

对固体和液体样品中碳酸盐碳和溶解二氧化碳的测定



Figure 1: CM140 总无机碳（TIC）分析仪

测试原理

样品（固体或液体）经酸处理释放二氧化碳。无二氧化碳的载气将从加热反应管中带走释放的二氧化碳，通过回流冷凝器和洗涤溶液，进入碳库仑计量仪，该仪器会自动滴定释放的二氧化碳。

测试流程

1. 按照说明书中的描述组装和准备好各组件以进行操作。
2. 确定空白值并运行一个标准样品以确认整个系统的正常运行。
3. 向样品烧瓶中加入已知重量的样品，并将烧瓶连接到设备上。理想情况下，样品的大小应选择包含1000-3000微克碳。

注意：固体和粘稠液体样品可以直接称入样品烧瓶中，也可以称入瓷器、铂、氧化铝或类似的样品容器中，然后放入烧瓶中。用注射器处理的水和液体样品可以直接通过设备顶部的隔膜注入。

4. 在连接样品烧瓶之前，系统需要大约一分钟的时间来清除大气中附着的二氧化碳。

5. 将整个样品组件移动到加热器上方的位置，按下CM5017碳库仑计量仪上的“开始分析”按钮，并将酸泵入反应烧瓶中。

注意：通过隔膜注入样品时，可以使用较大的样品烧瓶。这样可以避免在样品运行之间打开系统，从而消除了清除时间的需要。

6. 所有二氧化碳被释放并滴定时，CM5017会自动检测终点，结束分析，并将结果打印到USB闪存驱动器和/或打印机上。

(*) – 终点测定和结果计算是根据用户在CM5017碳库仑计量仪中输入的可选择设置自动执行的。

RESULTS

当样品含有超过1000微克C时，滴定精度优于 $\pm 0.15\%$ 相对误差。总体精度通常为 $\pm 0.3\%$ 相对误差。当样品的可用性或体积限制了释放的二氧化碳量时，精度通常优于1微克C。对于水样，当使用5毫升样品时，溶解的CO₂精度优于 ± 0.5 ppm C（可以使用更大的样品尺寸，但通常样品稳定性限制了精度和使用更大样品的任何好处）。

分析时间通常为6到8分钟。对于一些样品，如白云石灰岩，与酸反应的时间非常缓慢，因此延长了分析时间。CM5330酸化模块配备了加热和搅拌功能，以帮助二氧化碳的释放。

库仑计的一个主要优势是可以看到分析完成情况，避免由于分析时间不足或分析时间过长而导致的结果偏低或浪费时间。其他优势包括易于添加或修改洗涤剂、使用不同酸以及在酸中使用润湿/乳化剂和指示剂的便利性。

其他信息

该方法的更多细节包含在ASTM D-513 Method G中，即“二氧化碳CO₂进化，库仑滴定法”。该方法受ASTM D19.05委员会的监管，并可从ASTM获取。