



# 中华人民共和国黑色冶金行业标准

YB/T 190.1 ~ 190.11—2001

---

## 连铸保护渣化学分析方法

Methods for chemical analysis of continuous  
casting mold powder

2001-07-09 发布

2002-01-01 实施

---

国家经济贸易委员会 发布

## 目 录

YB/T 190.1—2001	连铸保护渣化学分析方法	高氯酸脱水重量法测定二氧化硅含量 .....	1
YB/T 190.2—2001	连铸保护渣化学分析方法	EDTA 滴定法测定氧化铝含量 .....	5
YB/T 190.3—2001	连铸保护渣化学分析方法	EGTA 滴定法测定氧化钙含量 .....	10
YB/T 190.4—2001	连铸保护渣化学分析方法	CyDTA 滴定法测定氧化镁含量 .....	14
YB/T 190.5—2001	连铸保护渣化学分析方法	火焰原子吸收光谱法测定氧化钾、氧化钠含量 ..	19
YB/T 190.6—2001	连铸保护渣化学分析方法	燃烧气体容量法和红外线吸收法测定游离碳 含量 .....	24
YB/T 190.7—2001	连铸保护渣化学分析方法	燃烧气体容量法和红外线吸收法测定碳含量 .....	30
YB/T 190.8—2001	连铸保护渣化学分析方法	邻菲罗啉分光光度法和火焰原子吸收光谱法 测定铁含量 .....	36
YB/T 190.9—2001	连铸保护渣化学分析方法	火焰原子吸收光谱法测定氧化锂含量 .....	42
YB/T 190.10—2001	连铸保护渣化学分析方法	离子选择电极法测定氟含量 .....	46
YB/T 190.11—2001	连铸保护渣化学分析方法	高碘酸钠(钾)光度法和火焰原子吸收光谱法 测定氧化锰含量 .....	51

## 前 言

YB/T 190 在《连铸保护渣化学分析方法》总标题下,包括以下部分。本标准是其中第 1 部分。

高氯酸脱水重量法测定二氧化硅含量;

EDTA 滴定法测定氧化铝含量;

EGTA 滴定法测定氧化钙含量;

CyDTA 滴定法测定氧化镁含量;

火焰原子吸收光谱法测定氧化钾、氧化钠含量;

燃烧气体容量法和红外线吸收法测定游离碳含量;

燃烧气体容量法和红外线吸收法测定碳含量;

邻菲罗啉分光光度法和火焰原子吸收光谱法测定铁含量;

火焰原子吸收光谱法测定氧化锂含量;

离子选择电极法测定氟含量;

高碘酸钠(钾)光度法和火焰原子吸收光谱法测定氧化锰含量。

本标准由冶金工业信息标准研究院提出并归口。

本标准负责起草单位:邯鄹钢铁集团公司、天津钢管公司。

本标准参加起草单位:宝山钢铁股份有限公司、武汉钢铁集团公司、太原钢铁集团公司、首钢总公司。

本标准主要起草人:卫寿生、侯艳冰、张素霞、郑建华、姚家华。

连铸保护渣化学分析方法  
高氯酸脱水重量法定二氧化硅含量

YB/T 190.1—2001

Methods for chemical analysis of continuous casting mold powder  
The perchloric acid dehydration gravimetric method for the  
determination of silicon dioxide content

1 范围

本标准规定了高氯酸脱水重量法测定二氧化硅的方法提要、试剂、试样、操作步骤、结果计算和允许差。

本标准适用于连铸保护渣中二氧化硅含量的测定。测定范围:20.00%~50.00%(质量分数)。

2 引用标准

下列标准所包含的条文,通过在本标准中引用而构成为本标准的条文。本标准出版时,所示版本均为有效。所有标准都会被修订,使用本标准的各方应探讨使用下列标准最新版本的可能性。

GB/T 2007.2—1987 散装矿产品取样、制样通则 手工制样方法

GB/T 8170—1987 数值修约规则

3 方法提要

试样用碳酸钠-硼酸混合熔剂在铂坩埚中熔融,以含有饱和硼酸的稀盐酸浸取,高氯酸冒烟,用甲醇除硼,盐酸溶解盐类,过滤、洗涤并灼烧成二氧化硅,然后用氢氟酸处理使硅以四氟化硅形式除去。氢氟酸处理前后的重量差为沉淀中二氧化硅含量,用钼蓝光度法测定滤液中二氧化硅含量,两者相加即为试样中二氧化硅含量。

4 试剂

4.1 混合溶剂:取2份无水碳酸钠与1份硼酸研细混匀。

4.2 盐酸( $\rho$  1.19 g/mL)。

4.3 高氯酸( $\rho$  1.67 g/mL)。

4.4 甲醇( $\rho$  0.72 g/mL)。

4.5 氢氟酸( $\rho$  1.15 g/mL)。

4.6 盐酸(5+95)。

4.7 硝酸银溶液(10 g/L)。

4.8 硫酸( $\rho$  1.84 g/mL)。

4.9 盐酸(1+1)硼酸饱和液:取盐酸( $\rho$  1.19 g/mL)与水等体积混合,逐次加入硼酸搅拌直至有固体硼酸不再溶解。

4.10 钼酸铵溶液(60 g/L):过滤后使用。

- 4.11 草-硫混酸:草酸(40 g/L)与硫酸(1+3.5)以4:1混合。
- 4.12 硫酸亚铁铵溶液(50 g/L):称5 g 硫酸亚铁铵,加水溶解,加1 mL 硫酸(1+1),用水稀至100 mL(现用现配)。
- 4.13 硫酸(1+1)。
- 4.14 二氧化硅标准溶液:
- 4.14.1 二氧化硅标准贮存溶液:称取0.250 0 g 预先灼烧2 h的二氧化硅(基准试剂),置于盛有3 g 无水碳酸钠的铂坩埚中,混匀。另取1 g 无水碳酸钠覆盖其上,将坩埚加盖后置于约800 C的高温炉中,然后升温至约1 000 C保持5 min,取出冷却,置于塑料杯中,用400 mL 沸水浸出,以水洗出坩埚及盖,冷却至室温,移入1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀,贮于塑料瓶中。此溶液1 mL 含250  $\mu\text{g}$  二氧化硅。
- 4.14.2 二氧化硅标准溶液:移取10.00 mL 二氧化硅标准贮存溶液,置于250 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀,贮于塑料瓶中。此溶液1 mL 含10  $\mu\text{g}$  二氧化硅。

## 5 试样

按GB/T 2007.2的规定制备试样,试样应全部通过0.097 mm(160目)筛孔,并在105 C~110 C预干燥1 h~2 h,置于干燥器中冷却至室温。

## 6 分析步骤

安全须知:通常在有氨、亚硝酸蒸气或有机物存在时,冒高氯酸烟可能会引起爆炸。高氯酸冒烟操作必须在通风柜中进行。

- 6.1 测定次数:同一试样,应称取两份试料进行测定。
- 6.2 试料量:称取0.500 0 g 试料。
- 6.3 空白试验:随同试料进行空白试验,试剂必须取自同一试剂瓶。
- 6.4 测定
- 6.4.1 将试料置于铂坩埚中,在800 C左右的高温炉中烧30 min 取出冷却。
- 6.4.2 加3 g 混合溶剂(4.1)于铂坩埚中与试料搅匀,再覆盖2 g 混合溶剂(4.1),于950 C的高温炉中熔5 min~6 min 取出坩埚,摇动使熔融物附于坩埚壁上冷却。
- 6.4.3 置铂坩埚于盛有40 mL 盐酸硼酸液(4.9)的烧杯中,低温加热浸取,以水洗出坩埚。
- 6.4.4 将溶液低温蒸至体积约10 mL 左右,加入20 mL 甲醇(4.4),继续低温蒸至干涸。
- 6.4.5 加入20 mL 盐酸(4.2)和少量水加热溶解盐类,再加入20 mL 高氯酸(4.3)加热至冒浓厚白烟20 min 取下。
- 6.4.6 加入10 mL 盐酸(4.2)和50 mL 热水,加热搅拌溶解盐类后以加有少许纸浆的中速定量滤纸过滤,滤液收集于250 mL 容量瓶中,以热盐酸(4.6)洗净烧杯,洗沉淀5~6次,再用热水洗至无氯离子[用硝酸银溶液(4.7)检验],滤液冷却至室温,以水稀至刻度混匀,保留用于残留硅的测定。
- 6.4.7 沉淀连同滤纸置铂坩埚中低温烘干灰化,于1 000 C高温炉内烧40 min 取出,稍冷置于干燥器中冷至室温称量,并反复灼烧(每次15 min)至恒量( $m_1$ )。
- 6.4.8 将沉淀以水湿润加3~4滴硫酸(4.13),加入5 mL 氢氟酸(4.5)加热冒尽硫酸烟。
- 6.4.9 将铂坩埚置1 000 C炉中烧20 min 取出,干燥器中冷却至室温,称量,并反复灼烧到恒量( $m_2$ )。
- 6.4.10 分取滤液5.00 mL 于100 mL 容量瓶中,加水15 mL,钼酸铵溶液5 mL(4.10)混匀,放置10 min~15 min(室温低于20 C时放置20 min~30 min),加草-硫混酸10 mL(4.11)并混匀,立即加硫酸亚铁铵溶液5 mL(4.12),混匀,用水稀至刻度摇匀。用1 cm 吸收皿,以试验空白溶液为参比,于分光光度计波长650 nm 处,测量吸光度,从工作曲线上求得二氧化硅含量。
- 6.4.11 工作曲线绘制

分取 0、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL、5.00 mL 二氧化硅标准溶液(4.14.2),分别置于 100 mL 容量瓶中,分别加入试验空白溶液 5 mL,用水补充体积至 20 mL,以下按 6.4.10 中,从加钼酸铵溶液 5 mL 比色测定步骤进行。绘制工作曲线。

## 7 分析结果计算

7.1 按式(1)计算二氧化硅的质量分数:

$$w(\text{SiO}_2)(\%) = \left[ \frac{(m_1 - m_2) - (m_3 - m_4)}{m} + \frac{m_5 \times 10^{-6}}{m \times \frac{V_1}{V}} \right] \times 100 \dots\dots\dots(1)$$

式中:  $m_1$ ——氢氟酸处理前沉淀与坩埚重量,单位为 g;

$m_2$ ——氢氟酸处理后残渣与坩埚重量,单位为 g;

$m_3$ ——氢氟酸处理前空白试验的沉淀与坩埚重量,单位为 g;

$m_4$ ——氢氟酸处理后空白试验的残渣与坩埚重量,单位为 g;

$m_5$ ——工作曲线上查得滤液中二氧化硅含量,单位为  $\mu\text{g}$ ;

$m$ ——称样量,单位为 g;

$V_1$ ——分取试液体积,单位为 mL;

$V$ ——试液总体积,单位为 mL。

7.2 最终结果计算:当所测得试样的两个分析值之差不大于表 1 所规定的允许差时,则予以平均计算为最终分析结果。数值修约按 GB/T 8170 的规定进行。

## 8 允许差

表 1

%

二氧化硅的质量分数	允许差
20.00~30.00	0.50
>30.00~50.00	0.60

## 9 试验报告

试验报告应包括下列内容:

- 鉴别试料、实验室的分析日期等资料;
- 遵守本标准规定的程度;
- 分析结果及其表示;
- 测定中观察到的异常现象;
- 对分析结果可能有影响本标准未包括的操作,或者任选的操作。

## 前 言

YB/T 190 在《连铸保护渣化学分析方法》总标题下,包括以下部分。本标准是其中的第 2 部分。

高氯酸脱水重量法测定二氧化硅含量;

EDTA 滴定法测定氧化铝含量;

EGTA 滴定法测定氧化钙含量;

CyDTA 滴定法测定氧化镁含量;

火焰原子吸收光谱法测定氧化钾、氧化钠含量;

燃烧气体容量法和红外线吸收法测定游离碳含量;

燃烧气体容量法和红外线吸收法测定碳含量;

邻菲罗啉分光光度法和火焰原子吸收光谱法测定铁含量;

火焰原子吸收光谱法测定氧化锂含量;

离子选择电极法测定氟含量;

高碘酸钠(钾)光度法和火焰原子吸收光谱法测定氧化锰含量。

本标准由冶金工业信息标准研究院提出并归口。

本标准负责起草单位:首钢总公司、天津钢管公司。

本标准参加起草单位:宝山钢铁股份有限公司、太原钢铁(集团)有限公司、武汉钢铁(集团)公司、邯郸钢铁(集团)公司。

本标准主要起草人:宁伟光、张东生、张 磊、姜桂连、马小冬。

连铸保护渣化学分析方法  
EDTA 滴定法测定氧化铝含量

YB/T 190.2—2001

Methods for chemical analysis of continuous casting mold powder  
EDTA titrimetric method for  
determination of aluminium oxide content

1 范围

本标准规定了 EDTA 滴定法测定氧化铝量的方法提要、试剂、试样、分析步骤、结果计算、允许差。本标准适用于连铸保护渣中氧化铝的测定。测定范围:1.00%~30.00%(质量分数)。

2 引用标准

下列标准所包含的条文,通过在本标准中引用而构成为本标准的条文。本标准出版时,所示版本均为有效。所有标准都会被修订,使用本标准的各方应探讨使用下列标准最新版本的可能性。

GB/T 2007.2—1987 散装矿产品取样、制样通则 手工制样方法

GB/T 8170—1987 数值修约规则

3 方法提要

试样用盐酸、氢氟酸溶解,高氯酸冒烟赶氟,残渣用混合熔剂熔融,稀盐酸浸取,氨水分离钙、镁,沉淀其中的铁、钛用氢氧化钠分离。加入过量 EDTA 标准溶液,在弱酸性溶液中,铝与 EDTA 络合,用 PAN 作指示剂,硫酸铜标准溶液回滴过量的 EDTA,测定氧化铝量。

4 试剂

4.1 高氯酸( $\rho$  1.67 g/mL)。

4.2 氢氟酸( $\rho$  1.15 g/mL)。

4.3 氨水( $\rho$  0.90 g/mL)。

4.4 盐酸(1+1)。

4.5 盐酸(1+99)。

4.6 硫酸(1+1)。

4.7 氯化铵溶液(200 g/L)。

4.8 氯化铵溶液(10 g/L)。

4.9 氢氧化钠溶液(500 g/L)。

4.10 氢氧化钠溶液(10 g/L)。

4.11 氧化铝标准溶液:称取 0.529 3 g 金属铝(99.99%),置于聚四氟乙烯烧杯中,加 20 mL 水,10 mL ~15 mL 氢氧化钠溶液(4.9),低温溶解,以盐酸(4.4)中和至沉淀出现,并过量 20 mL,加热煮沸 1 min ~2 min 至溶液清亮,冷却,移入 1 000 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,摇匀。此溶液 1 mL 含 1 mg 氧化

铝。

4.12 硫酸铜标准溶液 [ $c(\text{CuSO}_4)=0.01 \text{ mol/L}$ ]:称取 2.5 g  $\text{CuSO}_4 \cdot 5 \text{ H}_2\text{O}$  溶于水,加 2~4 滴硫酸(4.6),用水稀释至 1 000 mL,混匀。

4.13 EDTA 标准溶液 [ $c(\text{EDTA})=0.015 \text{ mol/L}$ ]:称取 5.58 g 乙二胺四乙酸二钠于 1 000 mL 烧杯中,加水 500 mL,加热全部溶解,冷却,用水稀释至 1 000 mL,混匀。

按下述方法求硫酸铜标准溶液换算成 EDTA 标准溶液的换算系数( $K$  值):移取 10.00 mL EDTA 标准溶液(4.13)于烧杯中,加水至约 200 mL,加 20 mL 乙酸-乙酸铵缓冲溶液(4.18),12 滴 PAN 指示剂溶液(4.14),以硫酸铜标准溶液(4.12)滴定至溶液由桔红色变为玫瑰红色,即为终点。

按式(1)计算  $K$  值:

$$K = \frac{10.00}{V} \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中: 10.00——移取 EDTA 标准溶液的体积,单位为 mL;

