

中华人民共和国国家标准

GB/T 45126-2025

钢渣碳酸化固定二氧化碳 含量的测定方法

Determination of carbon dioxide content of steel slag during carbonation fixation

2025-01-24 发布 2025-08-01 实施

前 言

本文件按照 GB/T 1.1—2020《标准化工作导则 第 1 部分:标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由中国钢铁工业协会提出。

本文件由全国钢标准化技术委员会(SAC/TC 183)归口。

本文件起草单位:中冶建筑研究总院有限公司、中冶节能环保有限责任公司、甘肃酒钢集团宏兴钢铁股份有限公司、苏州仕净科技股份有限公司、中冶南方都市环保工程技术股份有限公司、中冶长天国际工程有限责任公司、江苏省镔鑫钢铁集团有限公司、华北水利水电大学、山西太钢不锈钢股份有限公司、钢铁研究总院有限公司、山东大学、广西盛隆冶金有限公司、山东泰山钢铁集团有限公司、迁安金隅首钢环保科技有限公司、冶金工业信息标准研究院、四川省达州钢铁集团有限责任公司、凌源钢铁股份有限公司、天津城建大学、湖北金盛兰冶金科技有限公司、宝武环科武汉金属资源有限责任公司、大恒集团有限公司、中冶重工(唐山)有限公司、北京科技大学、青岛理工大学、东南大学、西安建筑科技大学、山东钢铁集团永锋临港有限公司、融矿环保科技(上海)有限公司、西峡县恒基冶材有限公司、舞阳钢铁有限责任公司、燕山大学、北京建龙重工集团有限公司、河钢大河能源环境科技有限公司、北京建研博赫科技有限公司、内蒙古华宜卓材料技术有限公司。

本文件主要起草人:岳昌盛、彭彝、夏春、仇金辉、蒋心泰、王海涛、董仕宏、邵雁、朱青德、向浩、叶恒棣、卢光华、安登飞、闾文、刘长波、张磊、邱桂博、王姜维、吕存根、荣辉、杨燕、许晓明、林滔、陈淑云、常景彩、杨本涛、严亮、王敏欣、芮义斌、陈剑、张若鹏、刘涛、刘晓刚、黄玉鸿、魏进超、钱春香、康建刚、朱立雷、张梅、刘明、唐春、贾文军、王鹏刚、吴跃东、史志强、徐飞、周军、苏伟、邢奕、李会军、王念、张旭、赵庆新、孙玉平、王冠、李云云、王金业、吴雷、胡高飞、顾海刚、林路、仪桂兰、田云霞、李仕彬、高华东、李毅仁、田京雷、杨宝仓、周扬、于经尧、于洋、李佳洁、陈璐、王强、张庆建。



钢渣碳酸化固定二氧化碳 含量的测定方法

警示——使用本文件的人员应具有正规实验室工作实践经验。本文件未指出所有可能的安全问题,使用者有责任采取适当的安全和健康措施,并保证符合国家有关法规规定的条件。

1 范围

本文件规定了红外线吸收法测定钢渣中碳酸化固定二氧化碳含量的测定方法。 本文件适用于转炉钢渣和电炉钢渣碳酸化固定二氧化碳含量的测定,测定范围为 0.2%~30.0%。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中,注日期的引用文件,仅该日期对应的版本适用于本文件;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 2007.2 散装矿产品取样、制样通则 手工制样方法
- GB/T 6379.1 测量方法与结果的准确度(正确度与精密度) 第1部分:总则与定义
- GB/T 6379.2 测量方法与结果的准确度(正确度与精密度) 第2部分:确定标准测量方法重复性与再现性的基本方法
 - GB/T 6682 分析实验室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
 - YB/T 804 钢铁渣及处理利用术语

3 术语和定义

YB/T 804 界定的以及下列术语和定义适用于本文件。

3.1

钢渣碳酸化 carbonation of steel slag

钢渣中的矿物成分与二氧化碳反应生成碳酸盐,实现固定二氧化碳的过程。

4 原理

试料于高频感应炉的氧气流中加热燃烧,生成的二氧化碳由氧气载至红外线分析器的测量室,二氧化碳吸收某特定波长的红外能,其吸收能与其浓度成正比,根据检测器吸收能量变化可测得总碳的质量分数;试料经盐酸分解,氟化钠(氢氟酸)助溶,残渣于酸洗石棉上经酸洗、水洗、烘干后,用红外线吸收法测定试料中游离碳的质量分数。总碳和游离碳的质量分数的差值即为固定碳的质量分数,再由此计算得到试料固定二氧化碳的质量分数。

