ICS 91.100.10
Q 11

中华人民共和国国家标准

GB/T 27975—2011

粒化高炉矿渣的化学分析方法

Methods for chemical analysis of granulated blastfurnace slag

2011-12-30 发布　　2012-10-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会　发布

目　次

前言 …… Ⅲ
1　范围 …… 1
2　规范性引用文件 …… 1
3　试验的基本要求 …… 1
4　试剂和材料 …… 2
5　仪器与设备 …… 4
6　试样的制备 …… 6
7　含水量的测定 …… 6
8　烧失量的测定—灼烧差减法 …… 6
9　氧化钾和氧化钠的测定——火焰光度法(基准法) …… 7
10　氧化钾和氧化钠的测定——原子吸收光谱法(代用法) …… 8
11　全硫的测定 …… 9
12　三氧化硫的测定 …… 9
13　水溶性六价铬的测定 …… 10
14　二氧化硅、三氧化二铁、三氧化二铝、氧化钙、氧化镁、一氧化锰、二氧化钛、硫化物、氟离子、氯离子的测定 …… 11
15　重复性限和再现性限 …… 11

前　言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准由中国建筑材料联合会提出。

本标准由全国水泥标准化技术委员会(SAC/TC 184)归口。

本标准起草单位:中国建筑材料科学研究总院、中国建筑材料检验认证中心有限公司、嘉兴南方水泥有限公司。

本标准主要起草人:崔健 、刘文长、王瑞海、黄清林、倪竹君、戴平、于克孝、黄小楼、温玉刚。

粒化高炉矿渣的化学分析方法

1 范围

本标准规定了粒化高炉矿渣中二氧化硅、三氧化二铁、三氧化二铝、氧化钙、氧化镁、一氧化锰、二氧化钛、氟化物、全硫、烧失量、氯离子、水溶性六价铬、碱含量、三氧化硫、含水量的化学分析方法。

本标准适用于粒化高炉矿渣及指定采用本标准其他材料的化学分析。

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 176 水泥化学分析方法

GB/T 2007.1 散装矿产品取样、制样通则 手工取样方法

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 17671 水泥胶砂强度检验方法(ISO 法)(GB/T 17671—1999，IDT ISO 679:1989)

JC/T 681 行星式水泥胶砂搅拌机

3 试验的基本要求

3.1 试验次数

每项测定次数为两次，用两次试验结果的平均值表示测定结果。

在进行化学分析时，除另有说明外，应同时进行烧失量的测定；其他各项测定应同时进行空白试验，并对所测定结果加以校正。

3.2 质量、体积、滴定度和结果的表示

用克(g)表示质量，精确至 0.000 1 g。滴定管体积用毫升(mL)表示，精确至 0.05 mL。滴定度单位用毫克每毫升(mg/mL)表示。

除另有说明外，各项分析结果均以质量分数计。分析结果以%表示至小数点后二位。

3.3 空白试验

使用相同量的试剂，不加入试样，按照相同的测定步骤进行试验，对得到的测定结果进行校正。

3.4 灼烧

将滤纸和沉淀放入预先已灼烧并恒量的坩埚中，为避免产生火焰，在氧化性气氛中缓慢干燥、灰化，灰化至无黑色炭颗粒后，放入高温炉(5.6)中，在规定的温度下灼烧。在干燥器中冷却至室温，称量。

3.5 恒量

经第一次灼烧、冷却、称量后，通过连续对每次 15 min 的灼烧，然后冷却、称量的方法来检查恒定质量，当连续两次称量之差小于 0.000 5 g 时，即达到恒量。

3.6 检查氯离子(Cl^-)(硝酸银检验)

按规定洗涤沉淀数次后,用数滴水淋洗漏斗的下端,用数毫升水洗涤滤纸和沉淀,将滤液收集在试管中,加几滴硝酸银溶液(4.14),观察试管中溶液是否浑浊。如果浑浊,继续洗涤并检验,直至用硝酸银检验不再浑浊为止。