$V$ ——滴定时所用硫酸铜标准溶液的体积,单位为 mL。

注:若极差超过 0.1 mL 时,应重新标定。

按下述方法标定 EDTA 标准溶液对氧化铝的滴定度( $T$ ):移取 10.00 mL 氧化铝标准溶液(4.11)于烧杯中,加入 30.00 mL EDTA 标准溶液(4.13),加水至约 200 mL,加 1~2 滴酚酞指示剂(4.17),用氢氧化钠溶液(4.9)中和至微红色,再用盐酸(4.4)调至红色消失,加 20 mL 乙酸-乙酸铵缓冲溶液(4.18),加热煮沸 5 min,取下,加 5 mL PAN 指示剂溶液(4.14),以硫酸铜标准溶液(4.12)趁热滴定至溶液由桔红色变为玫瑰红色,即为终点。按式(2)计算滴定度。

$$T = \frac{V_1 \times c}{V_2 - V_3 \times K} \quad \dots\dots\dots(2)$$

式中:  $V_1$ ——移取氧化铝标准溶液的体积,单位为 mL;

$V_2$ ——加入 EDTA 标准溶液的体积,单位为 mL;

$V_3$ ——回滴过量 EDTA 标准溶液所用硫酸铜标准溶液的体积,单位为 mL;

$c$ ——氧化铝标准溶液的浓度,单位为 g/mL;

$K$ ——硫酸铜标准溶液换算成 EDTA 标准溶液的换算系数;

$T$ ——滴定度,单位为 g/mL。

注:若极差超过 0.1 mL 时,应重新标定。

4.14 PAN 指示剂溶液(1 g/L):称取 0.1 g 1-(2-吡啶偶氮)-萘酚(PAN)溶于乙醇中,并用乙醇稀释至 100 mL。

4.15 甲基红指示剂溶液(1 g/L):称取 0.1 g 甲基红溶于 60 mL 乙醇中,用水稀释至 100 mL,混匀。

4.16 甲基橙指示剂溶液(1 g/L):称取 0.1 g 甲基橙溶于 60 mL 乙醇中,用水稀释至 100 mL,混匀。

4.17 酚酞指示剂溶液(1 g/L):称取 1 g 酚酞溶于 50 mL 乙醇中,用水稀释至 100 mL,混匀。

4.18 乙酸-乙酸铵缓冲溶液( $\text{pH}=4.5$ ):称取 77 g 乙酸铵溶液溶于水中,加 58.9 mL 冰乙酸,用水稀释至 1 000 mL,混匀。

4.19 混合熔剂:2 份无水碳酸钠与 1 份硼酸研细混匀,贮于磨口瓶中。

## 5 试样

按 GB/T 2007.2 的规定制备试样。

5.1 试样应全部通过 0.097 mm(160 目)的筛孔。

5.2 试样分析前应在 105 C~110 C 烘 2 h,置于干燥器冷至室温,备用。

## 6 分析步骤

安全须知:通常在有氨、亚硝酸蒸汽或有机物存在时,冒高氯酸烟可能会引起爆炸。高氯酸冒烟操作必须在通风柜中进行。

### 6.1 测定次数

同一试样,在同一实验室,应由同一人在不同时间内进行 2 次测定。

### 6.2 试料量

称取 0.250 0 g 试料。

### 6.3 空白试验

随同试样做空白试验,所用试剂必须取自同一试剂瓶。

### 6.4 测定

6.4.1 将试料(6.2)置于聚四氟乙烯烧杯中,少许水湿润,加入 15 mL 盐酸(4.4),5 mL 氢氟酸(4.2),低温加热溶解,加 10 mL 高氯酸(4.1),加热赶尽高氯酸至干,取下稍冷,用水冲洗杯壁,加 5 mL 高氯酸,加热冒烟,赶尽高氯酸。加水 100 mL,冲洗杯壁,加盐酸(4.4)5 mL,加热,溶液沸腾 2 min,溶解盐类。溶液过滤,洗烧杯 3 遍~4 遍,洗沉淀 7 遍~8 遍,滤液保留。

6.4.2 将不溶物连同滤纸放入铂坩埚中灰化,加入 1 g~2 g 混合熔剂(4.19),盖上铂盖,置于高温炉中,在 950℃~1 050℃熔融,6 min 取出,冷却至室温。用滤纸擦净坩埚外壁,置于盛有 20 mL 盐酸(4.4)和 50 mL 水的烧杯中,加热浸出熔融物至溶液清亮,用热的稀盐酸(4.5)洗净坩埚及盖,溶液同滤液(6.4.1)合并,加 10 mL 氯化铵溶液(4.7),2 滴甲基红指示剂溶液(4.15),用氨水调溶液至刚好黄色,过量 2 滴。加热,煮沸 1 min,70℃保温 20 min 至沉淀完全,用快速滤纸过滤,用热的氯化铵溶液(4.8)洗烧杯 3 遍~4 遍,洗沉淀 7 遍~8 遍,沉淀保留。

6.4.3 用热盐酸(4.5)及热水洗净滤纸加热溶解沉淀,冷却后将溶液移到 250 mL 容量瓶中,用水稀释到刻度,摇匀。取 50.00 mL 上述溶液于 250 mL 烧杯中加水到 100 mL,加氢氧化钠溶液(4.9)至铁沉淀完全再过量 10 mL,煮沸 1 min,取下冷却。用快速滤纸过滤于 400 mL 烧杯中,用热的氢氧化钠溶液(4.10)洗涤烧杯及沉淀 7 遍~8 遍,弃去沉淀。

6.4.4 烧杯中加 15.00 mL~40.00 mL EDTA 标准溶液(4.13),记下读数  $V_1$ (视铝含量而定,一般过量 5 mL~10 mL),加甲基橙指示剂溶液(4.16)1 滴,用盐酸(4.4)中和至溶液呈红色,再过量 2 滴,煮沸取下,再以氨水调至溶液呈黄色。加 10 mL~12 mL 乙酸-乙酸铵缓冲溶液(4.18),加热煮沸 2 min,取下,用水洗杯壁及表皿,加 12 滴 PAN 指示剂溶液(4.14),用硫酸铜标准溶液(4.12)趁热滴定至溶液变为紫红色,即为终点,记下读数  $V_2$ 。

## 7 分析结果的计算

7.1 按式(3)计算氧化铝的质量分数:

$$w(\text{Al}_2\text{O}_3)(\%) = \frac{T \times (V_1 - V_2 \times K)}{m \times \frac{V}{250}} \quad \dots\dots\dots (3)$$

式中:  $T$ ——EDTA 标准溶液对氧化铝的滴定度,单位为 g/mL;

$V_1$ ——加入 EDTA 标准溶液的体积,单位为 mL;

$V_2$ ——回滴过量 EDTA 标准溶液所用硫酸铜标准溶液的体积,单位为 mL;

$K$ ——硫酸铜标准溶液换算成 EDTA 标准溶液的换算系数;

$m$ ——试料量,单位为 g;

$V$ ——分取试液的体积,单位为 mL。

7.2 最终结果计算

当所得试样的两个有效分析值之差不大于表 1 规定的允许差时,则可予以平均,计算为最终分析结果。数值修约按 GB/T 8170 的规定进行。

## 8 允许差

表 1

%

氧化铝的质量分数	允 许 差
<5.00	0.30
≥5.00~<10.00	0.40
≥10.00~<30.00	0.60

## 9 试验报告

试验报告应包括下列内容:

- a) 鉴别试料、实验室的分析日期等资料;
- b) 遵守本标准规定的程度;
- c) 分析结果及其表示;
- d) 测定中观察到的异常现象;
- e) 对分析结果可能有影响本标准未包括的操作,或者任选的操作。

## 前 言

YB/T 190 在《连铸保护渣化学分析方法》总标题下,包括以下部分。本标准是其中的第 3 部分。

高氯酸脱水重量法测定二氧化硅含量;

EDTA 滴定法测定氧化铝含量;

EGTA 滴定法测定氧化钙含量;

CyDTA 滴定法测定氧化镁含量;

火焰原子吸收光谱法测定氧化钾、氧化钠含量;

燃烧气体容量法和红外线吸收法测定游离碳含量;

燃烧气体容量法和红外线吸收法测定碳含量;

邻菲罗啉分光光度法和火焰原子吸收光谱法测定铁含量;

火焰原子吸收光谱法测定氧化锂含量;

离子选择电极法测定氟含量;

高碘酸钠(钾)光度法和火焰原子吸收光谱法测定氧化锰含量。

本标准由冶金工业信息标准研究院提出并归口。

本标准起草单位:首钢总公司、天津钢管公司。

本标准参加起草单位:宝山钢铁股份有限公司、太原钢铁(集团)有限公司、包头钢铁稀土公司。

本标准主要起草人:宁伟光、张东生、张 磊、胡秉仁、王惠斌。

连铸保护渣化学分析方法  
EGTA 滴定法测定氧化钙含量

YB/T 190.3—2001

Methods for chemical analysis of continuous casting mold powder  
EGTA titrimetric method for the  
determination of calcium oxide content

1 范围

本标准规定了乙二醇二乙醚二胺四乙酸(EGTA)滴定法测定氧化钙含量的方法提要、试剂、试样、分析步骤、结果计算、允许差。

本标准适用于连铸保护渣中氧化钙含量的测定。测定范围:20.00%~50.00%(质量分数)。

2 引用标准

下列标准所包含的条文,通过在本标准中引用而构成为本标准的条文。本标准出版时,所示版本均为有效。所有标准都会被修订,使用本标准的各方应探讨使用下列标准最新版本的可能性。

GB/T 2007.2—1987 散装矿产品取样、制样通则 手工制样方法

GB/T 8170—1987 数值修约规则

3 方法提要

试样用盐酸、氢氟酸溶解,高氯酸冒烟赶氟,残渣用混合熔剂熔融,稀盐酸浸取,以氨水分离铁、铝、钛,铜试剂分离锰。取部分滤液,在 pH 大于 13 时,加钙黄绿素-茜素混合指示剂,用 EGTA 标准溶液滴定,测定氧化钙含量。

4 试剂

4.1 硝酸( $\rho$  1.42 g/mL)。

4.2 高氯酸( $\rho$  1.67 g/mL)。

4.3 氢氟酸( $\rho$  1.15 g/mL)。

4.4 氨水( $\rho$  0.90 g/mL)。

4.5 盐酸(1+1)。

4.6 盐酸(2+98)。

4.7 氢氧化钾溶液(300 g/L)。

4.8 氯化铵溶液(400 g/L)。

4.9 氯化铵溶液(10 g/L)。

4.10 二乙醇胺溶液(1+10)。

4.11 氧化钙标准溶液:称取 0.8923 g 预先在 105℃~110℃烘 1 h 的碳酸钙(基准试剂),置于 400 mL 烧杯中加少量水,盖上表皿,沿杯嘴慢慢加入盐酸(4.5),加热溶解并煮沸,冷至室温,移入 1 000 mL 容

量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。此溶液 1 mL 含 0.50 mg 氧化钙。

4.12 EGTA 标准溶液(0.01 mol/L):称取 3.80 g EGTA 置于 250 mL 烧杯中,分次加适量氢氧化钾溶液(4.7),稍加热至刚好溶解,冷至室温,移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

标定:移取 3 份 25.00 mL 氧化钙标准溶液(4.11),分别置于 250 mL 烧杯中,加 50 mL 水、10 mL 氢氧化钾溶液(4.7),加少量钙黄绿素-茜素混合指示剂(4.13),以 EGTA 标准溶液(4.12)滴定(滴定台底座与背景用黑色衬托)至绿色荧光消失,呈现稳定的红紫色即为终点。

按式(1)计算 EGTA 标准溶液对氧化钙的滴定度:

$$T = \frac{m}{V} \dots\dots\dots(1)$$

式中:  $T$ ——滴定度,单位为 g/mL;

$m$ ——移取氧化钙标准溶液所含氧化钙的量,单位为 g;

$V$ ——滴定 3 份氧化钙标准溶液所消耗 EGTA 标准溶液的平均体积,单位为 mL。

注:若极差超过 0.1 mL 时,应重新标定。

4.13 钙黄绿素-茜素混合指示剂(2+1):取 0.1 g 钙黄绿素、0.05 g 茜素,加 10 g 硫酸钾混匀,研细。

4.14 铜试剂。

4.15 混合熔剂:取 2 份无水碳酸钠与 1 份硼酸研细,混匀。

## 5 试样

按 GB/T 2007.2 的规定制备试样。

5.1 试样应全部通过 0.097 mm(160 目)的筛孔。

5.2 试样应在 105 C~110 C 预干燥 1 h~2 h,置于干燥器中,冷却至室温。

## 6 分析步骤

安全须知:通常在有氨、亚硝酸蒸汽或有机物存在时,冒高氯酸烟可能会引起爆炸。高氯酸冒烟操作必须在通风柜中进行。

### 6.1 测定次数

同一试样,在同一实验室,应由同一操作者在不同时间内进行 2 次测定。

### 6.3 试料量

称取 0.250 0 g 试料。

### 6.3 空白试验

随同试样进行双份空白试验,所用试剂必须取自同一试剂瓶。

### 6.4 测定

6.4.1 将试料(6.2)置于铂皿或聚四氟乙烯烧杯中,少许水湿润,加入 15 mL 盐酸(4.5),5 mL 氢氟酸(4.3),低温加热溶解,加 10 mL 高氯酸(4.2),加热赶尽高氯酸至干,加水 100 mL 冲洗烧杯壁,加盐酸(4.5)5 mL,加热,溶液沸腾 2 min,溶解盐类。溶液过滤,洗烧杯 3 遍~4 遍,洗沉淀 7 遍~8 遍,滤液保留。

6.4.2 将不溶物连滤纸放入铂坩锅中灰化,灰化后,加入 1 g~2 g 混合熔剂(4.15)盖上铂盖,置于高温炉中,950 C~1 000 C 熔融,6 min 取出,冷却至室温。用滤纸擦净坩锅外壁,置于盛有 20 mL 盐酸(4.5)、50 mL 水的烧杯中,盖上表皿,加热浸出熔融物至溶液清亮,用热稀盐酸(4.6)洗净坩锅及盖,溶液同(6.4.1)滤液合并,加 10 mL 氯化铵溶液(4.8),用氨水(4.4)调至 pH=7~8,加热煮沸 1 min,约 70 C 保温 20 min 至沉淀完全,趁热用快速滤纸过滤,用热的氯化铵溶液(4.9)洗烧杯 3 遍~4 遍,洗沉淀 7 遍~8 遍,滤液保留。

6.4.3 打开滤纸将其贴于烧杯壁上,以 10 mL 盐酸(4.5)将沉淀溶解,用热稀盐酸(4.6)将滤纸冲洗干

净,用水稀释至体积约 150 mL,溶液煮沸,取下,冷却至室温,用氨水(4.4)调 pH=7~8,加热煮沸 1 min,约 70℃保温 20 min,至沉淀完全,趁热用中速滤纸过滤,用热的氯化铵溶液(4.9)洗烧杯 3 遍~4 遍,洗沉淀 7 遍~8 遍,滤液保留。两次滤液移入 500 mL 容量瓶中合并,冷至室温,加铜试剂(4.14)1 g~2 g,用水稀释至刻度,摇匀。放置 2 h 后,用快速滤纸干过滤。

6.4.4 移取干过滤后的试样溶液(6.4.3)100 mL 置于 400 mL 烧杯中,加 50 mL 水稀释,加 1 mL 三乙醇胺溶液(4.10),加 12 mL 氢氧化钾溶液(4.7),加少量钙黄绿素-茜素混合指示剂(4.13),用 EGTA 标准溶液(4.12)在黑色背景下滴定至绿色荧光消失,呈现稳定红紫色为终点(记下读数  $V_1$ )。

## 7 分析结果计算

7.1 按式(2)计算氧化钙(CaO)的质量分数:

$$w(\text{CaO})(\%) = \frac{(V_1 - V_2) \times T}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots(2)$$

式中:  $V_1$ ——加入 EGTA 标准溶液体积,单位为 mL;

$V_2$ ——空白所消耗的 EGTA 标准溶液体积,单位为 mL;

$T$ ——滴定度,单位为 g/mL;

$m$ ——分取试液相当的试料量,单位为 g。

## 7.2 最终结果计算

当所得试样的两个有效分析值之差小于试样允许差时,则可予以平均,计算为最终分析结果。数值修约按 GB/T 8170 的规定进行。

## 8 允许差

表 1

%

氧化钙的质量分数	允许差
20.00~50.00	0.50

## 9 试验报告

试验报告应包括下列内容:

- 鉴别试料、实验室的分析日期等资料;
- 遵守本标准规定的程度;
- 分析结果及其表示;
- 测定中观察到的异常现象;
- 对分析结果可能有影响本标准未包括的操作,或者任选的操作。

