中华人民共和国有色金属行业标准

行业标准

YS

YS/T 575.21-20XX

代替YS/T575.21-2007

铝土矿化学分析方法

第21部分：有机碳含量的测定

Methods for chemical analysis of bauxite-

Part21: Determination of organic carbon content

（送审稿）

××××-××-××发布

××××-××-××实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布

YS/T 575.21—201X

前 言

YS/T 575《铝土矿石化学分析方法》共有25部分：

一一第1部分：氧化铝含量的测定 EDTA滴定法；

一一第2部分：二氧化硅含量的测定 重量-钼蓝光度法；

一一第3部分：二氧化硅含量的测定 钼蓝光度法；

一一第4部分：三氧化二铁含量的测定 重铬酸钾滴定法；

一一第5部分: 三氧化二铁含量的测定 邻二氮杂菲光度法；

一一第6部分：二氧化钛含量的测定 二安替吡啉甲烷光度法；

一一第7部分：氧化钙含量的测定 火焰原子吸收光谱法；

一一第8部分：氧化镁含量的测定 火焰原子吸收光谱法；

一一第9部分：氧化钾、氧化钠含量的测定 火焰原子吸收光谱法；

一一第10部分：氧化锰含量的测定 火焰原子吸收光谱法；

一一第11部分：三氧化二铬含量的测定 火焰原子吸收光谱法；

一一第12部分：五氧化二钒含量的测定 苯甲酰苯胲光度法；

一一第13部分：锌含量的测定 火焰原子吸收光谱法；

一一第14部分：稀土氧化物总量的测定 三溴偶氮胂光度法；

一一第15部分：三氧化二镓含量的测定 罗丹明B萃取光度法；

一一第16部分：五氧化二磷含量的测定 钼蓝光度法；

一一第17部分：硫含量的测定 燃烧-碘量法；

一一第18部分：总碳含量的测定 燃烧-非水滴定法；

一一第19部分：烧失量的测定 重量法；

一一第20部分：预先干燥试样的制备；

一一第21部分：有机碳含量的测定 ；

一一第22部分：分析样品中湿存水含量的测定 重量法；

一一第23部分：X射线荧光光谱法测定元素含量；

一一第24部分：碳和硫含量的测定 红外吸收法；

一一第25部分：硫含量的测定 库伦滴定法

本部分为YS/T 575第21部分。

本部分按照GB/T 1.1-2009给出的规则起草。

本部分代替YS/T 575.21-2007《铝土矿石化学分析方法 有机碳含量的测定 滴定法》。本部分与YS/T 575.21-2007相比，除编辑性修改外，主要技术变化如下：

—增加了对试剂纯度和试验用水的规定（见2.2）；

—修改了草酸钠标准溶液配制的表述（见2.2.4,2007版的3.4）；

—修改了标准滴定溶液的表述（见2.2.6,2007版的3.6）；

—修改了试验步骤的表述（见2.5,2007版的6）；

—修改了计算公式的表述（见2.6,2007版的7）；

—修改了重复性限（见2.7.1,2007版的8.1）；

—增加了方法二：总有机碳测定仪法（见第3章）;

—增加了对仲裁方法的规定（见第3章）。

本部分由全国有色金属标准化技术委员会（SAC/TC 243）提出并归口。

本部分主要起草单位：中铝山东有限公司、中国铝业郑州有色金属研究院有限公司、中国铝业矿业有限公司。

本部分主要起草人：

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

—YS/T 575.21-2006（原GA/T 3257.23-1999）、YS/T575.21-2007

YS/T 575.21—20XX

铝土矿化学分析方法

第21部分：有机碳含量测定

1 范围

本部分规定了铝土矿中有机碳含量的测定方法。

本部分适用于铝土矿中有机碳含量的测定，测定范围：0.01%～1.00%。

2 方法一：滴定法

2.1方法提要

试样用磷酸煮沸分解碳酸盐后，以硫酸银做催化剂，用过硫酸钾将有机物中的碳氧化为二氧化碳，然后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。

2.2试剂或材料

除非另有说明，在分析中仅适用确认为分析纯的试剂和蒸馏水或去离子水或相当纯度的水。

2.2.1 硫酸银.

