

中华人民共和国国家标准

锰矿石化学分析方法 二氧化碳量的测定

GB/T 14949.11—94

Manganese ores—Determination of carbon dioxide content

本标准等效采用 ISO 314—1981《锰矿石二氧化碳量的测定——重量法》。

1 主题内容与适用范围

本标准规定了用重量法测定二氧化碳量。

本标准适用于锰矿石中二氧化碳量的测定。测定范围：0.10%~18.00%。

2 方法提要

用磷酸分解试料，氧气为载气，以碱石棉吸收二氧化碳，重量法测定。

3 试剂

3.1 氧化铬。

3.2 无水硫酸铜：将结晶硫酸铜($\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$)于 180~200℃烘 3 h 以上制得。

3.3 无水高氯酸镁：装入吸收管前应在 120~150℃烘干。

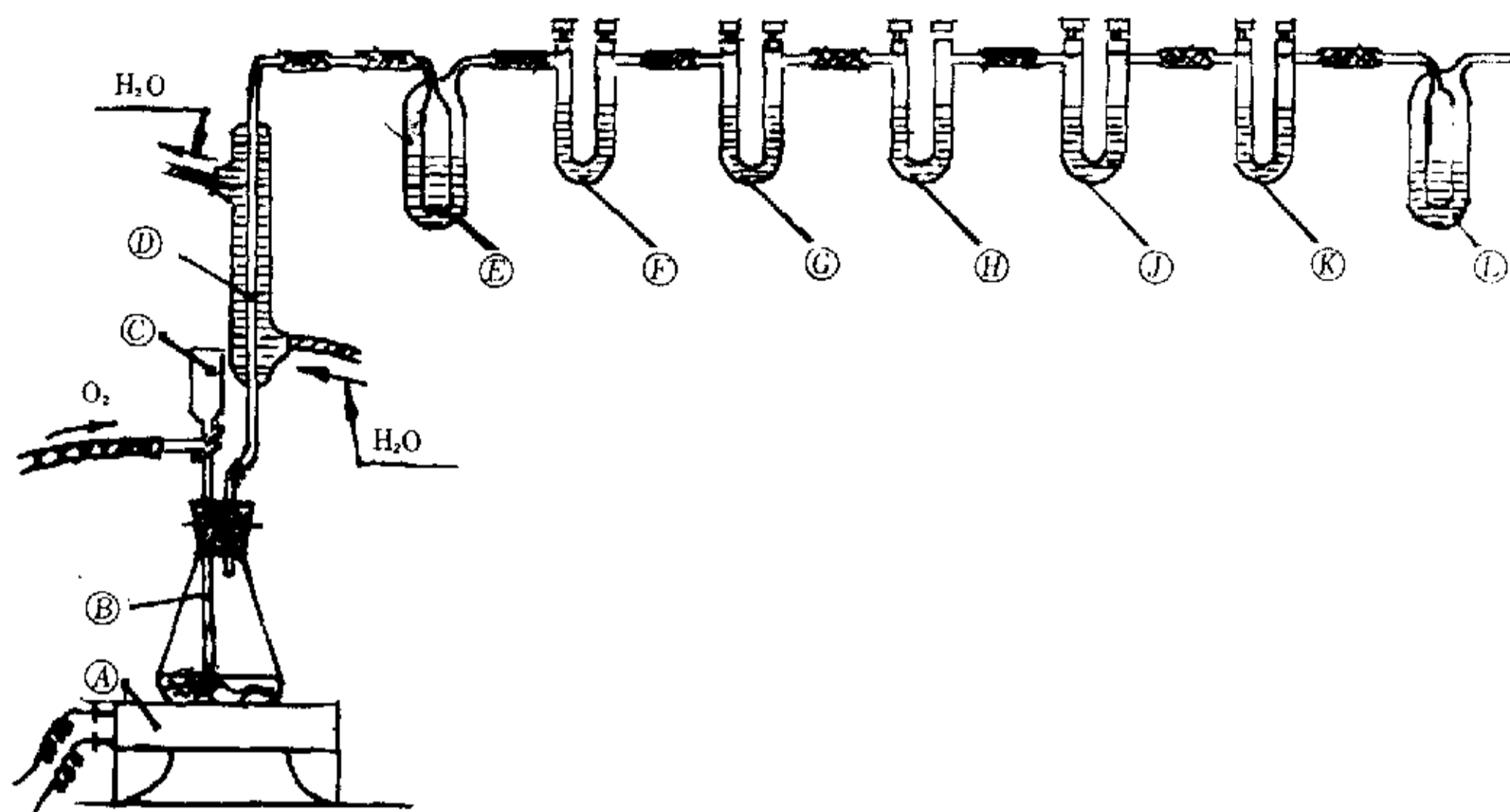
3.4 碱石棉。

3.5 硫酸(ρ 1.84 g/mL)。

3.6 磷酸(ρ 1.70 g/mL)。

4 仪器及其装置

分析装置见图。



A 电热板(带有调压器); B 150 mL 锥形瓶; C 三通滴瓶漏斗; D 冷凝器(直管式, 水冷部分长 260 mm); E、L—干燥管 内盛硫酸(3.5), 硫酸液面处于进气孔上方约 1 cm 处; F 吸收管 内装氧化铬(3.1); G 吸收管内装无水硫酸铜; H—吸收管 内装无水高氯酸镁; J、K—吸收管内装 3/4 碱石棉(3.4)和 1/4 无水高氯酸镁(3.3)(每个吸收管重量不超过 40 g)

注: 全部 U 形管内试剂上面充填少量玻璃棉。

5 试样

试样应通过 0.100 mm 筛网, 并在实验室条件下风干。

6 分析步骤

6.1 试料量

按表 1 称取试料量, 精确至 0.000 1 g, 置于烘干的锥形瓶中。

表 1

二氧化碳量, %	0.1~0.5	0.5~5	5~18
试料量, g	4~2	2~0.5	0.5~0.15

在测定同时称取试样, 测定湿存水的质量百分数(A)。计算二氧化碳量结果时, 应将所得结果(质量百分数)乘以换算系数 K, 即为完全干燥试样中所测定二氧化碳量的质量百分数。

$$\text{换算系数 } K = \frac{100}{100 - A}$$

6.2 空白试验

随同试料做空白试验。

6.3 测定

6.3.1 按图接好装置。接通冷却水(D)。通入氧气检查整个系统的密封性, 确信不漏气时, 调节氧气流速使系统出口端干燥管(L)中的气泡可数。

每隔 10 min, 断开并称量吸收管(J)和(K)直至恒重。停止通氧。取下无试料的锥形瓶(B)。将恒重的吸收管接入系统中。

6.3.2 将盛试料的锥形瓶(B)加入 1~2 mL 水后接入系统中, 旋开气路活塞。立即从加酸滴瓶漏斗