## 前 言

YB/T 190 在《连铸保护渣化学分析方法》总标题下,包括以下部分。本标准是其中的第 4 部分。

高氯酸脱水重量法测定二氧化硅含量;

EDTA 滴定法测定氧化铝含量;

EGTA 滴定法测定氧化钙含量;

CyDTA 滴定法测定氧化镁含量;

火焰原子吸收光谱法测定氧化钾、氧化钠含量;

燃烧气体容量法和红外线吸收法测定游离碳含量;

燃烧气体容量法和红外线吸收法测定碳含量;

邻菲罗啉分光光度法和火焰原子吸收光谱法测定铁含量;

火焰原子吸收光谱法测定氧化锂含量;

离子选择电极法测定氟含量;

高碘酸钠(钾)光度法和火焰原子吸收光谱法测定氧化锰含量。

本标准由冶金工业信息标准研究院提出并归口。

本标准负责起草单位:首钢总公司、天津钢管公司。

本标准参加起草单位:宝山钢铁股份有限公司、太原钢铁(集团)有限公司、包头钢铁稀土公司。

本标准主要起草人:张东生、宁伟光、张 磊、邱 峰、杨 楠。

连铸保护渣化学分析方法  
CyDTA 滴定法测定氧化镁含量

YB/T 190.4—2001

Methods for chemical analysis of continuous casting mold powder  
CyDTA titrimetric method for the  
determination of magnesiumoxide content

1 范围

本标准规定了环己二胺四乙酸(CyDTA)滴定法测定氧化镁含量的方法提要、试剂、试样、分析步骤、结果计算、允许差。

本标准适用于连铸保护渣中氧化镁的测定。测定范围:1.00%~15.00%(质量分数)。

2 引用标准

下列标准所包含的条文,通过在本标准中引用而构成为本标准的条文。本标准出版时,所示版本均为有效。所有标准都会被修订,使用本标准的各方应探讨使用下列标准最新版本的可能性。

GB/T 2007.2—1987 散装矿产品取样、制样通则 手工制样方法

GB/T 8170—1987 数值修约规则

3 方法提要

试样用盐酸、氢氟酸溶解,高氯酸冒烟赶氟,残渣用混合熔剂熔融,稀盐酸浸取,以氨水分离铁、铝、钛,铜试剂分离锰。取部分滤液,加过量 EGTA 标准溶液掩蔽钙,以酸性铬蓝 K、萘酚绿 B 指示剂,用 CyDTA 标准溶液滴定,以测定氧化镁的量。

4 试剂

4.1 硝酸( $\rho$  1.42 g/mL)。

4.2 高氯酸( $\rho$  1.67 g/mL)。

4.3 氢氟酸( $\rho$  1.15 g/mL)。

4.4 氨水( $\rho$  0.90 g/mL)。

4.5 盐酸(1+1)。

4.6 盐酸(2+98)。

4.7 氢氧化钾溶液(300 g/L)。

4.8 氯化铵溶液(400 g/L)。

4.9 氯化铵溶液(10 g/L)。

4.10 三乙醇胺溶液(1+10)。

4.11 氧化钙标准溶液:称取 0.8923 g 预先在 105℃~110℃烘 1 h 的碳酸钙(基准试剂),置于 400 mL 烧杯中加少量水,盖上表皿,沿杯嘴慢慢加入盐酸(4.5),加热溶解并煮沸,冷至室温,移入 1 000 mL 容

量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。此溶液 1 mL 含 0.50 mg 氧化钙。

4.12 EGTA 标准溶液(0.01 mol/L):称取 3.80 g EGTA 置于 250 mL 烧杯中,分次加适量氢氧化钾溶液(4.7),稍加热至刚好溶解,冷至室温,移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

标定:移取 3 份 25.00 mL 氧化钙标准溶液(4.11),分别置于 250 mL 烧杯中,加 50 mL 水、10 mL 氢氧化钾(4.7),加少量钙黄绿素-茜素混合指示剂(4.15),以 EGTA 标准溶液(4.12)滴定(滴定台底座与背景用黑色衬托)至绿色荧光消失,呈现稳定的红紫色即为终点。

按式(1)计算 EGTA 标准溶液对氧化钙的滴定度:

$$T = \frac{m}{V} \dots\dots\dots (1)$$

式中:  $T$ ——滴定度,单位为 g/mL;

$m$ ——移取氧化钙标准溶液所含氧化钙的量,单位为 g;

$V$ ——滴定 3 份氧化钙标准溶液所消耗 EGTA 标准溶液的平均体积,单位为 mL。

注:若极差超过 0.1 mL 时,应重新标定。

4.13 氧化镁标准溶液:称取预先在 400℃~450℃灼烧 1 h~2 h 的 0.200 0 g 氧化镁(基准试剂),分次加适量盐酸(4.5),加热至刚溶解,冷却至室温,移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。此溶液 1 mL 含氧化镁 0.20 mg。

4.14 CyDTA 标准溶液(0.005 mol/L):称取 1.82 g CyDTA,置于 250 mL 烧杯中,分次加适量氢氧化钾溶液(4.7),加热至刚溶解,取下,冷至室温,移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

标定:移取 3 份 40.00 mL 氧化镁标准溶液(4.13),分别置于 400 mL 烧杯中,加约 100 mL 沸水,加入氯化铵-氢氧化铵缓冲溶液 10 mL(4.18),加 2 滴酸性铬蓝 K 指示剂溶液(4.16)与 6 滴萘酚绿 B 指示剂溶液(4.17),用 CyDTA 标准溶液(4.14)滴定至红色消失转为蓝绿色终点。

按式(2)计算 CyDTA 标准溶液对氧化镁的滴定度:

$$T = \frac{m}{V} \dots\dots\dots (2)$$

式中:  $T$ ——滴定度,单位为 g/mL;

$m$ ——移取氧化镁标准溶液所含氧化镁的量,单位为 g;

$V$ ——滴定 3 份氧化镁标准溶液所消耗的 CyDTA 标准溶液的平均体积,单位为 mL。

注:若极差超过 0.1 mL 时,应重新标定。

4.15 钙黄绿素-茜素混合指示剂(2+1):取 0.1 g 钙黄绿素、0.05 g 茜素,加 10 g 硫酸钾混匀,研细。

4.16 酸性铬蓝 K 指示剂溶液(5 g/L):用三乙醇胺溶液(4.10)配制。

4.17 萘酚绿 B 指示剂溶液(5 g/L):用三乙醇胺溶液(4.10)配制。

4.18 氯化铵-氢氧化铵缓冲溶液(pH=10):称取 67.5 g 氯化铵,加水溶解,加 570 mL 氢氧化铵,以水稀释至 1 000 mL。

4.19 铜试剂。

4.20 混合熔剂:取 2 份无水碳酸钠与 1 份硼酸研细,混匀。

## 5 试样

按 GB/T 2007.2 的规定制备试样。

5.1 试样应全部通过 0.097 mm(160 目)的筛孔。

5.2 试样应在 105℃~110℃预干燥 1 h~2 h,置于干燥器中,冷却至室温。

## 6 分析步骤

安全须知:通常在有氨、亚硝酸蒸汽或有机物存在时,冒高氯酸烟可能会引起爆炸。高氯酸冒烟操作

必须在通风柜中进行。

### 6.1 测定数量

同一试样,在同一实验室,应由同一操作者在不同时间内进行 2 次测定。

### 6.2 试料量

称取 0.250 0 g 试料。

### 6.3 空白试验

随同试样进行双份空白试验,所用试剂必须取自同一试剂瓶。

### 6.4 测定

6.4.1 将试料(6.2)置于铂皿或聚四氟乙烯烧杯中,少许水湿润,加入 15 mL 盐酸(4.5),5 mL 氢氟酸(4.3),低温加热溶解,加 10 mL 高氯酸(4.2),加热赶尽高氯酸至干,加水 100 mL 冲洗烧杯壁,加盐酸(4.5)5 mL,加热,溶液沸腾 2 min,溶解盐类。溶液过滤,洗烧杯 3 遍~4 遍,洗沉淀 7 遍~8 遍,滤液保留。

6.4.2 将不溶物连滤纸放入铂坩锅中灰化,灰化后,加入 1 g~2 g 混合熔剂(4.20),盖上铂盖,置于高温炉中,950℃~1 000℃熔融,6 min 取出,冷却至室温。用滤纸擦净坩锅外壁,置于盛有 20 mL 盐酸(4.5)、50 mL 水的烧杯中,盖上表皿,加热浸出熔融物至溶液清亮,用热稀盐酸(4.6)洗净坩锅及盖,溶液同滤液(6.4.1)合并,加 10 mL 氯化铵溶液(4.8),用氨水(4.4)调至 pH=7~8,加热煮沸 1 min,约 70℃保温 20 min 至沉淀完全,趁热用快速滤纸过滤,用热的氯化铵溶液(4.9)洗烧杯 3 遍~4 遍,洗沉淀 7 遍~8 遍,滤液保留。

6.4.3 打开滤纸将其贴于烧杯壁上,以 10 mL 盐酸(4.5)将沉淀溶解,用热稀盐酸(4.6)将滤纸冲洗干净,用水稀释至体积约 150 mL,溶液煮沸,取下,冷却至室温,用氨水(4.4)调 pH=7~8,加热煮沸 1 min,约 70℃保温 20 min,至沉淀完全,趁热用中速滤纸过滤,用热的氯化铵溶液(4.9)洗烧杯 3 遍~4 遍,洗沉淀 7 遍~8 遍,滤液保留。两次滤液移入 500 mL 容量瓶中合并,冷至室温,加铜试剂(4.14)1 g~2 g,用水稀释至刻度,摇匀。放置 2 h 后,用快速滤纸干过滤。

6.4.4 移取干过滤后的试样溶液(6.4.3)100 mL 置于 400 mL 烧杯中,加 50 mL 水稀释,加 1 mL 三乙醇胺溶液(4.10),加 12 mL 氢氧化钾溶液(4.7),加少量钙黄绿素-茜素混合指示剂(4.15),用 EGTA 标准溶液(4.12)在黑色背景下滴定至绿色荧光消失,呈现稳定红紫色为终点(记下读数  $V$ )。

6.4.5 移取干过滤后的试液(6.4.3)100 mL,置于 500 mL 烧杯中,加 150 mL 左右沸水、5 mL 三乙醇胺溶液(4.10)、10 mL 氯化铵-氢氧化铵缓冲溶液(4.18),加  $V$ (mL)(6.4.4)的 EGTA 标准溶液(4.12)并过量 0.5 mL,加 2 滴酸性铬蓝 K 指示剂溶液(4.16),6 滴萘酚绿 B 指示剂溶液(4.17),用 CyDTA 标准溶液(4.14)滴至蓝绿色为终点。

## 7 分析结果计算

7.1 按式(3)计算氧化镁的质量分数:

$$\omega(\text{MgO})(\%) = \frac{(V_1 - V_2) \times T}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots (3)$$

式中:  $V_1$ ——滴定试样所消耗的 CyDTA 标准溶液体积,单位为 mL;

$V_2$ ——滴定空白所消耗的 CyDTA 标准溶液体积,单位为 mL;

$T$ ——滴定度,单位为 g/mL;

$m$ ——分取试液相当的试料量,单位为 g。

### 7.2 最终结果计算

当所得试样的两个有效分析值之差不大于表 1 所规定的允许差时,则可予以平均,计算为最终分析结果。数值修约按 GB/T 8170 的规定进行。

## 8 允许差

表 1

%

氧化镁的质量分数	允 许 差
$<1.00 \sim \leq 5.00$	0.20
$<5.00 \sim \leq 10.00$	0.40
$<10.00 \sim \leq 15.00$	0.50

## 9 试验报告

试验报告应包括下列内容：

- a) 鉴别试料、实验室的分析日期等资料；
- b) 遵守本标准规定的程度；
- c) 分析结果及其表示；
- d) 测定中观察到的异常现象；
- e) 对分析结果可能有影响本标准未包括的操作，或者任选的操作。

## 前 言

YB/T 190 在《连铸保护渣化学分析方法》总标题下,包括以下部分,本标准是其中的第 5 部分。

高氯酸脱水重量法测定二氧化硅含量;

EDTA 滴定法测定氧化铝含量;

EGTA 滴定法测定氧化钙含量;

CyDTA 滴定法测定氧化镁含量;

火焰原子吸收光谱法测定氧化钾、氧化钠含量;

燃烧气体容量法和红外线吸收法测定游离碳含量;

燃烧气体容量法和红外线吸收法测定碳含量;

邻菲罗啉分光光度法和火焰原子吸收光谱法测定铁含量;

火焰原子吸收光谱法测定氧化锂含量;

离子选择电极法测定氟含量;

高碘酸钠(钾)光度法和火焰原子吸收光谱法测定氧化锰含量。

本标准由冶金工业信息标准研究院提出并归口。

本标准负责起草单位:宝山钢铁股份有限公司、天津钢管公司。

本标准参加起草单位:武汉钢铁(集团)公司、首钢总公司。

本标准起草人:陈裕元、王伟敏、刘志芳、郝秀茹。

连铸保护渣化学分析方法  
火焰原子吸收光谱法测定  
氧化钾、氧化钠含量

YB/T 190.5—2001

Methods for chemical analysis of continuous casting mold powder  
The flame atomic absorption spectrometric method for the  
determination of potassium oxide and sodium oxide content

## 1 范围

本标准规定了用火焰原子吸收光谱法测定氧化钾、氧化钠含量的方法提要、试剂、仪器、分析步骤、分析结果计算、允许差。

本标准适用于连铸保护渣中氧化钾、氧化钠含量的测定,测定范围:氧化钾 0.04%~4.00%(质量分数);氧化钠 0.02%~15.00%(质量分数)。

## 2 引用标准

下列标准所包含的条文,通过在本标准中引用而构成为本标准的条文。本标准出版时,所示版本均为有效。所有标准都会被修订,使用本标准的各方应探讨使用下列标准最新版本的可能性。

GB/T 2007.2—1987 散装矿产品取样、制样通则 手工制样方法

GB/T 6682—1986 实验室用水规格

GB/T 7728—1987 冶金产品化学分析 火焰原子吸收光谱法通则

GB/T 8170—1987 数值修约规则

## 3 方法提要

试样用盐酸、氢氟酸溶解,用高氯酸冒烟处理,制备成试液。试料溶液喷入空气-乙炔火焰中,用钾、钠空心阴极灯做光源,分别于原子吸收光谱仪波长 766.5 nm 和 589.0 nm 或 330.3 nm 处测量钾和钠的吸光度。

## 4 试剂

4.1 盐酸( $\rho$  1.19 g/mL)。

4.2 氢氟酸( $\rho$  1.15 g/mL)。

4.3 高氯酸( $\rho$  1.67 g/mL),优级纯。

4.4 硝酸(1+1)。

4.5 氯化锶溶液(200 g/L):称取原子吸收光谱用试剂  $\text{SrCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  200 g 溶于水中,稀释至 1 000 mL。

4.6 氧化钾标准溶液:

4.6.1 称取 1.582 8 g 预先在 400℃~450℃灼烧 1.5 h,并于干燥器中冷却至室温的氯化钾(基准试

剂)置于 400 mL 烧杯中,加水溶解。移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀,移入塑料瓶中保存。此溶液 1 mL 含 1.00 mg 氧化钾。

4.6.2 移取 50.00 mL 氧化钾标准溶液(4.6.1)于 500 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀,移入塑料瓶中保存。此溶液 1 mL 含 100  $\mu\text{g}$  氧化钾。

4.6.3 移取 100.00 mL 氧化钾标准溶液(4.6.2)于 500 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀,移入塑料瓶中保存。此溶液 1 mL 含 20  $\mu\text{g}$  氧化钾。

#### 4.7 氧化钠标准溶液:

4.7.1 称取 1.885 8 g 预先在 400 C~450 C 灼烧 1.5 h,并于干燥器中冷却至室温的氯化钠(基准试剂)置于 400 mL 烧杯中,加水溶解。移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀,移入塑料瓶中保存。此溶液 1 mL 含 1.00 mg 氧化钠。

4.7.2 移取 50.00 mL 氧化钠标准溶液(4.7.1)于 500 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀,移入塑料瓶中保存。此溶液 1 mL 含 100  $\mu\text{g}$  氧化钠。