2.2.2 磷酸（1+1）。

2.2.3 过硫酸钾饱和水溶液。

2.2.4 草酸钠标准溶液：称取0.2000g预先在105℃±2℃烘干过的草酸钠（基准物质），用水溶解后，移入200mL容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀。此溶液1mL含1mg草酸钠。

2.2.5乙醇-乙醇胺吸收溶液：将900mL无水乙醇与100mL乙醇胺混匀，加0.1g百里酚酞混匀。

2.2.6 乙醇-乙醇胺-氢氧化钾标准滴定溶液

2.2.6.1 配制：将1.3g氢氧化钾溶于900mL无水乙醇中，放置一天，滤出不溶物，加100mL乙醇胺和0.1g百里酚酞指示剂，混匀。

2.2.6.2 标定：移取10.00mL草酸钠标准溶液（2.2.4）于三口烧瓶中，以下同2.6.3～2.6.4操作，记下消耗滴定溶液（2.2.6）的体积（mL）。

 按公式（1）计算乙醇-乙醇胺-氢氧化钾标准滴定溶液的实际相对滴定质量浓度：

 $C=\frac{m×0.1791}{V}$ ……………………………… (1)

 式中：

 *C*------标准滴定溶液相对滴定质量浓度，单位为克每毫升 （g/mL）；

 *V*------滴定所消耗的乙醇-乙醇胺-氢氧化钾标准滴定溶液体积，单位为毫升（mL）；

*m*------所用草酸钠的质量，单位为克（g）；

0.1791------草酸钠对碳的换算系数。

YS/T 575.21—20XX

2.3 测定装置



2.4 试样

将试样用研钵研磨通过孔径74μm筛，研好的试样置于110℃±5℃的烘箱中烘干2h,至于干燥器中，冷却至室温备用。

2.5 分析步骤

2.5.1 试料

按表1称取试样，精确至0.0001g。

表2 试料量

|  |  |
| --- | --- |
| 有机碳的质量分数/% | 试料/g |
| ≤0.03 | 5.0000 |
| ＞0.03～0.08 | 2.0000 |
| ＞0.08～0.15 | 1.0000 |
| ＞0.15～0.50 | 0.5000 |
| ＞0.50 | 0.2000 |

2.5.2 平行试验

 平行做两份试验，取其平均值。

2.5.3 空白试验

随同试料做空白试验。

2.5.4 测定

2.5.4.1 按测定装置图1连接，向吸收杯和参比杯中各加入乙醇-乙醇胺吸收液（2.2.5），

使溶液的液面高处杯内筛板2cm～4cm。通气（控制流量约0.3L/min），用乙醇-乙醇胺-氢氧

化钾标准滴定溶液（2.2.6）滴至溶液呈稳定的蓝色（吸收杯与参比杯颜色一致），停止通气。

YS/T 575.21—20XX

2.5.4.2 将试料（2.5.1）置于三口烧瓶中，以水湿润，加入0.2g硫酸银（2.2.1）。移取20mL磷酸（2.2.2），按图1连接测定装置，接通冷凝器中的水，通气（控制流量约0.3L/min），，加热烧瓶至溶液沸腾并回流10min，停止加热后继续通气15min。

2.5.4.3 若吸收杯中溶液颜色变浅，则用乙醇-乙醇胺-氢氧化钾标准滴定溶液（2.2.6）滴至与参比杯颜色一致。

2.5.4.4 移取20mL过硫酸钾饱和水溶液（2.2.3）于分液漏斗中，加热三口烧瓶至溶液沸腾20min，在此20min内，以每次加入2mL～3mL硫酸银（2.2.1）于三口烧瓶中，停止加热后继续通气20min。以下同2.5.4.3操作，记下消耗滴定溶液（2.2.6）的体积（mL）。

2.6 分析结果的计算

 有机碳含量以碳的质量分数ω（有机碳）计 ，按式（2）计算：

 $ω\left（有机碳\right）=\frac{C∙\left（V\_{1}-V\_{0}\right）}{m}×100$ ………………………… (2)

式中：

 *C*-----标准滴定溶液相对滴定质量浓度，单位为克每毫升 （g/mL）；

 *V1*-----试样所消耗标准滴定溶液的体积，单位为毫升（mL）；

*V0*-----空白所消耗标准滴定溶液的体积，单位为毫升（mL）；

*m* -----试样的质量，单位为克（g）。

计算结果保留2位有效数字。

2.7 精密度

2.7.1 重复性

在重复性条件下获得的两次独立测试结果的测定值，在以下给出的平均值范围内，这两个测试结果的绝对差值不超过重复性限（r），超过重复性限（r）的情况不超过5%，重复性限（r）按表2数据采用线性内插法或外延法求得:

表2 重复性限

|  |  |
| --- | --- |
| 质量分数/% | 重复性限r/% |
| 0.0277 | 0.0027 |
| 0.0629 | 0.0060 |
| 0.210 | 0.029 |

2.7.2 允许差

实验室间分析结果的差值应不大于表3所列允许差，

表3 允许差

|  |  |
| --- | --- |
| 质量分数/% | 允许差/ % |
| ≤0.05 | 0.02 |
| ＞0.05～0.10 | 0.03 |
| ＞0.10～0.20 | 0.05 |
| ＞0.20～0.50 | 0.08 |
| ＞0.50～1.00 | 0.10 |

