

ICS 73.080
D 50
备案号：59442-2018

DB63

青海省地方标准

DB 63/T 1643—2018

含碳酸盐石墨矿中固定碳含量的测定 酸溶分离差减重量法

2018 - 03 - 22 发布

2018 - 06 - 22 实施

青海省质量技术监督局 发布

含碳酸盐石墨矿中固定碳含量的测定 酸溶分离差减重量法

1 范围

本标准规定了含碳酸盐石墨矿中重量法测定固定碳含量的试验方法。

本标准适用于含碳酸盐石墨矿中固定碳含量大于0.40%以上的测定，不含碳酸盐石墨矿中固定碳含量的测定也可参考使用。

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，仅所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 6682 分析实验用水规格和试验方法

GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

GB/T 14505 岩石和矿石化学分析方法总则及一般规定

3 原理

固定碳不溶于稀酸溶液，试样经酸处理后其碳酸盐类矿物成分及其它酸溶物被分解，固定碳以酸不溶物的形式与之分离。过滤后在450℃温度下灰化除去滤纸和酸不溶物中的有机碳，再在950℃温度下将固定碳充分燃烧，其质量损失即为固定碳的含量。

4 仪器设备

4.1 分析天平：感量0.1mg。

4.2 高温电炉：量程为0℃~1000℃，在450℃温度点准确控温（450℃±10℃）。

4.3 瓷坩埚：10ml。

5 试剂及材料

5.1 分析中除另有说明外，仅使用符合国家标准和分析纯试剂和符合GB/T 6682规定的三级以上分析实验室用水。

5.2 盐酸（ ρ 1.19g/ml）；

5.3 硝酸（ ρ 1.42g/ml）；

5.4 滤纸：202型（中速定量滤纸），直径125mm。

5.5 硝酸银（10g/L）：称取1g硝酸银溶于水中，加入2.5ml硝酸（5.3），用水稀释至100ml，摇匀后贮存于棕色瓶中。

6 试样的制备

- 6.1 试样按照 GB/T 14505 规定制备，加工至粒度小于 0.097 mm。
- 6.2 试样分析前在 105 ℃~110 ℃干燥 2 h~4 h 后，置于干燥器中，冷却至室温。

7 分析步骤

7.1 样品的酸处理

称取0.5 g试样（精确至0.1 mg），置于250 ml烧杯中，加入50 ml水，7 ml盐酸（5.2）和3 ml硝酸（5.3）。盖上表面皿，在电热板上加热至微沸，保温30 min后取下。稍冷，用中速定量滤纸（5.4）过滤，水洗沉淀及滤纸至无氯离子[用硝酸银（5.5）检查：用试管承接少量最后一次洗涤的滤液后滴加硝酸银溶液，若无白色沉淀产生则沉淀已被清洗干净。

7.2 分离有机碳

将沉淀连同滤纸放入已恒重好的瓷坩埚内，放入高温电炉。微开炉门从室温升至450 ℃±10 ℃，勿起明火，待烟冒尽后关闭炉门保温3 h。灰化完全后（若灰化不完全，则可延长保温时间直至灰化完全，但保温时间最长不超过6 h），取出，稍冷，放入干燥器中冷却至室温，称重。

7.3 灼烧固定碳

试样放回高温炉中继续升温至950 ℃±10 ℃，灼烧2h，取出冷却，放入干燥器中冷却至室温，称重。再在同一温度下反复灼烧，直至恒重。

7.4 平行试验和空白试验

样品分析的同时进行平行样品重复分析试验和空白试验。重复分析数量不低于每批次样品数量的20%，每次试验至少进行两次空白样品分析。

8 试验数据处理

按式（1）计算固定碳含量，计算结果以质量分数 $\omega(C_{GD})$ 计，数值以%表示：

$$\omega(C_{GD}) = \frac{m_1 - m_2}{m} \times 100\% \dots\dots\dots (1)$$

式中：

- m_1 — 450 ℃±10 ℃灰化完全后坩埚及沉淀的质量，单位为克（g）；
- m_2 — 950 ℃±10 ℃灼烧恒重后坩埚及沉淀的质量，单位为克（g）；
- m — 称取试样的质量，单位为克（g）。

分析结果按GB/T 8170修约，保留至小数点后的第二位。样品分析结果应扣除同次空白试验分析结果。

9 精密度

本标准方法的重复性限为0.25 %；再现性限为0.37 %。重复性限和再现性限均为绝对偏差，以质量分数（%）表示。

在重复性条件下,采用本标准方法分析同一样品时,两次分析结果之差应在重复分析限以内。如超出重复性限,应在短时间内进行第三次测定,测定结果与前两次或任一次分析结果之差值符合重复性限得规定时,取其平均值,否则,应查找原因,重新按照上述规定分析。

在再现性条件下,采用本标准方法对同一样品各自进行分析时,所得分析结果的平均值之差应在再现性限内。