4.8 氧化钾、氧化钠混合标准溶液:移取 100.00 mL 氧化钾标准溶液(4.6.2)和 50.00 mL 氧化钠溶液(4.7.2)于同一个 500 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀,移入塑料瓶中保存。此溶液 1 mL 含 20  $\mu\text{g}$  氧化钾、10  $\mu\text{g}$  氧化钠。

## 5 仪器

原子吸收光谱仪:备有空气-乙炔燃烧器,钾、钠空心阴极灯以及足够纯净(不含油、水及钾、钠)的空气-乙炔气,以提供稳定清澈的贫燃火焰。

按 GB/T 7728 对原子吸收光谱仪性能的要求,所用仪器应达到下列指标:

### 5.1 精密度最低要求

用最高浓度的标准溶液测量 10 次吸光度,计算其吸光度的平均值和标准偏差。该标准偏差不应超过该吸光度平均值的 1.5%。

用最低浓度的标准溶液(不是零浓度标准溶液)测量 10 次吸光度,计算其标准偏差。该标准偏差不应超过最高浓度标准溶液平均吸光度的 0.5%。

### 5.2 特征浓度

氧化钾的特征浓度应小于 0.04  $\mu\text{g}/\text{mL}$ ;氧化钠的特征浓度应小于 0.02  $\mu\text{g}/\text{mL}$ 。

### 5.3 检出限

氧化钾的检出限应小于 0.02  $\mu\text{g}/\text{mL}$ ;氧化钠的检出限应小于 0.01  $\mu\text{g}/\text{mL}$ 。

### 5.4 校准曲线的线性

将校准曲线按浓度等分成五段,最高段的吸光度差值与最低段的吸光度差值之比不应小于 0.7。

## 6 试样

按 GB/T 2007.2 的规定制备试样。试样应全部通过 0.097 mm(160 目)筛孔,并在 105 C~110 C 干燥 2 h,置于干燥器中冷却至室温。

## 7 分析步骤

安全须知:通常在有氨、亚硝酸蒸气或有机物存在时,冒高氯酸烟可能会引起爆炸。高氯酸冒烟操作必须在通风柜中进行。

### 7.1 测定次数

同一试样,应称取两份试料进行测定,取其平均值。

### 7.2 试料量

称取 0.100 0 g 试料。

### 7.3 空白试验

除不加试料外,按分析步骤同样操作做空白试验。同时做两份。

### 7.4 测定

#### 7.4.1 试料的处理

7.4.1.1 将试料(7.2)置于铂皿或聚四氟乙烯烧杯中,以少量水湿润试料,缓慢加入 10 mL 盐酸(4.1)、5 mL 氢氟酸(4.2),低温加热,溶解试样,再准确加入 5.0 mL 高氯酸(4.3)蒸发冒烟至近干。取下冷却。加少量水及 4 mL 硝酸(4.4),低温加热溶解盐类。取下冷却,将溶液移入 100 mL 容量瓶中加 5 mL 氯化锶溶液(4.5),用水稀释至刻度,混匀。此为待测试液 A。

注:试料溶解后仍然存在大量碳粒时,用中速滤纸过滤于 100 mL 容量瓶中,用水洗净铂皿或聚四氟乙烯烧杯,洗净滤纸和不溶物,除去碳粒,以免测量时吸入毛细管,造成毛细管堵塞。再加 5 mL 氯化锶溶液(4.5),用水稀释至刻度,混匀。以此为待测试液 A。

7.4.1.2 移取待测试液 A(7.4.1.1)10.00 mL 于 100 mL 容量瓶中,加入 3.6 mL 硝酸(4.4),4.5 mL 氯化锶溶液(4.5),用水稀释至刻度,混匀。此为待测试液 B。

#### 7.4.2 测量

选用适当的待测试液在原子吸收光谱仪上按表 1 所列的测量条件。用空气-乙炔火焰,以水调零,分别测量氧化钾、氧化钠的吸光度。按表 1 所列的校准曲线上查出测量试液中相应的氧化钾、氧化钠浓度。

#### 7.4.3 校准曲线的绘制

7.4.3.1 移取 0、2.00 mL、4.00 mL、8.00 mL、12.00 mL、16.00 mL、20.00 mL 氧化钾、氧化钠混合标准溶液(4.8)分别置于一组 100 mL 容量瓶中,加入 4 mL 硝酸(4.4),加 5 mL 氯化锶溶液(4.5),用水稀释至刻度,混匀。于原子吸收光谱仪,波长 766.5 nm 和 589.0 nm 处,用空气-乙炔火焰,以水调零,分别测量每一溶液钾、钠的吸光度,分别减去相应的零浓度标准溶液的吸光度作为净吸光度。以氧化钾、氧化钠浓度为横坐标,以净吸光度为纵坐标,绘制校准曲线。

7.4.3.2 移取 0、2.00 mL、4.00 mL、6.00 mL、8.00 mL、10.00 mL、12.00 mL、14.00 mL、16.00 mL 氧化钠标准溶液(4.7.1)分别置于一组 100 mL 容量瓶中,对应加入 0、1.00、2.00、4.00、6.00、8.00、12.00、16.00、20.00 mL 氧化钾标准溶液(4.6.3),加入 4 mL 硝酸(4.4),加 5 mL 氯化锶溶液(4.5),用水稀释至刻度,混匀。于原子吸收光谱仪波长 766.5 nm 和 330.3 nm 处,用空气-乙炔火焰,以水调零,分别测量钾、钠的吸光度,分别减去相应的零浓度的吸光度作为净吸光度。以氧化钾、氧化钠浓度为横坐标,以净吸光度为纵坐标绘制校准曲线。

表 1

$w(\text{K}_2\text{O})/\%$	$w(\text{Na}_2\text{O})/\%$	测量用试液	测氧化钾量的 波长/nm	测氧化钠量的 波长/nm	选用校准曲线
0.04~0.40	0.02~0.20	待测试液 A 7.4.1.1	766.5	589.0	7.4.3.1
0.40~4.00	0.20~2.00	待测试液 B 7.4.1.2	766.5	589.0	7.4.3.1
0.04~0.40	2.00~15.00	待测试液 A 7.4.1.1	766.5	330.3	7.4.3.1
0.40~4.00	2.00~15.00	待测试液 B 7.4.1.2	766.5	—	7.4.3.1

## 8 分析结果计算

## 8.1 按式(1)计算氧化钾、氧化钠的质量分数:

$$w(\text{K}_2\text{O})(\text{Na}_2\text{O})(\%) = \frac{(c_1 - c_0) \times f \times V}{m \times 10^6} \times 100 \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中:  $c_1$ ——工作曲线上查得试样溶液的氧化钾(氧化钠)浓度,单位为  $\mu\text{g}/\text{mL}$ ;

$c_0$ ——工作曲线上查得随同试样空白的氧化钾(氧化钠)浓度,单位为  $\mu\text{g}/\text{mL}$ ;

$f$ ——稀释倍数;

$V$ ——被测试液的体积,单位为  $\text{mL}$ ;

$m$ ——试料量,单位为  $\text{g}$ 。

## 8.2 最终结果计算

当所测得试样的两个有效分析值之差不大于表 2、表 3 所规定的允许差时,则可予以平均,计算为最终分析结果。数值修约按 GB/T 8170 的规定进行。

## 9 允许差

表 2

%

$w(\text{K}_2\text{O})$	允许差
$\leq 0.40$	0.05
$> 0.40 \sim 1.00$	0.10
$> 1.00 \sim 2.00$	0.20
$> 2.00 \sim 4.00$	0.30

表 3

%

$w(\text{Na}_2\text{O})$	允许差
$\leq 0.40$	0.05
$> 0.40 \sim 1.00$	0.10
$> 1.00 \sim 2.00$	0.20
$> 2.00 \sim 4.00$	0.30
$> 4.00 \sim 10.00$	0.50
$> 10.00$	0.60

## 10 试验报告

试验报告应包括下列内容:

- 鉴别试料、实验室的分析日期等资料;
- 遵守本标准规定的程度;
- 分析结果及其表示;
- 测定中观察到的异常现象;
- 对分析结果可能有影响本标准未包括的操作,或者任选的操作。

## 前 言

YB/T 190 在《连铸保护渣化学分析方法》总标题下,包括以下部分。本标准是其中的第 6 部分。

高氯酸脱水重量法测定二氧化硅含量;

EDTA 滴定法测定氧化铝含量;

EGTA 滴定法测定氧化钙含量;

CyDTA 滴定法测定氧化镁含量;

火焰原子吸收光谱法测定氧化钾、氧化钠含量;

燃烧气体容量法和红外线吸收法测定游离碳含量;

燃烧气体容量法和红外线吸收法测定碳含量;

邻菲罗啉分光光度法和火焰原子吸收光谱法测定铁含量;

火焰原子吸收光谱法测定氧化锂含量;

离子选择电极法测定氟含量;

高碘酸钠(钾)光度法和火焰原子吸收光谱法测定氧化锰含量。

本标准由冶金工业信息标准研究院提出并归口。

本标准负责起草单位:太原钢铁集团(有限)公司。

本标准参加起草单位:首钢总公司、宝山钢铁股份有限公司、武汉钢铁(集团)公司、鞍山钢铁公司、攀枝花钢铁公司。

本标准主要起草人:曹吉祥、乌 静、徐德龙。

连铸保护渣化学分析方法  
燃烧气体容量法和红外线吸收法  
测定游离碳含量

YB/T 190.6—2001

Methods for chemical analysis of continuous casting mold powder  
The gas-volumetric method after combustion and the infrared absorption  
method for the determination of dissociation carbon content

## 1 范围

本标准规定了燃烧气体容量法和红外线吸收法测定连铸保护渣中游离碳含量的方法提要、试剂和材料、仪器与设备、试样、分析步骤、分析结果的计算和允许差。

本标准适用于连铸保护渣中游离碳量的测定。燃烧气体容量法,测定范围:0.50%~10.00%(质量分数);红外线吸收法,测定范围:0.50%~30.00%(质量分数)。

## 2 引用标准

下列标准所包含的条文,通过在本标准中引用而构成本标准的条文。本标准出版时,所示版本均为有效。所有标准都会被修订,使用本标准的各方应探讨使用下列标准最新版本的可能性。

- GB/T 223.69—1997 钢铁及合金化学分析方法 管式炉内燃烧后气体容量法测定碳含量
- GB/T 223.74—1997 钢铁及合金化学分析方法 非化合碳量的测定
- GB/T 2007.2—1987 散装矿产品取样、制样通则 手工制样法
- GB/T 8170—1987 数值修约规则

### 第一篇 燃烧气体容量法

## 3 方法提要

试样经酸溶分解,氟化钠(氢氟酸)助溶,过滤,依次酸洗、水洗、烘干。用管式炉内燃烧气体容量法进行测定。

## 4 试剂和材料

- 4.1 氧气纯度不低于 99.5%(质量分数)。
- 4.2 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。
- 4.3 氟化钠。
- 4.4 氢氟酸( $\rho=1.15$  g/mL)。
- 4.5 盐酸(1+1)。
- 4.6 盐酸(5+95)。
- 4.7 硝酸银溶液(10 g/L)。

## 5 仪器与设备

- 5.1 氧气表及氧气净化装置一套,包括缓冲瓶、洗气瓶和干燥塔。
- 5.2 燃烧气体容量法测定碳装置(气体体积测量仪)一套。
- 5.3 管式炉:附热电偶与温度自动控制器。
- 5.4 瓷管:长 600 mm,内径 23 mm,使用前在 1 200℃管式炉中分段通氧灼烧 5 min~10 min。
- 5.5 瓷舟:97 mm,使用前在 1 200℃的高温炉中灼烧 2 h 以上,冷却后贮于盛有碱石棉或碱石灰及无水氯化钙的不涂油的干燥器中备用。
- 5.6 古氏漏斗(20 mL)或玻璃漏斗(口径为 50 mm)。
- 5.7 瓷滤片(直径为 22 mm)。

## 6 试样

- 6.1 按 GB/T 2007.2 的规定抽取试样。
- 6.2 试料应全部通过 0.097 mm 筛孔。
- 6.3 试样分析前应在 105℃~110℃的烘箱干燥 2 h,取出,置于干燥器中冷却至室温。

## 7 分析步骤

### 7.1 试样量

根据试料含碳量,按表 1 称取试样。

表 1

游离碳的质量分数/%	称样量/g
0.50~1.00	1.000 0
>1.00~1.50	0.500 0
>1.50~3.00	0.300 0
>3.00~5.00	0.200 0
>5.00~10.00	0.100 0

### 7.2 空白试验

随同试样做空白试验。

### 7.3 测定

7.3.1 将试样(7.1)置于 250 mL 烧杯中,加 40 mL 盐酸(4.5),0.2 g 氟化钠(4.3),盖上表面皿低温加热溶解,待试样溶解后沿杯壁加入 50 mL 热水,煮沸 5 min~6 min。

注:高硅试样可滴加 4~6 滴氢氟酸(4.4),难溶试样在溶样时不断加水,保持溶液体积。

7.3.2 趁热用已铺有酸洗石棉(4.2)的古氏漏斗(5.6)或带瓷滤片(5.7)的玻璃漏斗(5.6)减压抽滤,先将上层的澄清液倾注于石棉(4.2)层上,再将烧杯中的残渣用热的盐酸(4.6)以倾洗法洗涤 5 次~6 次,最后将所有的残渣全部洗至石棉(4.2)滤层上,用热水洗至中性[可用硝酸银溶液(4.7)检查  $\text{Cl}^-$ ]。停止抽滤,取下漏斗,用玻璃棒将石棉层及残渣全部转移到瓷舟(5.5)中(附着于漏斗及烧杯壁上的残渣可用少许干净石棉以玻璃棒或镊子将其擦下并转移到瓷舟中)。

注:石棉(4.2)铺平并用玻璃棒在抽滤试样前压实,厚度以 5 mm~7 mm 为宜。

7.3.3 将瓷舟置于 105℃~110℃的烘箱中干燥 2 h,取出,在干燥器中冷却至室温。

7.3.4 启开玻璃磨口塞(有的定碳仪进气端为橡皮塞),将装好试样的瓷舟(7.3.3)放入瓷管内,用长钩推至瓷管加热区中部,立即塞紧管塞,预热 2 min。按照定碳仪操作规程操作,记录读数(体积或含量),并从记录的读数中扣除空白值。

7.3.5 启开玻璃磨口塞,用长钩将瓷舟拉出。

## 8 分析结果计算

8.1 当标尺的读数是体积(mL)时,以质量分数表示的碳含量由式(1)计算:

$$w(C)(\%) = \frac{A \times V \times f}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中:  $A$ ——温度 16 C、气压 101.3 kPa,封闭液面上每毫升二氧化碳中含碳质量(g),  $A$  值为 0.000 500 0 g;

$V$ ——吸收前后气体的体积差,即二氧化碳的体积,单位为 mL;

$f$ ——温度、气压修正系数,见 GB/T 223.69—1997 的附录 A;

$m$ ——试样量,单位为 g。

8.2 采用水银气压计时,气压值按式(2)校正:

$$P = P'(1 - 0.000 163 t - 0.002 6 \cos\Phi - 0.000 000 2H) \quad \dots\dots\dots(2)$$

式中:  $P$ ——校正后的气压值,单位为 kPa;

$P'$ ——水银气压计测得的气压值,单位为 kPa;

$t$ ——水银气压计所在处的温度,单位为 C;

$\Phi$ ——水银气压计所在处的纬度;

$H$ ——水银气压计所在处的海拔高度,单位为 m。

8.3 当标尺的刻度是碳含量[例如有的定碳仪把 25 mL 体积刻成碳含量为 1.250%(质量分数),有的把 30 mL 体积刻成碳含量为 1.500%(质量分数)]时,以质量分数表示的碳含量由式(3)计算:

$$w(C)(\%) = \frac{A \times x \times 20 \times f}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots(3)$$