1

5 试剂和材料

除另有规定外,本文件所用试剂的级别为分析纯,所用水应符合 GB/T 6682 中二级及以上级别水或其纯度相当的水。

- 5.1 氧气:纯度大于99.5%。
- 5.2 动力气源:氮气、氩气或压缩空气,其杂质(水和油)含量小于0.5%。
- 5.3 钨粒:碳含量(质量分数)小于 0.001%,粒度为 0.4 mm~0.8 mm。
- 5.4 锡粒:碳含量(质量分数)小于 0.001%,粒度为 0.4 mm~0.8 mm。
- 5.5 混合助熔剂:钨粒和锡粒按8+1混合。
- 5.6 纯铁助熔剂:碳含量(质量分数)小于 0.001%,屑状。
- 5.7 盐酸:1+1。
- 5.8 盐酸:5+95。
- 5.9 氟化钠。
- 5.10 氢氟酸: $\rho = 1.15 \text{ g/mL}$ 。
- 5.11 酸洗石棉:使用前在 1 000 ℃的马弗炉灼烧 4 h 后贮存在干燥器中备用。
- 5.12 硝酸银溶液:10 g/L。
- 5.13 高氯酸镁:无水,粒度为 0.7 mm~1.2 mm。
- 5.14 烧碱石棉:粒状。

6 仪器和设备

- 6.1 红外线吸收定碳仪或高频红外碳硫仪,仪器灵敏度为 1×10⁻⁶,应包括以下部分。
 - a) 洗气瓶:内装烧碱石棉(5.14)。
 - b) 干燥管:内装高氯酸镁(5.13)。
- 6.2 气源应包括以下部分。
 - a) 载气系统:包括氧气容器、两级压力调节器以及能够提供合适压力和额定流量的时序控制 部分。
 - b) 动力气源系统:包括动力气、两级压力调节器以及能够提供合适压力和额定流量的时序控制 部分。
- 6.3 高频感应炉应满足试样熔融温度的要求。
- 6.4 控制系统应包括中央处理机、存储器、键盘输入设备、信息中心显示屏及分析结果打印机等,应具有装卸坩埚和炉台升降、清扫、分析条件选择装置、分析过程的监控和报警中断,分析数据的采集、计算、校正及处理等控制功能。
- 6.5 测量系统,主要由天平(感量小于 1.0 mg)、红外线分析器及电子测量元件等组成。
- 6.6 布氏漏斗(20 mL)或玻璃漏斗(口径为 50 mm,加衬瓷滤片,直径约 22 mm)。
- 6.7 瓷坩埚:经 1 100 ℃灼烧 2 h,在马弗炉内自然冷却后置于干燥器中备用。
- 6.8 烘箱:能控温在 105 ℃,精度不低于 5 ℃。
- 6.9 马弗炉:最高使用温度 1 200 ℃。
- 6.10 天平:量程不小于 20 g,最小分度值不大于 0.000 1 g。
- 6.11 真空泵:抽气速率为 10 L/min。

2

7 样品制备

- 7.1 按 GB/T 2007.2 的规定制备试样。
- 7.2 试样应全部通过 0.074 mm 方孔筛。
- 7.3 试样分析前应在 105 ℃±5 ℃的烘箱(6.8)中干燥 2 h,取出置于干燥器中冷却至室温。

8 试验步骤

8.1 测定次数

按照附录 A,对同一试样,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,此条件意味着在同一实验室,由同一操作员使用相同的设备、按相同的测试方法,在短时间内对同一被测对象独立进行重复测定,包括采用适当的再校准。

8.2 试验准备

- 8.2.1 按仪器使用说明书调试检查仪器,使仪器处于正常稳定状态。
- 8.2.2 称取 0.500 g 含碳量为 0.050% (质量分数)左右的标准样品若干份,按 8.6.1 进行测定,其结果波动应在 $\pm 0.003\%$ 范围内。

8.3 空白试验

在预先盛有 1.0 g 纯铁助熔剂(5.6)的瓷坩埚(6.7)内覆盖 1.5 g 混合助熔剂(5.5),于同一量程或通道,用坩埚钳夹住瓷坩埚放到红外线吸收定碳仪或高频红外碳硫仪(6.1)的坩埚托上,按仪器说明书操作,开始测定。重复直至得到低而比较一致的读数,计算平均值,并参考仪器说明书,将平均值输入到分析仪中,则仪器在测定试样时进行空白值的电子补偿。

8.4 校正试验

- 8.4.1 根据待测试样的含碳量,选择红外线吸收定碳仪或高频红外碳硫仪(6.1)相应的量程或通道,并选择3个同类型有证标准样品(待测试样含碳量应落在所选3个标准样品含碳量的范围内)依次进行校正,测得结果的波动应在允许误差范围内,以确认系统的线性,否则应按仪器说明书调节系统的线性。
- 8.4.2 不同的量程或通道,应分别测其空白值并校正。
- 8.4.3 当分析条件变化时,应重新测定空白值并校正。