YS/T 575.21—20XX

3 方法二：总有机碳测定仪法

3.1 方法提要

样品中的总碳以两种形式存在，有机碳和无机碳。样品在高温和催化剂作用下充分燃烧氧化，其中的总碳转化为CO2，而样品中的无机碳则与酸在一定温度下反应，转化为CO2，载气将样品燃烧产物CO2带至非色散红外气体检测器NDIR中，检测CO2。NDIR输出的模拟检测信号将形成一个峰，而峰面积与样品中的总浓度成正比。然后进行数理分析即可得分别到总碳和无机碳，二者之差即为有机碳含量。

3.2 试剂

除非另有说明，在分析中仅适用确认为分析纯的试剂和蒸馏水或去离子水或相当纯度的水。

3.2.1 葡萄糖：优级纯。

3.2.2 碳酸钠：优级纯。

3.2.3 碳酸氢钠：优级纯。

3.2.4 磷酸（1+3））。

3.3 仪器与设备

3.3.1 总有机碳测定仪。

3.3.2 样品舟：35mm×10mm.

3.3.3 高温炉：控温900℃。

3.4 试样

将试样用研钵研磨通过孔径74μm筛，研好的试样置于110℃±5℃的烘箱中烘干2h,至于干燥器中，冷却至室温备用。

3.5 分析步骤

3.5.1 试料

称取两份0.4g试样（6），精确至0.0001g。

3.5.2 平行试验

平行做两份试验，取其平均值。

3.5.3 空白试验

 随同试料做空白试验。

3.5.4 测定

3.5.4.1调试总有机碳测定仪（3.3.1），选择好总碳、无机碳燃烧管温度及载气流量，仪器通电预热，至仪器背景上的基线趋于稳定。

3.5.4.2 将样品舟放入900℃高温炉（3.3.3）内灼烧1h，取出放入干燥器内，冷却至室温。

3.5.4.3将试料（3.5.1）放入样品舟（3.3.2），备用。

3.5.4.4于总有机碳测定仪上，将其中一份样品舟（3.5.4.3）放入总碳燃烧管，测定记录仪上出现相应的吸收峰峰面积。

3.5.4.5 另一份样品舟（3.5.4.3）放入无机碳反应管，加入1mL磷酸（3.2.4），推入高温处，测定记录仪上出现相应的吸收峰峰面积。

3.5.4.6仪器根据标准工作曲线，自动进行数据处理，计算并输出有机碳含量。

YS/T 575.21—20XX

3.5.5 工作曲线的绘制

3.5.5.1称取0.00mg、12.51 mg、25.02 mg、37.53 mg、50.04 mg葡萄糖（3.2.1），置于一组样品舟（3.5.4.2）内，以下按3.5.4.4进行。

3.5.5.2 称取0.00mg、22.08 mg、44.16 mg、66.24 mg、88.32 mg碳酸钠（3.2.2）和0.00mg、17.50 mg、35.00 mg、52.50 mg、70.01 mg碳酸氢钠（3.2.3）置于一组样品舟（3.5.4.2）内，以下按3.5.4.5进行。

3.5.5.3 减去空白的峰面积，以碳含量为横坐标，峰面积为纵坐标绘制工作曲线。

3.6 分析结果的计算

有机碳含量以碳的质量分数ω（有机碳）计 ，按式（3）计算：

 $ω\left（有机碳\right）=\frac{m\_{2}-m\_{0}}{m\_{0}×1000}×100$ ………………………… (3)

式中：

 *m2*-----自工作曲线上查得的碳质量，单位为毫克（mg）；

 *m1*-----自工作曲线上查得的空白碳质量，单位为毫克（mg）；

*m0*-----试样的质量，单位为克（g）。

3.7 精密度

3.7.1 重复性

在重复性条件下获得的两次独立测试结果的测定值，在以下给出的平均值范围内，这两个测试结果的绝对差值不超过重复性限（r），超过重复性限（r）的情况不超过5%，重复性限（r）按表2数据采用线性内插法或外延法求得:

表4 重复性限

|  |  |
| --- | --- |
| 质量分数/% | 重复性限r/% |
| 0.0463 | 0.0056 |
| 0.251 | 0.0137 |
| 0.702 | 0.025 |

3.7.2 允许差

实验室之间分析结果的差值应不大于表2所列允许差。

表2允许差

|  |  |
| --- | --- |
| 质量分数/% | 允许差/ % |
| ≤0.10 | 0.01 |
| ＞0.10～0.50 | 0.02 |
| ＞0. 50～1.00 | 0.03 |

3.8 方法说明

本方法为仲裁分析方法。

4 质量保证和控制

YS/T 575.21—20XX

应用标准样品（葡萄糖）或内部控制样品，每月至少对本部分的有效性校核一次。当失效时应找出原因， 纠正后重新进行校核。

11 试验报告

试验报告至少应给出以下几个方面的内容：

--- 试样；

--- 本部分编号；

--- 所使用的方法；

--- 分析结果及其表示；

--- 与基本分析步骤的差异；

--- 测定中观察到的异常现象；

--- 试验日期。