式中:  $A$ 、 $m$ 、 $f$  所代表的意义与(1)中的相同。

$x$ ——标尺读数(碳含量)换算成二氧化碳气体体积(mL)的系数(即 25/1.250 或 30/1.500)。

## 8.4 最终结果计算

当所得试样的两个有效分析值之差不大于表 2 所规定的允许差时,则可予以平均,计算为最终分析结果。

## 9 允许差

表 2

%

游离碳的质量分数	允 许 差
0.50~1.00	0.05
>1.00~2.00	0.12
>2.00~5.00	0.20
>5.00~10.00	0.35

## 第二篇 红外线吸收法

## 10 方法提要

试样经酸溶分解,氟化钠(氢氟酸)助溶,过滤,依次酸洗,水洗,烘干。用红外线吸收法进行测定。

## 11 试剂及材料

- 11.1 氧气:纯度大于 99.95%,其他级别的氧气若能获得低而一致的空白时,也可使用。
- 11.2 动力气源:氮气,氩气或压缩空气,其杂质(水和油)质量分数小于 0.5%。
- 11.3 钨粒:碳的质量分数小于 0.002%,粒度 0.8 mm~1.4 mm。
- 11.4 锡粒:碳的质量分数小于 0.002%,粒度 0.4 mm~0.8 mm。
- 11.5 纯铁助熔剂:碳量小于 0.002%,屑状。
- 11.6 混合助熔剂:钨粒和锡粒按 8+1 混合。
- 11.7 素质坩埚( $\Phi \times h = 23 \text{ mm} \times 23 \text{ mm}$  或  $25 \text{ mm} \times 25 \text{ mm}$ ):在高于 1 200℃ 的高温炉中灼烧 2 h 或通氧烧至空白值为最低。冷却后贮于盛有碱石棉或碱石灰及无水氯化钙的不涂油的干燥器中备用。
- 11.8 高氯酸镁(无水):粒状。
- 11.9 烧碱石棉:粒状。
- 11.10 玻璃棉。
- 11.11 坩埚钳。

## 12 仪器与设备

红外线吸收定碳仪。

## 13 试样

按 GB/T 2007.2 的规定抽取试样。

- 13.1 试料应全部通过 0.097 mm 筛孔。
- 13.2 试样分析前应在 105℃~110℃ 的烘箱干燥 2 h,取出,置于干燥器中冷却至室温。

## 14 分析步骤

- 14.1 试样量 根据试料含碳量,按表 3 称取试样。

表 3

游离碳的质量分数/%	称样量/g
0.50~10.00	0.2~0.25,精确至 0.000 1 g
>10.00~30.00	0.1,精确至 0.000 1 g

- 14.2 将试样(14.1)置于 250 mL 烧杯中,加 40 mL 盐酸(4.5),0.2 g 氟化钠,盖上表面皿低温加热溶解,待试样溶解后沿杯壁加入 50 mL 热水,煮沸 5 min~6 min。

注:硅高的试样可滴加 4~6 滴氢氟酸(4.4),难溶试样在溶样时不断加水,保持溶液体积。

- 14.3 趁热用已铺有酸洗石棉的古氏漏斗或玻璃漏斗(加衬瓷滤片)减压抽滤,先将上层的澄清液倾注于石棉层上,再将烧杯中的残渣用热的盐酸(4.6)以倾洗法洗涤 5 次~6 次,最后将所有的残渣全部洗至石棉滤层上,用热水洗至中性[可用硝酸银溶液(4.7)检查  $\text{Cl}^-$ ]。停止抽滤,取下漏斗,用玻璃棒将石棉层及残渣全部转移到预先盛有 1 g 纯铁助熔剂的坩埚(11.7)中(附着于烧杯及漏斗上的残渣可用少许干净石棉以玻璃棒或镊子将其擦下并转移到坩埚中)。

注:石棉铺平并用玻璃棒在抽滤试样前压实,厚度以 5 mm~7 mm 为宜。

- 14.4 将坩埚置于 105℃~110℃ 的烘箱中干燥 4 h,取出,在干燥器中冷却至室温。
- 14.5 空白试验 随同试样做空白试验。

将经过 14.2~14.4 处理过的空白试样置于同一量程或通道,按 14.8 条进行测定。重复足够次数,直至得到低而比较一致的读数。记录最小的 3 次读数,计算平均值,按仪器说明书的规定操作。

## 14.6 分析准备

14.6.1 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。

14.6.2 选用设置最佳分析条件。

14.6.3 应用标准试样及助熔剂按 14.8 条做两次试测(不经 14.2~14.4 条化学处理),以确定仪器是否正常。

14.6.4 称取 0.500 g 含碳量为 0.050%(质量分数)左右的标准试样若干份,按 14.8 条进行测定(不经 14.2~14.4 条化学处理),其结果波动应在  $\pm 0.003\%$  范围内。

## 14.7 校正试验

14.7.1 根据待测试样的含碳量,选择相应的量程或通道,并选择 3 个同类型标样依次进行校正,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。

14.7.2 不同的量程或通道,应分别测定其空白值并校正。

14.7.3 当分析条件变化时,应重新测定空白值并校正。

## 14.8 测定

14.8.1 按待测试料的含碳量范围,分别选择仪器的最佳分析条件。

14.8.2 将试样(14.4)覆盖 1.5 g 混合助熔剂(11.6),钳取到炉台上,按仪器说明书的规定,开始分析并读取结果。

14.8.3 当所得试样的两个有效分析值之差不大于表 4 所规定的允许差时,则可予以平均,计算为最终分析结果。

## 15 允许差

表 4

%

游离碳的质量分数	允许差
0.50~1.00	0.04
>1.00~2.00	0.10
>2.00~5.00	0.16
>5.00~10.00	0.30
>10.00~15.00	0.40
>15.00~20.00	0.60
>20.00	0.85

## 16 试验报告

试验报告应包括下列内容:

- 鉴别试料、实验室的分析日期等资料;
- 遵守本标准规定的程度;
- 分析结果及其表示;
- 测定中观察到的异常现象;
- 对分析结果可能有影响本标准未包括的操作,或者任选的操作。

## 前 言

YB/T 190 在《连铸保护渣化学分析方法》总标题下,包括以下部分。本标准是其中的第 7 部分。

高氯酸脱水重量法测定二氧化硅含量;

EDTA 滴定法测定氧化铝含量;

EGTA 滴定法测定氧化钙含量;

CyDTA 滴定法测定氧化镁含量;

火焰原子吸收光谱法测定氧化钾、氧化钠含量;

燃烧气体容量法和红外线吸收法测定游离碳含量;

燃烧气体容量法和红外线吸收法测定碳含量;

邻菲罗啉分光光度法和火焰原子吸收光谱法测定铁含量;

火焰原子吸收光谱法测定氧化锂含量;

离子选择电极法测定氟含量;

高碘酸钠(钾)光度法和火焰原子吸收光谱法测定氧化锰含量。

本标准由冶金工业信息标准研究院提出并归口。

本标准负责起草单位:太原钢铁(集团)有限公司。

本标准参加起草单位:首钢总公司、宝山钢铁股份有限公司、武汉钢铁(集团)公司、鞍山钢铁公司、攀枝花钢铁公司。

本标准主要起草人:魏绪俭、曹吉祥、乌 静。

连铸保护渣化学分析方法  
燃烧气体容量法和红外线吸收法  
测定碳含量

YB/T 190.7—2001

Methods for chemical analysis of continuous casting mold powder  
The gas-volumetric method after combustion and the infrared  
absorption method for the determination of carbon content

1 范围

本标准规定了燃烧气体容量法和红外线吸收法测定连铸保护渣中碳含量的方法提要,试剂,仪器与设备,试样,分析步骤,分析结果的计算,允许差。

本标准适用于连铸保护渣中碳含量的测定。燃烧气体容量法,测定范围:0.500%~10.00%(质量分数);红外线吸收法,测定范围:0.500%~30.00%(质量分数)。

2 引用标准

下列标准所包含的条文,通过在本标准中引用而构成为本标准的条文。本标准出版时,所示版本均为有效。所有标准都会被修订,使用本标准的各方应探讨使用下列标准最新版本的可能性。

- GB/T 223.69—1997 钢铁及合金化学分析方法 管式炉内燃烧后气体容量法测定碳含量  
GB/T 2007.2—1987 散装矿产品取样、制样通则 手工制样法  
GB/T 8170—1987 数值修约规则

第一篇 燃烧气体容量法

3 方法提要

试样与助熔剂在高温(1 200℃~1 350℃)管式炉中加热通氧燃烧,将碳完全氧化成二氧化碳,除去二氧化硫后将混合气体收集于量气管中,并测量其体积。然后以氢氧化钾溶液吸收二氧化碳,再测量剩余气体的体积。吸收前后气体体积之差即为二氧化碳的体积,由此计算碳量。

4 试剂

- 4.1 氧气:纯度不低于 99.5%(体积分数)。  
4.2 助熔剂:锡粒(或锡片),铜,氧化铜,五氧化二钒和纯铁助熔剂。  
助熔剂的含碳量一般不超过 0.005%(质量分数),使用前应做空白实验,并从试样的测定值中扣除。  
4.3 活性二氧化锰,粒状。  
4.4 高锰酸钾-氢氧化钾溶液:称取 30 g 氢氧化钾溶于 70 mL 高锰酸钾饱和溶液中。  
4.5 硫酸封闭溶液:1 000 mL 水中加 1 mL 硫酸( $\rho=1.84$  g/mL),滴加数滴甲基橙溶液(1 g/L),至呈

稳定的浅红色。

## 5 仪器与设备

- 5.1 氧气表及氧气净化装置一套,包括缓冲瓶、洗气瓶和干燥塔。
- 5.2 燃烧气体容量法测定碳装置(气体体积测量仪)一套。
- 5.3 管式炉;附热电偶与温度自动控制器。
- 5.4 瓷管:长 600 mm,内径 23 mm,使用前在 1 200 C 管式炉中分段通氧灼烧 5 min~10 min。
- 5.5 瓷舟:长 88 mm 或 97 mm。使用前在 1 200 C 管式炉中通氧灼烧 2 min~4 min,也可于 1 000 C 高温炉中灼烧 1 h 以上,冷却后贮于盛有碱石棉或碱石灰及无水氯化钙的不涂油的干燥器中备用。
- 5.6 除硫管;内装颗粒活性二氧化锰,两端塞有脱脂棉。
- 5.7 长钩:用低碳镍铬丝或耐热合金丝制成,用以推进、拉出瓷舟。

## 6 试样

按 GB/T 2007.2 的规定抽取试样。

- 6.1 试料应全部通过 0.097 mm 筛孔。
- 6.2 试样分析前应在 105 C~110 C 的烘箱干燥 2 h,取出,置于干燥器中冷却至室温。

## 7 分析步骤

- 7.1 接通管式炉电源,升温。升到 1 200 C。
- 7.2 通入氧气检查整个装置的管路及活塞是否漏气,调节并保持仪器装置在正常的工作状态。更换水准瓶内的溶液,玻璃棉,除硫剂和高锰酸钾-氢氧化钾溶液后,均应先燃烧几次高碳试样以二氧化碳饱和后才能开始操作。
- 7.3 空白试验 随同试样做空白试验,直至得到稳定的空白试验值。
- 7.4 选择适当的标准样品按 7.5~7.6 的规定测量,以检查仪器装置,达到分析要求后才能开始试样分析。
- 7.5 试样量 根据试料含碳量,按表 1 称取试样。

表 1

碳的质量分数/%	称样量/g
0.50~1.00	1.000 0
>1.00~1.50	0.500 0
>1.50~3.00	0.300 0
>3.00~5.00	0.200 0
>5.00~10.00	0.100 0

## 7.6 测定:

- 7.6.1 称取试样(7.5)置于瓷舟(5.5)中,加适当的助熔剂(4.2)均匀覆盖于试样上。
- 7.6.2 启开玻璃磨口塞(有的定碳仪进气端为橡皮塞),将装好试样和助熔剂的瓷舟(5.5)放入瓷管(5.4)内,用长钩(5.7)推至瓷管加热区中部,立即塞紧管塞,预热 2 min。按照定碳仪操作规程操作,记录读数(体积或含量),并从记录的读数中扣除空白值。
- 7.6.3 启开玻璃磨口塞,用长钩将瓷舟拉出。

## 8 分析结果的计算

- 8.1 当标尺的读数是体积(mL)时,以质量分数表示的碳含量由式(1)计算:

$$w(C)(\%) = \frac{A \times V \times f}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中：A——温度 16 C、气压 101.3 kPa，封闭液面上每毫升二氧化碳中含碳质量(g)，A 值为 0.000 500 0 g；

V——吸收前后气体的体积差，即二氧化碳的体积，单位为 mL；

f——温度、气压修正系数，见 GB/T 223.69—1997 的附录 A；

m——试样量，单位为 g。

8.2 采用水银气压计时，气压值按式(2)校正：

$$P = P'(1 - 0.000 163 t - 0.002 6 \cos\Phi - 0.000 000 2H) \quad \dots\dots\dots(2)$$

式中：P——校正后的气压值，单位为 kPa；

P'——水银气压计测得的气压值，单位为 kPa；

t——水银气压计所在处的温度，单位为 C；

Φ——水银气压计所在处的纬度；

H——水银气压计所在处的海拔高度，单位为 m。

8.3 当标尺的刻度是碳含量[例如有的定碳仪把 25 mL 体积刻成碳含量为 1.250%(质量分数)，有的把 30 mL 体积刻成碳含量为 1.500%(质量分数)]时，以质量分数表示的碳含量由公式(3)计算：

$$w(C)(\%) = \frac{A \times x \times 20 \times f}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots(3)$$

式中：A、m、f——所代表的意义与式(1)中的相同。

x——标尺读数(碳含量)换算成二氧化碳气体体积(mL)的系数(即 25/1.250 或 30/1.500)。

8.4 最终结果计算 当所得试样的两个有效分析值之差不大于表 2 所规定的允许差时，则可予以平均，计算为最终分析结果。

## 9 允许差

表 2

%

碳的质量分数	允 许 差
0.500~1.000	0.045
>1.00~2.00	0.08
>2.00~5.00	0.15
>5.00~10.00	0.25

## 第二篇 红外线吸收法

### 10 方法提要

试样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，其吸收能与碳的浓度成正比，根据检测器接受能量变化可测得碳量。

### 11 试剂及材料

11.1 氧气：纯度大于 99.95%，其他级别的氧气若能获得低而一致的空白时，也可使用。

11.2 动力气源：氮气，氩气或压缩空气，其杂质(水和油)质量分数小于 0.5%。

11.3 钨粒：碳的质量分数小于 0.002%，粒度 0.8 mm~1.4 mm。

- 11.4 锡粒:碳的质量分数小于 0.002%,粒度 0.4 mm~0.8 mm。
- 11.5 纯铁助熔剂:碳量小于 0.002%,屑状。
- 11.6 混合助熔剂:钨粒和锡粒按 8+1 混合。
- 11.7 素质坩埚( $\Phi \times h = 23 \text{ mm} \times 23 \text{ mm}$  或  $25 \text{ mm} \times 25 \text{ mm}$ ):在高于 1 200℃的高温炉中灼烧 2 h 或通氧烧至空白值为最低。冷却后贮于盛有碱石棉或碱石灰及无水氯化钙的不涂油的干燥器中备用。
- 11.8 高氯酸镁(无水):粒状。
- 11.9 烧碱石棉:粒状。
- 11.10 玻璃棉。
- 11.11 坩埚钳。

## 12 仪器与设备

红外线吸收定碳仪。

## 13 试样

按 GB/T 2007.2 的规定抽取试样。

- 13.1 试料应全部通过 0.097 mm(160 目)筛孔。
- 13.2 试样分析前应在 105℃~110℃的烘箱干燥 2 h,取出,置于干燥器中冷却至室温。

## 14 分析步骤

### 14.1 试样量

根据试料含碳量,按表 3 称取试样。

表 3

碳的质量分数/%	称样量/g
0.50~10.00	0.2~0.25 精确至 0.000 1 g
>10.00~30.00	0.1 精确至 0.000 1 g

### 14.2 空白试验

在预先盛有 1.5 g~2.0 g 纯铁助熔剂(11.5)的坩埚(11.7)内,覆盖 1.5 g 混合助熔剂(11.6),于同一量程或通道,按 14.5 条进行测定。重复足够次数,直至得到低而比较一致的读数。记录最小的三次读数,计算平均值,按仪器说明书操作。

### 14.3 分析准备

- 14.3.1 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。
- 14.3.2 选用设置最佳分析条件。
- 14.3.3 应用标准试样及助熔剂按 14.5 条做两次测试,以确定仪器是否正常。
- 14.3.4 称取 0.500 g 含碳量为 0.050%左右的标准试样若干份,按 14.5 条进行测定,其结果波动应在  $\pm 0.003\%$  范围内。