4 试剂和材料

4.1 通则

所用试剂不低于分析纯。所用水应符合 GB/T 6682 中规定的三级水要求。

本标准所列市售浓液体试剂的密度指 20 ℃的密度(ρ),单位为克每立方厘米(g/cm^3)。

除非另有说明,"%"均为质量分数。

在化学分析中,所用酸或氨水,凡未注浓度者均指市售的浓酸或浓氨水。

用体积比表示试剂稀释程度,例如:盐酸(1+2)表示 1 份体积的浓盐酸与 2 份体积的水相混合。

4.2 盐酸(HCl)

ρ 为 1.18 g/cm^3～1.19 g/cm^3,质量分数 36%～38%。

4.3 氢氟酸(HF)

ρ 为 1.13 g/cm^3,质量分数 40%。

4.4 硝酸(HNO_3)

ρ 为 1.39 g/cm^3～1.41 g/cm^3,质量分数 65%～68%。

4.5 硫酸(H_2SO_4)

ρ 为 1.84 g/cm^3,质量分数 95%～98%。

4.6 氨水(NH_3H_2O)

ρ 为 0.90 g/cm^3～0.91 g/cm^3,质量分数 25%～28%。

4.7 乙醇(C_2H_5OH)

体积分数为 95%。

4.8 氢氧化钾(KOH)

固体,密封保存。

4.9 盐酸(1+1)

1 份体积的浓盐酸与 1 份体积的水相混合。

4.10 硫酸(1+1)

1 份体积的浓硫酸慢慢注入 1 份体积的水中并不断搅拌混合均匀。

4.11 **氨水(1+1)**

1份体积的浓氨水与1份体积的水相混合。

4.12 **碳酸铵溶液(100 g/L)**

将10 g碳酸铵[$(NH_4)_2CO_3$]溶解于100 mL水中。用时现配。

4.13 **氯化钡溶液(100 g/L)**

将100 g氯化钡($BaCl_2 \cdot 2H_2O$)溶于水中,加水稀释至1 L。

4.14 **硝酸银溶液(5 g/L)**

将0.5 g硝酸银($AgNO_3$)溶于水中,加入1 mL硝酸,加水稀释至100 mL,贮存于棕色瓶中。

4.15 **丙酮(CH_3COCH_3)**

溶液,密封保存 $\rho=0.79\ g/cm^3$。

4.16 **盐酸(1.0 mol/L)**

量取8.30 mL盐酸稀释至100 mL,混匀。

4.17 **盐酸(0.04 mol/L)**

量取0.30 mL盐酸稀释至100 mL,混匀。

4.18 **二苯碳酰二肼溶液**

称取0.125 g二苯碳酰二肼[$(C_6H_5NHNH)_2CO$)],用25 mL丙酮(4.15)溶解,转移至50 mL容量瓶中,用水稀释至标线,摇匀。在一周内使用。

4.19 **氯化锶溶液(锶50 g/L)**

将152.2 g氯化锶($SrCl_2 \cdot 6H_2O$)溶解于水中,加水稀释至1 L,必要时过滤后使用。

4.20 **工作曲线的绘制**

4.20.1 **氧化钾、氧化钠标准溶液的配制**

称取1.582 9 g已于105 ℃～110 ℃烘过2 h的氯化钾(KCl,基准试剂或光谱纯)及1.885 9 g已于105 ℃～110 ℃烘过2 h的氯化钠(NaCl,基准试剂或光谱纯),精确至0.000 1 g,置于烧杯中,加水溶解后,移入1 000 mL容量瓶中,用水稀释至标线,摇匀。贮存于塑料瓶中。此标准溶液每毫升含1 mg氧化钾及1 mg氧化钠。

吸取50.00 mL上述标准溶液放入1 000 mL容量瓶中,用水稀释至标线,摇匀。贮存于塑料瓶中。此标准溶液每毫升含0.05 mg氧化钾和0.05 mg氧化钠。

4.20.2 **用于火焰光度法的工作曲线的绘制**

吸取每毫升含1 mg氧化钾及1 mg氧化钠的标准溶液0.00 mL;2.50 mL;5.00 mL;10.00 mL;15.00 mL;20.00 mL分别放入500 mL容量瓶中,用水稀释至标线,摇匀。贮存于塑料瓶中。将火焰光度计(5.14)调节至最佳工作状态,按仪器使用规程进行测定。用测得的检流计读数作为相对应的氧化

