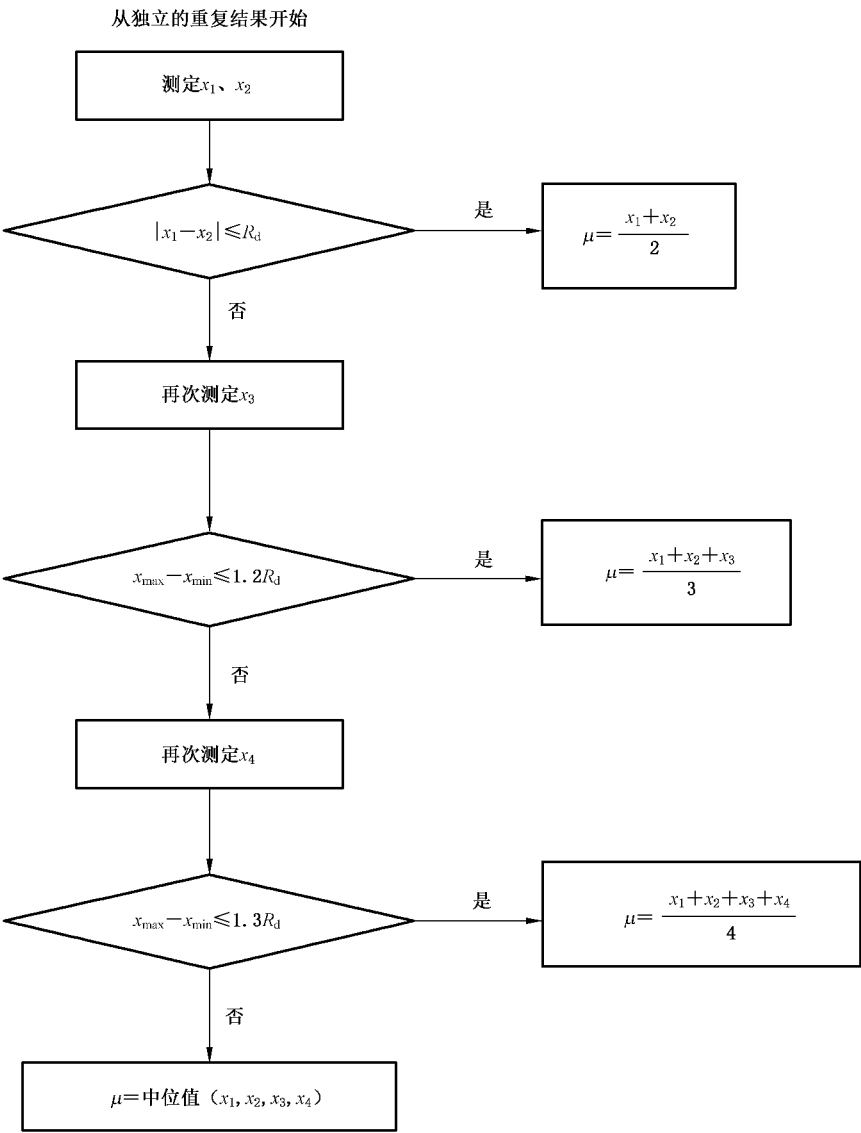
9 试验报告

试验报告应包括下列信息：

- a) 测试实验室名称和地址；
- b) 试验报告发布日期；
- c) 本部分的编号；
- d) 试样本身必要的详细说明；
- e) 分析结果；
- f) 测定过程中存在的任何异常特性和本部分中没有规定的可能对试样或标准样品的分析结果产生影响的任何操作。

附录 A
(规范性附录)
试样分析值接收程序流程图

图 A.1 规定了试样分析值接收程序。



注： R_d 为试样允许差。

图 A.1 试样分析值接收程序流程图