### 14.4 校正试验

- 14.4.1 根据待测试样的含碳量,选择相应的量程或通道,并选择 3 个同类型标样依次进行校正,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。
- 14.4.2 不同的量程或通道,应分别测定其空白值并校正。
- 14.4.3 当分析条件变化时,要求重新测定空白值并校正。

### 14.5 测定

- 14.5.1 按待测试样的含碳量范围,分别选择仪器的最佳分析条件。

14.5.2 将试样(14.1)均匀置于预先盛有 1.5 g~2.0 g 纯铁助熔剂(11.5)的坩埚(11.7)内,覆盖1.5 g 混合助熔剂(11.6),钳取坩埚放到炉台上,按仪器说明书操作,开始分析并读取结果。

14.5.3 当所得试样的两个有效分析值之差不大于表 4 所规定的允许差时,则可予以平均,计算为最终分析结果。

## 15 允许差

表 4

%

碳的质量分数	允许差
0.500~1.000	0.035
>1.000~2.000	0.060
>2.000~5.000	0.120
>5.00~10.00	0.20
>10.00~15.00	0.30
>15.00~20.00	0.45
>20.00~30.00	0.65

## 16 试验报告

试验报告应包括下列内容:

- a) 鉴别试料、实验室的分析日期等资料;
- b) 遵守本标准规定的程度;
- c) 分析结果及其表示;
- d) 测定中观察到的异常现象;
- e) 对分析结果可能有影响本标准未包括的操作,或者任选的操作。

## 前 言

YB/T 190 在《连铸保护渣化学分析方法》总标题下,包括以下部分。本标准是其中的第 8 部分。

高氯酸脱水重量法测定二氧化硅含量;

EDTA 滴定法测定氧化铝含量;

EGTA 滴定法测定氧化钙含量;

CyDTA 滴定法测定氧化镁含量;

火焰原子吸收光谱法测定氧化钾、氧化钠含量;

燃烧气体容量法和红外线吸收法测定游离碳含量;

燃烧气体容量法和红外线吸收法测定碳含量;

邻菲罗啉分光光度法和火焰原子吸收光谱法测定铁含量;

火焰原子吸收光谱法测定氧化锂含量;

离子选择电极法测定氟含量;

高碘酸钠(钾)光度法和火焰原子吸收光谱法测定氧化锰含量。

本标准由冶金工业信息标准研究院提出并归口。

本标准负责起草单位:武汉钢铁(集团)公司、天津钢管公司。

本标准参加起草单位:宝山钢铁股份有限公司、本溪钢铁集团公司、伊川保护渣厂。

本标准主要起草人:张穗忠、沈金科、李云娜、张向东、张宝利。

连铸保护渣化学分析方法  
邻菲啰啉分光光度法和火焰原子  
吸收光谱法测定铁含量

YB/T 190.8—2001

Methods for chemical analysis of continuous casting mold powder  
The o-phenanthroline spectrophotometric and flame atomic absorption  
spectrometric method for the determination of iron content

## 1 范围

本标准规定了邻菲啰啉分光光度法和火焰原子吸收光谱法测定铁含量的方法提要、试剂、仪器、试样、分析步骤、分析结果计算和允许差。

本标准适用于连铸保护渣中铁含量的测定。第一篇 邻菲啰啉分光光度法,测定范围:0.10%~5.00%(质量分数)。第二篇 火焰原子吸收光谱法,测定范围:0.10%~5.00%(质量分数)。

## 2 引用标准

下列标准所包含的条文,通过在本标准中引用而构成为本标准的条文。本标准出版时,所示版本均为有效。所有标准都会被修订,使用本标准的各方应探讨、使用下列标准最新版本的可能性。

GB/T 2007.2—1987 散装矿产品的取样、制样通则 手工制样方法

GB/T 7728—1987 冶金产品化学分析 火焰原子吸收光谱法通则

GB/T 8170—1987 数值修约规则

### 第一篇 邻菲啰啉分光光度法测定铁含量

## 3 方法提要

试料以盐酸、氢氟酸、硝酸分解,高氯酸冒烟至近干,稀盐酸溶解浸取盐类,以抗坏血酸还原铁(Ⅲ)至铁(Ⅱ)。在乙酸-乙酸钠缓冲溶液中,邻菲啰啉与铁(Ⅱ)生成橙红色络合物,于分光光度计波长510 nm处测量吸光度。

## 4 试剂

4.1 盐酸( $\rho$ 1.19 g/mL)。

4.2 盐酸(1+9)。

4.3 硝酸( $\rho$ 1.42 g/mL)。

4.4 高氯酸( $\rho$ 1.67 g/mL)。

4.5 氢氟酸( $\rho$ 1.15 g/mL)。

4.6 抗坏血酸溶液(10 g/L):用时配制。

4.7 邻菲啰啉溶液(10 g/L):称取5 g邻菲啰啉溶于100 mL乙醇中,用水稀释至500 mL。

4.8 乙酸-乙酸钠缓冲溶液(pH=4.7):称取 136 g 乙酸钠( $\text{CH}_3\text{COONa} \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ )溶于 300 mL 水中,加入 57.0 mL 冰乙酸( $\rho 1.05 \text{ g/mL}$ ),以水稀释至 1 000 mL,混匀。

4.9 铁标准溶液:

4.9.1 称取 1.429 7 g 预先于 650°C 灼烧 2 h 并冷却至室温的三氧化二铁[ $>99.99\%$ (质量分数)]于 200 mL 烧杯中,加入 40 mL 盐酸(4.2),加热溶解,冷却至室温,移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液每毫升含 1.00 mg 铁。

4.9.2 移取 20.00 mL 铁标准溶液(4.9.1)于 1 000 mL 容量瓶中,加 10 mL 盐酸(4.1),用水稀释至刻度,混匀。此溶液每毫升含 20.00  $\mu\text{g}$  铁。

## 5 试样

按 GB/T 2007.2 的规定制备试样。

试样应全部通过 0.097 mm(160 目)筛孔。预先于 105°C~110°C 干燥 2 h,置于干燥器中冷却至室温。

## 6 分析步骤

安全须知:通常在有氨、亚硝酸蒸气或有机物存在时,冒高氯酸烟可能会引起爆炸,操作应在抽风柜中进行。

### 6.1 测定次数

同一试样应称取两份试料进行测定。

### 6.2 试料量

称取试料 0.200 0 g。

### 6.3 空白试验

随同试样做空白试验。

### 6.4 测定

6.4.1 将试料(6.2)置于 300 mL 聚四氟乙烯烧杯中,用少量水湿润,加入 20 mL 盐酸(4.1)、5 mL 氢氟酸(4.5)、5 mL 硝酸(4.3),低温加热 30 min。加 5 mL 高氯酸(4.4),低温加热至冒高氯酸烟,继续加热冒烟至近干。稍冷,加入 10 mL 盐酸(4.2),用少量水冲洗杯壁,加热 5 min 溶解盐类,取下,冷却至室温,将试液按表 1 移入容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。试液用慢速滤纸干过滤。

注:若试样含碳量太高而影响刻度的观察,可待沉淀下沉后再用水稀释至刻度。

6.4.2 按表 1 分取试液(6.4.1)于 100 mL 容量瓶中,加入 2 mL 抗坏血酸溶液(4.6),混匀,再加入 20 mL 乙酸-乙酸钠缓冲溶液(4.8),2 mL 邻二氮杂菲溶液(4.7),用水稀释至刻度,混匀,室温放置 15 min。

表 1

铁的质量分数/%	容量瓶体积/mL	分取试液体积/mL
0.10~0.50	100	20.00
>0.50~2.00	100	5.00
>2.00~5.00	250	5.00

6.4.3 将部分显色液移入 2 cm 吸收皿中,以空白试验溶液为参比,于分光光度计波长 510 nm 处测量吸光度。从工作曲线上查出铁量。

6.4.4 移取 0.2.00 mL、4.00 mL、6.00 mL、8.00 mL、10.00 mL 铁标准溶液(4.9.2)于 100 mL 容量瓶中,以下操作同 6.4.2。将部分显色液移入 2 cm 吸收皿中,以试剂空白溶液为参比,于分光光度计波长 510 nm 处测量吸光度。以铁量为横坐标,吸光度为纵坐标绘制工作曲线。

## 7 分析结果计算

### 7.1 按式(1)计算铁的质量分数:

$$w(\text{Fe})(\%) = \frac{m_1}{m_2 \times 10^6} \times 100 \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中:  $m_1$ ——工作曲线上查得的试液中的铁量,单位为  $\mu\text{g}$ ;

$m_2$ ——分取试液中的试料量,单位为  $\text{g}$ 。

### 7.2 最终结果计算:

当所得试样的两个有效分析值之差小于表 2 所规定的试样允许差时,则可予以平均计算为最终分析结果。数值修约按 GB/T 8170 的规定进行。

## 8 允许差

表 2

%

氧化铁的质量分数	允许差
0.10~0.30	0.02
>0.30~0.50	0.04
>0.50~1.00	0.06
>1.00~2.00	0.08
>2.00~3.00	0.15
>3.00~5.00	0.25

## 第二篇 火焰原子吸收光谱法测定铁含量

## 9 方法提要

试料以盐酸、氢氟酸、硝酸分解,高氯酸冒烟至近干。在盐酸介质中,将试样溶液喷入空气-乙炔火焰中,用铁空心阴极灯作光源,于原子吸收光谱仪波长 248.3 nm 处测量吸光度。

## 10 试剂

10.1 盐酸( $\rho$ 1.19 g/mL)。

10.2 硝酸( $\rho$ 1.42 g/mL)。

10.3 高氯酸( $\rho$ 1.67 g/mL)。

10.4 氢氟酸( $\rho$ 1.15 g/mL)。

10.5 氯化锶溶液(100 g/L):称取 168 g 氯化锶( $\text{SrCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ )溶于水中,用水稀释至 1 000 mL。

10.6 铁标准溶液:

10.6.1 称取 1.429 7 g 预先于 650 °C 灼烧 2 h 并冷却至室温的三氧化二铁[ $\geq 99.99\%$ (质量分数)],于 200 mL 烧杯中,加入 40 mL 盐酸(1+1),加热溶解,冷却至室温,移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液每毫升含 1.00 mg 铁。

10.6.2 移取 50.00 mL 铁标准溶液(10.6.1)于 250 mL 容量瓶中,加入 10 mL 盐酸(1+1),用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1.00 mL 含 200.0  $\mu\text{g}$  铁。

## 11 仪器

原子吸收光谱仪,备有空气-乙炔燃烧器,铁空心阴极灯。空气-乙炔气足够纯净(不含油、水和铁),

以提供稳定清澈的贫燃火焰。

按 GB/T 7728 对原子吸收光谱仪性能的判断,所用原子吸收光谱仪应达到下列要求:

### 11.1 精密度的最低要求

用最高浓度的标准溶液测量 10 次吸光度,并计算其吸光度平均值和标准偏差。该标准偏差不超过吸光度平均值的 1%。

用最低浓度的标准溶液(不是零浓度标准溶液)测量 10 次吸光度,并计算其吸光度平均值和标准偏差。该标准偏差不超过最高标准溶液吸光度平均值的 0.5%。

### 11.2 特征浓度

铁的特征浓度应小于  $0.12 \mu\text{g}/\text{mL}$ 。

### 11.3 检出限

铁的检出限应小于  $0.06 \mu\text{g}/\text{mL}$ 。

### 11.4 校准曲线

校准曲线按浓度等分成五段,最高段吸光度差值与最低段吸光度差值之比不应小于 0.7。

## 12 试样

按 GB/T 2007.2 的规定制备试样。

试样应全部通过  $0.097 \text{ mm}$ (160 目)筛孔。预先于  $105^\circ\text{C} \sim 110^\circ\text{C}$  干燥 2 h,置于干燥器中冷却至室温。

## 13 分析步骤

安全须知:通常在有氨、亚硝酸蒸气或有机物存在时,冒高氯酸烟可能会引起爆炸,操作应在抽风柜中进行。

### 13.1 测定次数

同一试样应称取两份试料进行测定。

### 13.2 试料量

称取试料  $0.2000 \text{ g}$ 。

### 13.3 空白试验

随同试样做空白试验。

### 13.3 测定

13.3.1 将试料(13.2)置于  $300 \text{ mL}$  聚四氟乙烯烧杯中,加入少量水湿润,加入  $10 \text{ mL}$  盐酸(10.1)、 $5 \text{ mL}$  氢氟酸(10.4)、 $5 \text{ mL}$  硝酸(10.2),低温加热  $30 \text{ min}$  后,加入  $5 \text{ mL}$  高氯酸(10.3),低温加热至冒高氯酸烟,继续加热冒烟至体积为  $1 \text{ mL}$  左右,稍冷却,加入  $5 \text{ mL}$  盐酸(10.1),用水冲洗杯壁,继续加热溶解盐类,冷却至室温,移入  $100 \text{ mL}$  容量瓶中,加入  $5 \text{ mL}$  氯化锶溶液(10.5),用水稀释至刻度,混匀。

注:若试样含碳量太高而影响刻度的观察,可待沉淀下沉后再用水稀释至刻度。

13.3.2 铁的质量分数为  $0.50\% \sim 2.50\%$  的试样分取  $20.00 \text{ mL}$  试液至  $100 \text{ mL}$  容量瓶中,加入  $5 \text{ mL}$  盐酸(10.1)、 $5 \text{ mL}$  氯化锶溶液(10.5),用水稀释至刻度,混匀;铁的质量分数为  $1.00\% \sim 5.00\%$  的试样分取  $10.00 \text{ mL}$  试液至  $100 \text{ mL}$  容量瓶中,加入  $5 \text{ mL}$  盐酸(10.1)、 $5 \text{ mL}$  氯化锶溶液(10.5),用水稀释至刻度,混匀;铁的质量分数为  $0.10\% \sim 0.50\%$  的试样不用稀释。按 GB/T 7728 的要求和操作将原子吸收光谱仪调节至最佳工作条件,以空气-乙炔火焰,于波长  $248.3 \text{ nm}$  处,用水调零点,测量吸光度,从校准曲线上查出相应铁的浓度。

### 13.4 校准曲线的绘制

13.4.1 移取  $0, 1.00 \text{ mL}, 2.00 \text{ mL}, 3.00 \text{ mL}, 4.00 \text{ mL}, 5.00 \text{ mL}$  铁标准溶液(10.6.2)至  $100 \text{ mL}$  容量瓶中,加入  $5 \text{ mL}$  盐酸(10.1)、 $5 \text{ mL}$  氯化锶溶液(10.5),用水稀释至刻度,混匀。

13.4.2 在原子吸收光谱仪上,以空气-乙炔火焰,于波长 248.3 nm 处,用水调零点,测量吸光度。

13.4.3 校准曲线系列每一标准溶液的吸光度减去零浓度溶液的吸光度为净吸光度,以铁浓度为横坐标,净吸光度为纵坐标,绘制校准曲线。

## 14 分析结果计算

14.1 按式(2)计算铁的质量分数:

$$w(\text{Fe})(\%) = \frac{(c_1 - c_0) \times f \times 100}{m \times 10^6} \times 100 \quad \dots\dots\dots(2)$$

式中:  $c_0$ ——校准曲线上查得的空白试验溶液中铁的浓度,单位为  $\mu\text{g/mL}$ ;

$c_1$ ——校准曲线上查得的试液中铁的浓度,单位为  $\mu\text{g/mL}$ ;

$f$ ——稀释倍数;

$m$ ——试料量,单位为  $\text{g}$ 。

14.2 最终结果计算:

当所得试样的两个有效分析值之差并不大于表 3 所规定的试样允许差时,则可予以平均计算为最终分析结果。数值修约按 GB/T 8170 的规定进行。

## 15 允许差

表 3

%

氧化铁的质量分数	允 许 差
0.10~0.30	0.02
>0.30~0.50	0.04
>0.50~1.00	0.06
>1.00~2.00	0.08
>2.00~3.00	0.15
>3.00~5.00	0.25

## 16 试验报告

试验报告应包括下列内容:

- 鉴别试料、实验室的分析日期等资料;
- 遵守本标准规定的程度;
- 分析结果及其表示;
- 测定中观察到的异常现象;
- 对分析结果可能有影响本标准未包括的操作,或者任选的操作。

## 前 言

YB/T 190 在《连铸保护渣化学分析方法》总标题下,包括以下部分。本标准是其中的第 9 部分。

高氯酸脱水重量法测定二氧化硅含量;