钾和氧化钠含量的函数，绘制工作曲线。

4.20.3 用于原子吸收光谱法的工作曲线的绘制

吸取每毫升含 0.05 mg 氧化钾及 0.05 mg 氧化钠的标准溶液 0.00 mL；2.50 mL；5.00 mL；10.00 mL；15.00 mL；20.00 mL；25.00 mL 分别放入 500 mL 容量瓶中，加入 30 mL 盐酸及 10 mL 氯化锶溶液(4.19)，用水稀释至标线，摇匀，贮存于塑料瓶中。将原子吸收光谱仪(5.15)调节至最佳工作状态，在空气-乙炔火焰中，分别用钾元素空心阴极灯于波长 766.5 nm 处和钠元素空心阴极灯于波长 589.0 nm 处，以水校零测定溶液的吸光度。用测得的吸光度作为相对应的氧化钾和氧化钠含量的函数，绘制工作曲线。

4.21 铬酸盐标准溶液

称取 0.141 4 g 已在 135 ℃～145 ℃烘过 2 h 的基准重铬酸钾($K_2Cr_2O_7$)溶于水，转移至 1 000 mL 容量瓶中，用水稀释至标线，摇匀。此溶液六价铬的浓度为 50 mg/L。

吸取 50.00 mL 上述标准溶液于 500 mL 容量瓶中，用水稀释至标线，摇匀。此溶液六价铬浓度为 5 mg/L。此标准溶液有效期为一个月。

4.22 甲基红指示剂溶液(2 g/L)

将 0.2 g 甲基红溶于 100 mL 乙醇(4.7)中。

4.23 标准砂

满足 GB/T 17671 要求的中国 ISO 标准砂。

5 仪器与设备

5.1 天平

精确至 0.000 1 g。

5.2 天平

精确至 1 g。

5.3 铂、银、瓷坩埚

带盖，容量 15 mL～30 mL。

5.4 铂皿

容量 50 mL～100 mL。

5.5 瓷蒸发皿

容量 150 mL～200 mL。

5.6 高温炉

隔焰加热炉，在炉膛外围进行电阻加热。应使用温度控制器，准确控制炉温。

5.7 镍坩埚

50 mL。

5.8 水泥胶砂搅拌机

符合 JC/T 681 的规定。

5.9 滤纸

定量滤纸。

5.10 分光光度计

可在 400 nm～700 nm 范围内测定溶液的吸光度，带有 10 mm、20 mm 比色皿。

5.11 玻璃器皿

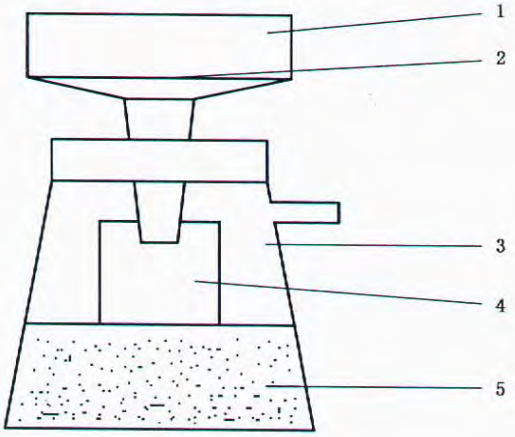
容量瓶，移液管、滴定管、称量瓶。

5.12 pH 计

精度为±0.05 pH。

5.13 过滤装置

过滤装置由一个布氏漏斗(直径大于 150 mm)，安装在一个 2 L 的抽滤瓶上，瓶底装满砂子，瓶内有一个放于砂床上盛接滤液的小烧杯，抽滤瓶与真空泵相连，见图 1。



说明：

1——布氏漏斗；

2——滤纸；

3——抽滤瓶；

4——盛接滤液的小烧杯；

5——砂子。

图 1 过滤装置示意图

5.14 火焰光度计

可稳定地测定钾在波长 768 nm 处和钠在波长 589 nm 处的谱线强度。

5.15 原子吸收光谱仪

带有镁、钾、钠、铁、锰元素空心阴极灯。

6 试样的制备

6.1 含水量测定试样的制备

试样必须具有代表性和均匀性。按 GB/T 2007.1 的规定进行取样，经破碎混匀后缩分至 100 g 将试样分为两份，一份用于检验，另一份为备份试样，密封保存。

