

中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T 1028.4—2015

磷酸铁锂化学分析方法 第4部分：碳量的测定 高频燃烧红外吸收法

Methods for chemical analysis of lithium iron phosphate—
Part 4: Determination of carbon content—
High frequency combustion with infrared absorption method

2015-04-30 发布

2015-10-01 实施

公众号：仪器与检测云助理
更多资讯下载、仪器产品 欢迎关注

前 言

YS/T 1028《磷酸铁锂化学分析方法》共包括 5 个部分：

- 第 1 部分：总铁量的测定 三氯化钛还原重铬酸钾滴定法；
- 第 2 部分：锂量的测定 火焰光度法；
- 第 3 部分：磷量的测定 磷钼酸喹啉称量法；
- 第 4 部分：碳量的测定 高频燃烧红外吸收法；
- 第 5 部分：钙、镁、锌、铜、铅、铬、钠、铝、镍、钴、锰量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法。

本部分为 YS/T 1028 的第 4 部分。

本部分按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

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。

本部分起草单位：广东邦普循环科技有限公司、广州有色金属研究院、北京矿冶研究总院。

本部分主要起草人：李长东、余海军、谢英豪、张学梅、庄艾春、熊晓燕、唐维学、徐晓艳、冯先进。

公众号：仪器与检测云
更多资料下载、仪器产品 欢迎关注

我们是谁？

我们是广州仪云科技有限公司，为**材料行业**客户提供**碳硫分析仪**、**氧氮氢分析仪**、以及**标准物质**、**耗材**等**整体实验室解决方案**，专业，专注，是材料企业实验室运营的最佳合作伙伴。