EDTA 滴定法测定氧化铝含量;

EGTA 滴定法测定氧化钙含量;

CyDTA 滴定法测定氧化镁含量;

火焰原子吸收光谱法测定氧化钾、氧化钠含量;

燃烧气体容量法和红外线吸收法测定游离碳含量;

燃烧气体容量法和红外线吸收法测定碳含量;

邻菲罗啉分光光度法和火焰原子吸收光谱法测定铁含量;

火焰原子吸收光谱法测定氧化锂含量;

离子选择电极法测定氟含量;

高碘酸钠(钾)光度法和火焰原子吸收光谱法测定氧化锰含量。

本标准由冶金工业信息标准研究院提出并归口。

本标准负责起草单位:首钢总公司、天津钢管公司。

本标准参加起草单位:宝山钢铁股份有限公司、太原钢铁(集团)有限公司、包头钢铁稀土公司、武汉钢铁(集团)公司。

本标准主要起草人:张 磊、宁伟光、张东生、张 璐、于双锁。

连铸保护渣化学分析方法

火焰原子吸收光谱法测定氧化锂含量

YB/T 190.9—2001

Methods for chemical analysis of continuous casting mold powder

The flame atomic absorption spectrometric method for  
the determination of lithium oxide content

1 范围

本标准规定了火焰原子吸收光谱法测定氧化锂含量的方法提要、试剂、仪器、试样、分析步骤、结果计算、允许差。

本标准适用于连铸保护渣中氧化锂含量的测定。测定范围:0.05%~5.00%(质量分数)。

2 引用标准

下列标准所包含的条文,通过在本标准中引用而构成为本标准的条文。本标准出版时,所示版本均为有效。所有标准都会被修订,使用本标准的各方应探讨使用下列标准最新版本的可能性。

GB/T 2007.2—1987 散装矿产品取样、制样通则 手工制样方法

GB/T 7728—1987 冶金产品化学分析 火焰原子吸收光谱法通则

GB/T 8170—1987 数值修约规则

3 方法提要

试样用盐酸、氢氟酸溶解,高氯酸冒烟赶氟,制成硝酸溶液,用原子吸收光谱仪在波长 670.8 nm 处,以空气-乙炔火焰测定锂的吸光度。

4 试剂

4.1 盐酸( $\rho$  1.19 g/mL)。

4.2 高氯酸( $\rho$  1.67 g/mL)。

4.3 氢氟酸( $\rho$  1.15 g/mL)。

4.4 硝酸(1+1)。

4.5 硝酸钾溶液配制:称取 2.698 0 g 硝酸钾,置于 150 mL 烧杯中,加水溶解,移入 500 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 5.00 mL 氧化钾。

4.6 氧化锂标准贮存溶液配制:称取 2.472 8 g 预先在 105℃~110℃烘 2 h 的碳酸锂(基准试剂),置于 250 mL 烧杯中,加 100 mL 水,盖上表皿,从杯嘴滴加 10 mL 硝酸(4.4)溶解,加热煮沸。冷却后,移入 1 000 mL 的容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。此溶液 1 mL 含 1.00 mg 氧化锂。

4.7 氧化锂标准溶液:移取 100.00 mL 氧化锂标准贮存溶液(4.6),置于 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含氧化锂 100.00  $\mu$ g。

## 5 仪器

原子吸收光谱仪; 锂空心阴极灯, 空气-乙炔预混合燃烧器以及足够纯净的空气-乙炔气, 以提供稳定清澈的贫燃火焰。

按 GB/T 7728 对原子吸收光谱仪性能的要求, 所用仪器应达到下列指标。

### 5.1 精密度最低要求

用最高浓度的标准溶液测量 10 次吸光度, 计算其吸光度的平均值和标准偏差。该标准偏差不应超过该吸光度平均值的 1.5%。

用最低浓度的标准溶液(不是零浓度标准溶液)测量 10 次吸光度, 计算标准偏差。该标准偏差不应超过最高浓度标准溶液平均吸光度的 0.5%。

### 5.2 校准曲线的线性

将校准曲线按浓度等分成五段, 最高段的吸光度差值与最低段的吸光度差值之比不应小于 0.7。

### 5.3 特征浓度

锂的特征浓度应小于  $0.12 \mu\text{g}/\text{mL}$ 。

### 5.4 检出限

锂的检出限应小于  $0.1 \mu\text{g}/\text{mL}$ 。

## 6 试样

按 GB/T 2007.2 的规定制备试样。

6.1 试样应全部通过  $0.097 \text{ mm}$  (160 目) 的筛孔。

6.2 试样分析前应在  $105 \text{ C} \sim 110 \text{ C}$  烘  $1 \text{ h} \sim 2 \text{ h}$ , 置于干燥器中冷却至室温。

## 7 分析步骤

安全须知: 通常在有氨、亚硝酸蒸气或有机物存在时, 冒高氯酸烟可能会引起爆炸。高氯酸冒烟操作必须在通风柜中进行。

### 7.1 测定次数

同一试样, 在同一实验室, 应由同一人在不同时间内进行 2 次测定。

### 7.2 试料量

质量分数大于或等于 0.1% 称取  $0.1000 \text{ g}$  试料。质量分数小于 0.1%, 称取  $0.2000 \text{ g}$  试料。

### 7.3 空白试验

随同试样做空白试验, 所用试剂须取自同一试剂瓶中。

### 7.4 测定

#### 7.4.1 试料处理

将试料(7.2)置于铂皿或聚四氟乙烯烧杯中, 用少量水润湿, 加  $5 \text{ mL}$  氢氟酸(4.3),  $10 \text{ mL}$  盐酸(4.1), 低温加热溶解, 试样溶解后, 加  $5 \text{ mL}$  高氯酸(4.2), 继续加热至高氯酸冒尽白烟, 取下稍冷。用少量水冲洗皿壁, 再加入  $2 \text{ mL}$  高氯酸(4.2), 继续加热至冒尽高氯酸白烟, 取下, 冷却。加入  $2 \text{ mL}$  硝酸(4.4),  $10 \text{ mL}$  水, 低温加热至盐类溶解, 取下, 冷却。加  $6 \text{ mL}$  硝酸钾溶液(4.5), 移入  $100 \text{ mL}$  容量瓶中, 用水稀释至刻度, 混匀。含量大于 1.0% 时, 可吸取  $10 \text{ mL}$  清液至另一  $100 \text{ mL}$  容量瓶中, 补  $2 \text{ mL}$  硝酸(4.4)与  $6 \text{ mL}$  硝酸钾溶液(4.5), 用水稀释至刻度, 摇匀, 测量。

注: 试料中有未溶解的碳粒时, 可静置一段时间再测量。

#### 7.4.2 测量

将试液于原子吸收光谱仪波长  $670.8 \text{ nm}$  处, 使用空气-乙炔火焰, 以水调零, 测量氧化锂的吸光度, 根据校准曲线查出氧化锂量。

### 7.4.3 绘制校准曲线

分取 0、1.00 mL、2.00 mL、4.00 mL、6.00 mL、8.00 mL、10.00 mL 氧化锂标准溶液(4.7),分别置于 100 mL 容量瓶中,各加 2 mL 硝酸(4.4),6 mL 硝酸钾溶液(4.5),用水稀释至刻度,混匀。以下按 7.4.2 操作,并绘制校准曲线。

## 8 结果计算

### 8.1 按式(1)计算氧化锂的质量分数:

$$w(\text{Li}_2\text{O})(\%) = \frac{(c_2 - c_1) \times f \times V}{m \times 10^6} \times 100 \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中:  $c_1$ ——由标准曲线查得空白溶液中氧化锂量,单位为  $\mu\text{g}/\text{mL}$ ;

$c_2$ ——由标准曲线查得试液中氧化锂量,单位为  $\mu\text{g}/\text{mL}$ ;

$m$ ——试料量,单位为  $\text{g}$ ;

$f$ ——稀释倍数;

$V$ ——被测试液的体积,单位为  $\text{mL}$ 。

### 8.2 最终结果计算

当所得试样的两个有效分析值之差不大于试样允许差时,则可予以平均,计算为最终分析结果。数值修约按 GB/T 8170 的规定进行。

## 9 允许差

分析值的允许差不应大于表 1 的规定。

表 1

%

氧化锂的质量分数	允 许 差
<0.10	0.02
$\geq 0.10 \sim 1.00$	0.05
$> 1.00 \sim \leq 5.00$	0.20

## 10 试验报告

试验报告应包括下列内容:

- a) 鉴别试料、实验室的分析日期等资料;
- b) 遵守本标准规定的程度;
- c) 分析结果及其表示;
- d) 测定中观察到的异常现象;
- e) 对分析结果可能有影响本标准未包括的操作,或者任选的操作。

## 前 言

YB/T 190 在《连铸保护渣化学分析方法》总标题下,包括以下部分。本标准是其中第 10 部分。

高氯酸脱水重量法测定二氧化硅含量;

EDTA 滴定法测定氧化铝含量;

EGTA 滴定法测定氧化钙含量;

CyDTA 滴定法测定氧化镁含量;

火焰原子吸收光谱法测定氧化钾、氧化钠含量;

燃烧气体容量法和红外线法测定游离碳含量;

燃烧气体容量法和红外线法测定碳含量;

邻菲罗啉分光光度法和火焰原子吸收光谱法测定铁含量;

火焰原子吸收光谱法测定氧化锂含量;

离子选择电极法测定氟含量;

高碘酸钠(钾)光度法和火焰原子吸收光谱法测定氧化锰含量。

本标准由冶金工业信息标准研究院提出并归口。

本标准负责起草单位:包头钢铁稀土公司。

本标准参加起草单位:首钢总公司、太原钢铁(集团)有限公司。

本标准主要起草人:高 飞、张 利。

连铸保护渣化学分析方法  
离子选择电极法测定氟含量

YB/T 190.10—2001

Methods for chemical analysis of continuous casting mold powder  
The ion-selective electrode method for  
the determination of fluorine content

1 范围

本标准规定了氟离子选择电极法测定氟含量的方法提要、试剂和材料、仪器和设备、试样分析步骤、分析结果的计算和允许差。

本标准适用于连铸保护渣中氟含量的测定,测定范围:0.50%~15.00%(质量分数)。

2 引用标准

下列标准所包含的条文,通过在本标准中引用而构成为本标准的条文。本标准出版时,所示版本均为有效。所有标准都会被修订,使用本标准的各方应探讨使用下列标准最新版本的可能性。

GB/T 2007.2—1987 散装矿产品取样、制样通则 手工制样方法

GB/T 8170—1987 数值修约规则

3 方法提要

试样用氢氧化钠和过氧化钠熔融,用水浸取,干过滤后分取部分液,加入总离子强度调节缓冲溶液,然后用氟离子选择电极电位法直接定。

4 试剂

4.1 氢氧化钠。

4.2 过氧化钠。

4.3 盐酸( $\rho$  1.19 g/mL)。

4.4 无水乙醇。

4.5 盐酸(1+4)。

4.6 盐酸(1+10)。

4.7 氢氧化钠溶液(20 g/L)。

4.8 总离子强度调节缓冲溶液:称取 147.05 g 柠檬酸钠( $\text{Na}_3\text{C}_6\text{H}_5\text{O}_7 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ )和 50.5 g 硝酸钾,分别溶于约 400 mL 水中,合并后用盐酸(4.5)和氢氧化钠(4.7)于酸度计调节 pH 值为  $6.5 \pm 0.1$ ,然后移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度混匀。

4.9 氟标准溶液:

将氟化钠(基准纯试剂)置于称量瓶中,于 120℃ 烘干 1 h,在干燥器中冷却至室温,备用。

4.9.1 准确称取 2.210 1 g 于 120℃ 烘干 1 h,在干燥器中冷却至室温的氟化钠,经水溶解后,移入

1 000 mL容量瓶中混匀,此溶液 1 mL 含 1.000 mg 氟。

4.9.2 准确吸取(4.9.1)100.00 mL,移入 500 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度混匀,此溶液 1 mL 含 200  $\mu\text{g}$  氟。

4.9.3 准确吸取(4.9.1)50.00 mL,移入 500 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度混匀,此溶液 1 mL 含 100  $\mu\text{g}$  氟。

4.9.4 准确吸取(4.9.3)50.00 mL,移入 500 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度混匀,此溶液 1 mL 含 10  $\mu\text{g}$  氟。

上述标准溶液配制后,均应立即贮于塑料瓶中备用。

4.10 茜素 S 溶液(1 g/L)。

## 5 仪器和设备

5.1 离子活度计。

5.2 氟离子选择电极。

5.3 甘汞电极。

5.4 磁力搅拌器,附包有聚乙烯搅拌磁子。

## 6 试样

按 GB/T 2007.2 的规定制备试样。

6.1 试样应全部通过 0.097 mm(160 目)的筛孔。

6.2 试样应在 105  $^{\circ}\text{C}$ ~110  $^{\circ}\text{C}$  烘干 1 h,并置于干燥器中冷却至室温。

## 7 分析步骤

### 7.1 测定次数

同一试样,应称取两份试料进行测定。

### 7.2 试料量

按表 1 分取试料。

表 1

氟的质量分数/%	试料/g	溶液总体积/mL	分取试液体积/mL
0.50~5.00	0.200 0	100	10.00
>5.01~8.00	0.200 0	100	5.00
>8.01~15.00	0.200 0	100	5.00

### 7.3 测定

#### 7.3.1 试料的处理

7.3.1.1 将试料(7.2)置于盛有 3 g 氢氧化钠(4.1)的镍坩埚中,加入 1 g 过氧化钠(4.2)。

7.3.1.2 将坩埚置于高温炉中,于 650  $^{\circ}\text{C}$ ~700  $^{\circ}\text{C}$  熔融 8 min 取出,冷却,将坩埚放入 300 mL 聚四氟乙烯烧杯中,加约 60 mL 热水提取,洗出坩埚,加数滴无水乙醇(4.4)煮沸,冷却至室温,移入 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度混匀,立即干过滤于聚乙烯烧杯中,按表 1 分取滤液于 50 mL 聚乙烯烧杯中,加 2 滴茜素 S 溶液(4.10)用盐酸(4.5)中和至溶液刚变黄色,再用氢氧化钠(4.7)将溶液调为紫红色,加入 25 mL 总离子强度调节缓冲溶液(4.8),移入 50 mL 聚乙烯容量瓶中,用水稀释至刻度混匀,此溶液为待测溶液。

#### 7.3.2 测量

立即将待测溶液注入 50 mL 带有聚乙烯搅拌磁子的烧杯中,把烧杯放在磁力搅拌器(5.4)上,将氟

离子选择电极(5.2)和甘汞电极(5.3)连接在离子活度计(5.1)相应的位置上,并将氟离子选择电极和甘汞电极置于待测溶液中,以恒速搅拌溶液,试液先按浓度增加的顺序快速初测一遍,并测取读数,接着进行精测,从低浓度的溶液开始,按浓度增加的顺序,将标准溶液和试液穿插排列依次进行测量。电磁搅拌2 min,静止1 min后,读取每个溶液的平衡电位值,从工作曲线上查出相应的氟量。

#### 7.4 工作曲线的绘制

根据试样含量,分别移取1.00 mL、2.00 mL、4.00 mL、6.00 mL、8.00 mL、10.00 mL 氟标准溶液(4.9.4)、(4.9.3)、(4.9.2)分别置于一组50 mL容量瓶中,加入2 mL氢氧化钠溶液(4.7),加2滴茜素S溶液(4.10)用盐酸(4.5)中和至溶液刚变黄色,再用氢氧化钠(4.7)将溶液调为紫红色,加入25 mL总离子强度调节缓冲溶液(4.8),用水稀释至刻度混匀,以下按7.3.2操作,在半对数纸上,以电位值为纵坐标,氟浓度为横坐标,绘制工作曲线。

### 8 分析结果计算

#### 8.1 按式(1)计算氟的质量分数:

$$\omega(\text{F})(\%) = \frac{m_1}{m \times V_1/V \times 10^6} \times 100 \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中:  $m_1$ ——自工作曲线上查得氟量,单位为  $\mu\text{g}$ ;

$V_1$ ——分取试液体积,单位为 mL;

$V$ ——试液总体积,单位为 mL;

