

ICS 77. 100
H 11

YB

中华人民共和国黑色冶金行业标准

YB/T 547. 3—2014
代替 YB/T 547. 3—1995

钒渣 氧化钙含量的测定 火焰原子吸收光谱法和 EDTA 滴定法

Vanadium slag—Determination of calcium oxide content—Flame atomic
absorption spectrometric method and EDTA titrimetric method

2014-05-06 发布

2014-10-01 实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布

前 言

本部分按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

YB/T 547 共分为 4 部分：

- 第 1 部分：钒渣 五氧化二钒含量的测定 硫酸亚铁铵滴定法；
- 第 2 部分：钒渣 二氧化硅含量的测定 高氯酸脱水重量法；
- 第 3 部分：钒渣 氧化钙含量的测定 火焰原子吸收光谱法和 EDTA 滴定法；
- 第 4 部分：钒渣 磷含量的测定 铋磷钼蓝分光光度法。

本部分为 YB/T 547 的第 3 部分。

本部分代替 YB/T 547.3—1995《钒渣化学分析方法 火焰原子吸收光谱法和高锰酸钾容量法测定氧化钙量》。

本部分与 YB/T 547.3—1995 相比较，主要进行了如下修改：

- 将标准名称修改为《钒渣 氧化钙含量的测定 火焰原子吸收光谱法和 EDTA 滴定法》；
- 将高锰酸钾容量法修改为 EDTA 滴定法；
- 增加了警告、规范性引用文件、试验报告等章节及内容；
- 对测定范围进行了调整；
- 调整了部分试剂及其浓度；
- 修改了样品分解和试液制备方法。

本部分由中国钢铁工业协会提出。

本部分由全国生铁及铁合金标准化技术委员会(SAC/TC318)归口。

本部分起草单位：攀钢集团有限公司、国家钒钛制品质量监督检验中心、冶金工业信息标准研究院。

本部分中火焰原子吸收光谱法的主要起草人：李吉春、郑小敏、杨新能、杨平、周开著、成勇、冯宗平、罗云川。

本部分中 EDTA 滴定法的主要起草人：郑小敏、汪雪梅、於利慧、杨平、杨新能、张洪、叶云良、陈自斌。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

- YB/T 547—1967；
- YB/T 547.3—1995。

钒渣 氧化钙含量的测定 火焰原子吸收光谱法和 EDTA 滴定法

警告:使用本部分的人员应有正规实验室工作的实践经验。本部分并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

本部分规定了用火焰原子吸收光谱法和 EDTA 滴定法测定氧化钙含量。

本部分适用于钒渣中氧化钙含量的测定。火焰原子吸收光谱法的测定范围(质量分数):0.50%~3.50%,EDTA 滴定法的测定范围(质量分数):1.00%~5.00%。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件,仅所注日期的版本适用于本文件。凡是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 6682 分析实验室用水规格和试验方法
- GB/T 7728 冶金产品化学分析 火焰原子吸收光谱法通则
- GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定
- GB/T 12805 实验室玻璃仪器 滴定管
- GB/T 12806 实验室玻璃仪器 单刻度容量瓶
- GB/T 12808 实验室玻璃仪器 单刻度吸量管
- YB/T 008 钒渣

3 火焰原子吸收光谱法

3.1 原理

试料以氢氟酸、盐酸、硝酸分解,高氯酸冒烟驱尽氢氟酸等试剂。在盐酸介质中,加入二氯化锶作为释放剂,将试液导入原子吸收光谱仪,用钙空心阴极灯作为光源,于原子吸收光谱仪 422.7nm 处测量吸光度。

3.2 试剂

安全警示:

- 1) 使用氢氟酸时需特别小心,最好戴医用手套,操作后必须立即洗手,以防止造成意外烧伤。
- 2) 使用高氯酸时不能戴手套,使用高氯酸的通风柜应定期进行清洗。浓高氯酸(70%~72%)应存放在远离有机物及还原物质的地方,以防止相互接触后发生剧烈爆炸。

除另有说明外,仅使用认可的分析纯试剂和符合 GB/T 6682 规定的二级及以上蒸馏水或其纯度相当的水,若试剂中氧化钙含量较高,必要时进行试剂提纯。

- 3.2.1 盐酸, ρ 1.19g/mL。
- 3.2.2 硝酸, ρ 1.42g/mL。
- 3.2.3 氢氟酸, ρ 1.15g/mL。
- 3.2.4 高氯酸, ρ 1.67g/mL。
- 3.2.5 盐酸,1+1。
- 3.2.6 二氯化锶溶液,100g/L。

称取 85.0g 二氯化锶($\text{SrCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$)以适量水溶解后,以水稀释至 500mL,混匀。