电话(微信同号)：

18502066696 / 18602072636 / 15622269286



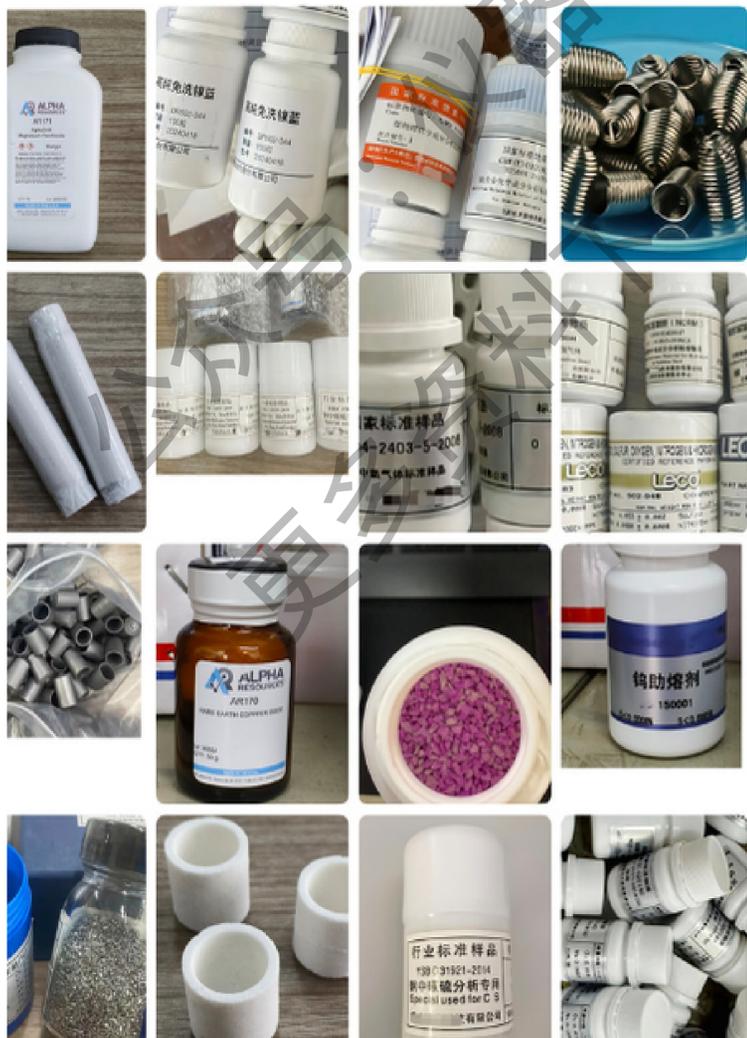
氧氮氢分析仪系列

仪器适用范围：黑色金属、有色金属、合金、超导材料、半导体材料、稀土材料、陶瓷材料、耐火材料、电池材料等金属非金属固体材料中的氧氮氢含量的测定。



高频红外碳硫分析仪系列

仪器适用范围：黑色金属、有色金属、合金、稀土金属、矿石、耐火材料、陶瓷材料、电池材料等金属非金属固体材料中的碳硫含量测定。



提供齐全的标样耗材：

石墨坩埚

陶瓷坩埚

稀土氧化铜

钨助熔剂

无水高氯酸镁

铁助熔剂

二氧化碳吸收剂

镍箔、镍囊、镍蓝等

各种碳硫分析仪和氧氮氢分析仪需要用到的标样耗材

磷酸铁锂化学分析方法

第4部分:碳量的测定

高频燃烧红外吸收法

1 范围

YS/T 1028 的本部分规定了磷酸铁锂中碳量的测定方法。

本部分适用于磷酸铁锂中碳含量的测定。测定范围:0.5%~5.0%。

2 方法提要

将试料和助熔剂放入瓷坩埚,在氧气流中用高频感应炉加热,碳经燃烧生成二氧化碳,由氧气载至红外吸收池中。二氧化碳浓度对红外吸收能量的变化遵循比尔定律。碳含量的分析结果由显示器以百分含量直接显示出来。

3 试剂和材料

- 3.1 氧气:纯度不低于99.5%。
- 3.2 干燥剂:无水高氯酸镁,粒度0.7 mm~1.2 mm。
- 3.3 净化剂:烧碱石棉,粒度0.7 mm~1.2 mm。
- 3.4 纯铁:纯度大于99.8%,碳含量小于0.002%。
- 3.5 钨粒:碳含量小于0.002%。
- 3.6 瓷坩埚:用前将瓷坩埚置于马弗炉中,于1200℃灼烧不少于2 h,取出稍冷后储存在干燥器中。

4 仪器

仪器工作参数应满足以下要求:

- 高频感应炉:应满足试样熔融温度的要求。
- 电子天平:感量0.1 mg。

5 试样

- 5.1 试样用前应置于110℃±5℃的烘箱中干燥1 h,取出后储存在干燥器中。
- 5.2 试样粒度应不大于0.10 mm。

6 分析步骤

警告——与燃烧分析有关的危险主要是预烧瓷坩埚和熔化过程中的燃烧。任何时候都要使用坩埚钳,并将用过的坩埚存放在合适的容器中。使用氧气瓶应遵守其常规安全措施。氧的局部富集能引起

火灾,故燃烧过程中必须保证氧气有效地从仪器设备中排出。

6.1 试料

称取 0.20 g 试样,精确至 0.000 1 g。

注:试料量应根据所用仪器特性而定。

6.2 分析前准备

仪器启动前用氧气(3.1)检查气路的气密性,燃烧室、过滤器应经常清理。按仪器要求定期更换干燥剂(3.2)、净化剂(3.3)。

确认正常后,启动仪器,按说明书要求进行预热和仪器的检查调试,保证仪器处于正常稳定的工作状态。

6.3 空白试验

称取 0.35 g 纯铁(3.4)和 2.0 g 钨粒(3.5)置于瓷坩埚(3.6)中,于同一量程或通道,按 6.5 进行测定。重复测定直到读数比较稳定为止。记录最小的、比较稳定一致的三次读数,计算平均值并输入到仪器中,在测定试料时仪器会自动扣除空白值。

6.4 校正试验

选择碳含量大于待测试料的有证标准物质来校正仪器。在选定的通道上进行 3~5 次分析,对系统进行线性调节,得出校正系数。再用与试料含量相近的标准物质进行验证,在其允许差范围内方可进行试样分析。

6.5 测定

6.5.1 加入 0.35 g 纯铁(3.4)于瓷坩埚(3.6)中,将坩埚置于电子天平上,称量。再向瓷坩埚中加入试料(6.1),称量,输入试料质量,取下。加入约 2.0 g 钨粒(3.5)覆盖在试料上,将瓷坩埚移至坩埚基座上。

注:纯铁与钨粒用量取决于仪器特性,用量要保证能使试料完全燃烧。

6.5.2 按仪器说明进行操作,仪器自动进行分析,分析结束后记录碳的质量分数。

7 精密度

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,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 1 数据采用线性内插法求得:

表 1 重复性限

%

碳的质量分数	0.492	1.601	5.019
重复性限 r	0.01	0.03	0.11

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

%

碳的质量分数	允许差
0.50~1.70	0.05
>1.70~2.50	0.08
>2.50~3.50	0.10
>3.50~5.00	0.20

8 试验报告

试验报告应包括下列内容：

- 试样；
- 使用的标准(包括发布或出版年号)；
- 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。

公众号：仪器与检测云助理
更多资料下载、仪器产品 欢迎关注

公众号：仪器与检测云助理
更多资料下载、仪器产品 欢迎关注

中华人民共和国有色金属
行业标准
磷酸铁锂化学分析方法
第4部分：碳量的测定
高频燃烧红外吸收法
YS/T 1028.4—2015

*

中国标准出版社出版发行
北京市朝阳区和平里西街甲2号(100029)
北京市西城区三里河北街16号(100045)

网址：www.gb168.cn

服务热线：400-168-0010

010-68522006

2015年9月第一版

*

书号：155066·2-28880

版权专有 侵权必究



YS/T 1028.4-2015