$m$ ——试样量,单位为 g。

#### 8.2 最终结果计算:

当所得试样的两个有效分析值之差小于表2允许差时,则可予以平均,计算为最终结果,数值修约按GB/T 8170的规定进行。

### 9 允许差

表 2

%

氟的质量分数	允许差
0.50~1.00	0.10
>1.00~5.00	0.20
>5.00~10.00	0.40
>10.00~15.00	0.60

### 10 试验报告

试验报告应包括下列内容:

- 鉴别试料、实验室的分析日期等资料;
- 遵守本标准规定的程度;
- 分析结果及其表示;
- 测定中观察到的异常现象;
- 对分析结果可能有影响本标准未包括的操作,或者任意的操作。

## 前 言

YB/T 190 在《连铸保护渣化学分析方法》总标题下,包括以下部分。本标准是其中的第 11 部分。

高氯酸脱水重量法测定二氧化硅含量;

EDTA 滴定法测定氧化铝含量;

EGTA 滴定法测定氧化钙含量;

CyDTA 滴定法测定氧化镁含量;

火焰原子吸收光谱法测定氧化钾、氧化钠含量;

燃烧气体容量法和红外线吸收法测定游离碳含量;

燃烧气体容量法和红外线吸收法测定碳含量;

邻菲罗啉分光光度法和火焰原子吸收光谱法测定铁含量;

火焰原子吸收光谱法测定氧化锂含量;

离子选择电极法测定氟含量;

高碘酸钠(钾)光度法和火焰原子吸收光谱法测定氧化锰含量。

本标准由冶金工业信息标准研究院提出并归口。

本标准负责起草单位:武汉钢铁集团公司、天津钢管公司。

本标准参加起草单位:宝山钢铁股份有限公司、本溪钢铁公司、伊川保护渣厂。

本标准主要起草人:张穗忠、黄龙、赵希文、龚宜勇、齐艳云。

连铸保护渣化学分析方法  
高碘酸钠(钾)光度法和火焰原子吸收  
光谱法测定氧化锰含量

YB/T 190.11—2001

Methods for chemical analysis of continuous casting mold powder  
The sodium (potassium) periodate photometric method and the  
flame atomic absorption spectrometric method for the  
determination of manganese oxide content

## 1 范围

本标准规定了高碘酸钠(钾)光度法和火焰原子吸收光谱法测定氧化锰含量的方法提要、试剂、仪器、试样、分析步骤、结果计算和允许差。

本标准适用于连铸保护渣中氧化锰含量的测定。第一篇 高碘酸钠(钾)光度法,测定范围:0.50%~5.00%(质量分数)。第二篇 火焰原子吸收光谱法,测定范围:0.50%~5.00%(质量分数)。

## 2 引用标准

下列标准所包含的条文,通过在本标准中引用而构成为本标准的条文。本标准出版时,所示版本均为有效。所有标准都会被修订,使用本标准的各方应探讨使用下列标准最新版本的可能性。

GB/T 2007.2—1987 散装矿产品的取样、制样通则 手工制样方法

GB/T 7728—1987 冶金产品化学分析 火焰原子吸收光谱法通则

GB/T 8170—1987 数值修约规则

### 第一篇 高碘酸钠(钾)光度法测定氧化锰含量

## 3 方法提要

试料以盐酸、氢氟酸、硝酸分解,高氯酸冒烟至近干,稀硝酸溶解盐类,在磷酸介质中用高碘酸钠(钾)将锰氧化至七价,测量吸光度。

## 4 试剂

4.1 盐酸( $\rho$  1.19 g/mL)。

4.2 硝酸( $\rho$  1.42 g/mL)。

4.3 高氯酸( $\rho$  1.67 g/mL)。

4.4 氢氟酸( $\rho$  1.15 g/mL)。

4.5 磷酸( $\rho$  1.69 g/mL)。

4.6 高碘酸钠(钾)溶液(50 g/L):称取 5 g 高碘酸钠(钾)于 250 mL 烧杯中,加 60 mL 水,10 mL 硝酸(4.2),温热溶解后冷却,用水稀释至 100 mL,混匀。

4.7 亚硝酸钠溶液(10 g/L)。

4.8 氧化锰标准溶液:

4.8.1 称取 0.774 5 克金属锰[ $>99.95\%$ (质量分数),预先用稀硝酸溶解表面氧化物,用水洗净后于乙醇中再洗 3~4 次,室温晾干]于 300 mL 烧杯中,加 50 mL 硝酸(1+3),加热溶解,煮沸驱尽氮氧化物,冷却后移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液每毫升含氧化锰 1.00 mg。

4.8.2 移取 50.00 mL 氧化锰标准溶液(4.8.1)于 250 mL 容量瓶中,加入 10 mL 硝酸(1+3),用水稀释至刻度,混匀。此溶液每毫升含 200.0  $\mu\text{g}$  氧化锰。

4.9 不含还原物质的水:1 000 mL 去离子水中加入 10 mL 磷酸(4.5),加热煮沸,加少量高碘酸钠(钾)固体,继续煮沸几分钟,冷却后使用。

## 5 试样

按 GB/T 2007.2 的规定制备试样。

试样应全部通过 0.097 mm(160 目)筛孔。预先于 105 C~110 C 干燥 2 h,置于干燥器中冷却至室温。

## 6 分析步骤

安全须知:通常在有氨、亚硝酸蒸气或有机物存在时,冒高氯酸烟可能会引起爆炸,操作应在抽风柜中进行。

### 6.1 测定次数

同一试样应称取两份试样进行测定。

### 6.2 试料量

称取试料 0.200 0 g。

### 6.3 空白试验

随同试样做空白试验。

### 6.4 测定

6.4.1 将试料(6.2)置于 300 mL 聚四氟乙烯烧杯中,用少量水湿润,加入 5 mL 盐酸(4.1),5 mL 氢氟酸(4.4)、10 mL 硝酸(4.2),低温加热 30 min,加 5 mL 高氯酸(4.3),低温加热至冒高氯酸烟,继续加热冒烟至近干。稍冷,加入 2 mL 硝酸(4.2),用少量水冲洗杯壁,继续加热 5 min 溶解盐类,冷却至室温。将试液移入容量瓶中(氧化锰的质量分数 0.50%~1.00%,移入 100 mL 容量瓶中;氧化锰的质量分数 1.00%~5.00%,移入 250 mL 容量瓶中),用水稀释至刻度,混匀。试液用慢速滤纸干过滤。

注:若试样含碳量太高而影响刻度的观察,可待沉淀下沉后再用水稀释至刻度。

6.4.2 分取 25.00 mL 滤液于 250 mL 锥形瓶中,加入 15 mL 磷酸(4.5),10 mL 高碘酸钠(钾)溶液(4.6),加水至体积约 60 mL,加热至微沸并保持 2 min~3 min,冷却至室温,移入 100 mL 容量瓶中,用不含还原物质的水(4.9)稀释至刻度,混匀。

6.4.3 将部分显色液移入 2 cm 吸收皿中,向剩余的显色液中边摇动边滴加亚硝酸钠溶液(4.7)至刚好褪色,以此溶液作参比,在分光光度计波长 525 nm 处测量吸光度,从工作曲线上查出相应的氧化锰量。

### 6.5 工作曲线的绘制

移取 0、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL、5.00 mL 氧化锰标准溶液(4.8.2)于 250 mL 锥形瓶中,加 1 mL 硝酸(4.2),以下按 6.4.2~6.4.3 操作,测量吸光度。工作曲线系列每一标准溶液的吸光度减去零浓度标准溶液的吸光度为净吸光度,以氧化锰量为横坐标,净吸光度为纵坐标,绘制工作曲线。

## 7 分析结果计算

7.1 按式(1)计算氧化锰的质量分数:

$$w(\text{MnO})(\%) = \frac{m_2 - m_1}{m_0 \times 10^6} \times 100 \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中： $m_0$ ——分取试液中的试料量，单位为 g；

$m_1$ ——自工作曲线上查得的空白试验溶液中氧化锰的量，单位为  $\mu\text{g}$ ；

$m_2$ ——工作曲线上查得的试液中的氧化锰的含量，单位为 g。

## 7.2 最终结果计算：

当所得试样的两个有效分析值之差不大于表 1 所规定的试样允许差时，则可予以平均计算为最终分析结果。数字修约按 GB/T 8170 的规定进行。

## 8 允许差

表 1

%

氧化锰的质量分数	允许差
0.50~1.00	0.04
>1.00~2.00	0.07
>2.00~3.00	0.10
>3.00~4.00	0.15
>4.00~5.00	0.20

## 第二篇 火焰原子吸收光谱法测定氧化锰含量

## 9 方法提要

试料以盐酸、氢氟酸、硝酸分解，高氯酸冒烟至近干。在盐酸介质中，将试样溶液喷入空气-乙炔火焰中，用锰空心阴极灯作光源，于原子吸收光谱仪波长 248.3 nm 处测量吸光度。

## 10 试剂

10.1 盐酸( $\rho$  1.19 g/mL)。

10.2 硝酸( $\rho$  1.42 g/mL)。

10.3 高氯酸( $\rho$  1.67 g/mL)。

10.4 氢氟酸( $\rho$  1.15 g/mL)。

10.5 氯化锶溶液(100 g/L)：称取 168 g 氯化锶( $\text{SrCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ )溶于水中，用水稀释至 1 000 mL。

10.6 氧化锰标准溶液：

10.6.1 称取 0.774 5 g 金属锰[>99.95%(质量分数)，预先用稀硝酸溶解表面氧化物，用水洗净后乙醇中再洗 3~4 次，室温晾干]于 300 mL 烧杯中，加入 50 mL 硝酸(1+3)加热溶解，煮沸驱尽氮氧化物，冷却后移入 1 000 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，此溶液每毫升含氧化锰 1.00 mg。

10.6.2 移取 50.00 mL 氧化锰标准溶液(10.5.1)于 250 mL 容量瓶中，加入 10 mL 硝酸(1+3)，用水稀释至刻度，混匀。此溶液每毫升含 200.0  $\mu\text{g}$  氧化锰。

## 11 仪器

原子吸收光谱仪，备有空气-乙炔燃烧器，锰空心阴极灯。空气-乙炔气体要足够纯净(不含油、水和锰)，以提供稳定清澈的贫燃火焰。

按 GB/T 7728 对原子吸收光谱仪性能的判断，所用原子吸收光谱仪应达到下列要求：

### 11.1 精密度的最低要求

用最高浓度的标准溶液测量 10 次吸光度,并计算其吸光度平均值和标准偏差。该标准偏差不超过吸光度平均值的 1%。

用最低浓度的标准溶液(不是零浓度标准溶液)测量 10 次吸光度,并计算其吸光度平均值和标准偏差。该标准偏差不超过最高标准溶液吸光度平均值的 0.5%。

## 11.2 特征浓度

锰的特征浓度应小于  $0.10 \mu\text{g}/\text{mL}$ 。

## 11.3 检出限

锰的检出限应小于  $0.05 \mu\text{g}/\text{mL}$ 。

## 11.4 校准曲线的线性

校准曲线按浓度等分成五段,最高段吸光度差值与最低段吸光度差值之比不应小于 0.7。

## 12 试样

按 GB/T 2007.2 的规定制备试样。

试样应全部通过  $0.097 \text{ mm}$ (160 目)筛孔。预先于  $105^\circ\text{C} \sim 110^\circ\text{C}$  干燥 2 h,置于干燥器中冷却至室温。

## 13 分析步骤

安全须知:通常在有氨、亚硝酸蒸气或有机物存在时,冒高氯酸烟可能会引起爆炸,操作应在抽风柜中进行。

### 13.1 测定次数

同一试样应称取两份试料进行测定。

### 13.2 试料量

称取试料  $0.2000 \text{ g}$ 。

### 13.3 空白试验

随同试样做空白试验。

### 13.4 测定

13.4.1 将试料(13.2)置于  $300 \text{ mL}$  聚四氟乙烯烧杯中,用少量水湿润,加入  $10 \text{ mL}$  盐酸(10.1)、 $5 \text{ mL}$  氢氟酸(10.4)、 $5 \text{ mL}$  硝酸(10.2),低温加热  $30 \text{ min}$ ,加  $5 \text{ mL}$  高氯酸(10.3),低温加热至冒高氯酸烟,继续加热冒烟至近干。稍冷,加入  $5 \text{ mL}$  盐酸(10.1),用少量水冲洗杯壁,加热  $5 \text{ min}$  溶解盐类,冷却至室温,移入  $100 \text{ mL}$  容量瓶中,加入  $5 \text{ mL}$  氯化锶溶液(10.5),用水稀释至刻度,混匀。

注:若试样含碳量太高而影响刻度的观察,可待沉淀下沉后再用水稀释至刻度。

13.4.2 氧化锰的质量分数为  $0.50\% \sim 2.50\%$ ,分取  $20.00 \text{ mL}$  试液至  $100 \text{ mL}$  容量瓶中,加入  $5 \text{ mL}$  盐酸(10.1)、 $5 \text{ mL}$  氯化锶溶液(10.5),用水稀释至刻度,混匀;氧化锰的质量分数为  $1.00\% \sim 5.00\%$ ,分取  $10.00 \text{ mL}$  试液至  $100 \text{ mL}$  容量瓶中,加入  $5 \text{ mL}$  盐酸(10.1)  $5 \text{ mL}$  氯化锶溶液(10.5),用水稀释至刻度,混匀。按 GB/T 7728 的要求和操作将原子吸收光谱仪调节至最佳工作条件,以空气-乙炔火焰,于波长  $279.5 \text{ nm}$  处,用水调零点,测量吸光度,从校准曲线上查出相应氧化锰的浓度。

### 13.5 校准曲线的绘制

13.5.1 移取  $0, 1.00 \text{ mL}, 2.00 \text{ mL}, 3.00 \text{ mL}, 4.00 \text{ mL}, 5.00 \text{ mL}$  氧化锰标准溶液(10.6.2)至  $100 \text{ mL}$  容量瓶中,加入  $5 \text{ mL}$  盐酸(10.1)、 $5 \text{ mL}$  氯化锶溶液(10.5),用水稀释至刻度,混匀。

13.5.2 在原子吸收光谱仪上,以空气-乙炔火焰,于波长  $279.5 \text{ nm}$  处,用水调零点,测量吸光度。

13.5.3 校准曲线系列每一标准溶液的吸光度减去零浓度标准溶液的吸光度为净吸光度,以氧化锰浓度为横坐标,净吸光度为纵坐标,绘制校准曲线。

## 14 分析结果计算

## 14.1 按式(2)计算氧化锰的质量分数:

$$w(\text{MnO})(\%) = \frac{(c_1 - c_0) \times f \times 100}{m \times 10^6} \quad \dots\dots\dots(2)$$

式中:  $c_0$ ——校准曲线上查得的空白试验溶液氧化锰的浓度,单位为  $\mu\text{g}/\text{mL}$ ;

$c_1$ ——校准曲线上查得的试样溶液氧化锰的浓度,单位为  $\mu\text{g}/\text{mL}$ ;

$f$ ——稀释倍数;

$m$ ——试料量,单位为  $\text{g}$ 。

## 14.2 最终结果计算:

当所得试样的两个有效分析值之差小于表 2 所规定的试样允许差时,则可予以平均计算为最终分析结果。数字修约按 GB/T 8170 的规定进行。

## 15 允许差

表 2

%

氧化锰的质量分数	允 许 差
0.50~1.00	0.04
>1.00~2.00	0.07
>2.00~3.00	0.10
>3.00~4.00	0.15
>4.00~5.00	0.20

## 16 试验报告

试验报告应包括下列内容:

- 鉴别试料、实验室的分析日期等资料;
- 遵守本标准规定的程度;
- 分析结果及其表示;
- 测定中观察到的异常现象;
- 对分析结果可能有影响本标准未包括的操作,或者任意的操作。

中华人民共和国黑色冶金  
行 业 标 准  
连铸保护渣化学分析方法  
YB/T 190.1~190.11—2001

\*

中国标准出版社出版  
北京复兴门外三里河北街16号  
邮政编码:100045

电话:68523946 68517548

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷  
新华书店北京发行所发行 各地新华书店经售

\*

开本 880×1230 1/16 印张 3 $\frac{3}{4}$  字数 96 千字  
2002年3月第一版 2002年3月第一次印刷  
印数 1—1 000

\*

书号: 155066·2-14165 定价 23.00 元

网址 [www.bzcb.com](http://www.bzcb.com)

\*

科 目 597—540

版权专有 侵权必究  
举报电话:(010)68533533



YB/T 190.1-2001 H