8.5 样品处理

- 8.5.1 将制备好的试样分为 A 和 B 两部分, A 部分按照 8.5.2 进行处理, B 部分按照 8.6.2 和 8.6.3 进行测定。
- 8.5.2 A 部分称取试样约 1.0 g,并记录试样质量,精确至 0.000 1 g。将试样置于 250 mL 烧杯中,加 40 mL 盐酸(5.7),约 0.2 g 氟化钠(5.9),盖上表面皿低温加热溶解,加热约 15 min 后,沿杯壁加入 50 mL 热水,煮沸 5 min ~6 min。趁热用已铺有酸洗石棉(5.11)的布氏漏斗或玻璃漏斗(6.6)用真空泵 (6.11)减压抽滤,先将上层的澄清液倾注于酸洗石棉层上,再将烧杯中的残渣用热的盐酸(5.8)以倾洗 法洗涤 5 次~6 次,最后将所有的残渣用水全部洗至酸洗石棉滤层上,用热水洗至中性。停止抽滤,取下漏斗,用玻璃棒将酸洗石棉层及残渣全部转移到预先盛有 1.0 g 纯铁助熔剂(5.6)的瓷坩埚(6.7)中 (附着于漏斗及烧杯壁上的残渣可用少许干净酸洗石棉以玻璃棒或镊子将其擦净并转移到瓷坩埚中)。

GB/T 45126-2025

将装有纯铁助熔剂和残渣的瓷坩埚置于 $105 \% \pm 5 \%$ 的烘箱(6.8)中干燥 4 h,取出,在干燥器中冷却至室温。随同试样做空白试验。

注 1: 高硅试样滴加 4 滴~6 滴氢氟酸(5.10),难溶试样在溶样时不断加水,保持溶液体积。

注 2: 用少量酸洗石棉铺平并在抽滤试样前用玻璃棒压实,厚度在 5 mm~7 mm。

注 3: 高碳试样适当控制水流,避免流速过大穿透滤纸,损失试样。

注 4: 用硝酸银溶液(5.12)检查烧杯中是否含有 Cl-,以确定残渣全部洗至酸洗石棉层中。

8.6 测定

- 8.6.1 将经过 8.5.2 处理后的装有纯铁助熔剂及残渣的瓷坩埚内覆盖 1.5 g 混合助熔剂(5.5),用坩埚钳夹住坩埚放到仪器的坩埚托上,升起坩埚托,按仪器说明书操作,开始分析并记录结果,8.5.2 中的空白试样也进行同样分析,扣除空白后的测定结果记为 w_1 。
- 8.6.2 将试样 B 部分根据试样中二氧化碳含量,按表 1 称样,精确至 0.000 1 g。

二氧化碳含量(质量分数)	称样量 g
0.2%~2.0%	0.30
>2.0%~30.0%	0.20

表 1 试样量

8.6.3 将试样均匀置于预先盛有 1.5 g~2.0 g 纯铁助熔剂(5.6)的瓷坩埚(6.7)内,再覆盖 1.5 g 混合助熔剂(5.5),用坩埚钳夹住瓷坩埚放到仪器的坩埚托上,升起坩埚托,按仪器说明书操作,开始分析并记录结果,结果记为 w_2 。

9 结果计算

钢渣碳酸化固定二氧化碳质量分数用公式(1)进行计算:

式中:

 ω_{CO} ——钢渣中碳酸化固定二氧化碳的质量分数,%;

44 ——二氧化碳的分子量;

12 ——碳的原子量;

 w_2 ——钢渣中总碳质量分数,%;

 w_1 ——钢渣中游离碳质量分数,%。

10 分析结果的处理

10.1 精密度

本文件的精密度数据是由 10 个实验室对 9 个不同水平的固定二氧化碳含量进行共同试验确定的,每个实验室对每个水平的元素按照 GB/T 6379.1 规定的重复性条件下独立测定 3 次,对各实验室给出的原始数据按照 GB/T 6379.2 进行统计分析。

精密度见表 2。

表 2 精密度

组分	含量范围(质量分数)/%	重复性(r)	再现性(R)
二氧化碳	0.2~30.0	0.007 98+0.001 76X	0.058 2+0.036 4X
注:式中 X 是测定结果平均值,用质量分数(%)表示。			

10.2 分析结果的确定

采用试样平行测定结果的算术平均值为试样的固定二氧化碳含量。同一试样两次独立分析结果差值的绝对值不大于重复性r,则取算术平均值作为分析结果。如果两次独立分析结果差值的绝对值大于重复性r,则按照附录 A 的规定追加测量次数并确定分析结果。数值修约按 GB/T 8170 的规定执行,所得结果保留至小数点后 3 位。

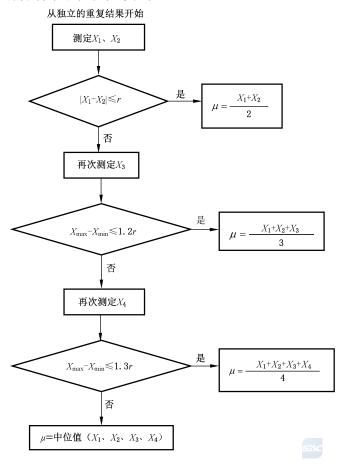
11 试验报告

试验报告应包括下列内容:

- a) 实验室的名称和地址;
- b) 试验报告的签发日期;
- c) 本文件的编号;
- d) 分析结果;
- e) 在测定中观察到的异常现象。

附 录 A (规范性) 试验样分析结果验收程序

图 A.1 给出了试验样分析结果验收程序流程。



注: r 为重复性限,μ 为最终分析结果。

图 A.1 试验样分析结果验收程序流程图

6