6.2 水溶性六价铬测定试样的制备

送往实验室的样品应具有代表性和均匀性。用缩分器或用四分法缩分至约 1 000 g 待测定样，放入一个密封、洁净、干燥的容器中，充分混匀。

6.3 化学分析试样的制备

供化学分析用试样，经研磨后，用磁铁吸去筛余物中金属铁，使其全部通过孔径为 80 μm 方孔筛，充分混匀，装入试样瓶中，在 105 ℃～110 ℃的温度下烘干 2 h 以上，取出密封保存于干燥器中。

7 含水量的测定

7.1 方法提要

在 105 ℃～110 ℃的温度条件下，将样品中的水分烘干，称取失去的水分质量。

7.2 分析步骤

称取约 10 g(6.1)试样(m_0)，精确至 0.000 1 g，放入已烘干至恒量的带有磨口塞的称量瓶中(m_1)，于 105 ℃～110 ℃的烘干箱内烘 1 h(烘干过程中称量瓶应敞开盖)，取出，盖上磨口塞，放入干燥器中冷至室温，称量(m_2)。再放入烘箱中于同样温度下烘干 30 min，如此反复烘干、冷却、称量，直至恒量。

7.3 结果的计算与表示

含水量的质量分数 w_{H_2O} 按式(1)计算：

$$w_{H_2O}=\frac{m_1-m_2}{m_0}\times 100 \qquad \cdots\cdots(1)$$

式中：

w_{H_2O}——含水量的质量分数，%；

m_0 ——烘干前试料质量，单位为克(g)；

m_1 ——烘干前试料与称量瓶的质量，单位为克(g)；

m_2 ——烘干后试料与称量瓶的质量，单位为克(g)。

8 烧失量的测定—灼烧差减法

8.1 方法提要

试样中所含含水量、碳酸盐及其他易挥发性物质，经高温灼烧分解逸出，灼烧所失去的质量即为烧

失量。对由硫化物的氧化引起的烧失量的误差进行校正。

8.2 分析步骤

称取 2 份(6.3)试样，精确至 0.000 1 g，一份用来直接测定其中的三氧化硫含量，一份置于已灼烧恒量的瓷坩埚中，将盖斜置于坩埚上，放在高温炉(5.6)内。从低温开始逐渐升高温度，在(950±25)℃下灼烧 20 min，取出坩埚置于干燥器中，冷却至室温，称量。然后测定灼烧后的试料中的三氧化硫含量。根据灼烧前后三氧化硫含量的变化，矿渣在灼烧过程中由于硫化物氧化引起烧失量的误差可按式(3)进行校正。

8.3 结果的计算与表示

8.3.1 实测烧失量质量分数的计算

烧失量的质量分数 w_{LOI} 按式(2)计算：

$$w_{LOI}=\frac{m_4-m_5}{m_3}\times 100 \qquad \cdots\cdots(2)$$

式中：

w_{LOI}——烧失量的质量分数，%；

m_3——试料的质量，单位为克(g)；

m_4——灼烧前试料与瓷坩埚的质量，单位为克(g)；

m_5——灼烧后试料与瓷坩埚的质量，单位为克(g)。

8.3.2 校正后烧失量质量分数的计算

校正后烧失量的质量分数 w'_{LOI} 按式(3)计算：

$$w'_{LOI}=w_{LOI}+0.8\times(w_{后}-w_{前}) \qquad \cdots\cdots(3)$$

式中：

w'_{LOI}——校正后烧失量的质量分数，%；

w_{LOI}——校正前烧失量的质量分数，%；

$w_{前}$——灼烧前试料中三氧化硫的质量分数，%；

$w_{后}$——灼烧后试料中三氧化硫的质量分数，%；

0.8——S^{-2} 氧化为 SO_4^{2-} 时增加的氧与 SO_3 的摩尔质量比。

9 氧化钾和氧化钠的测定——火焰光度法(基准法)

9.1 方法提要

经氢氟酸—硫酸蒸发处理除去硅，用热水浸取残渣，以氨水和碳酸铵分离铁、铝、钙、镁。滤液中的钾、钠用火焰光度计进行测定。

9.2 分析步骤

称取约 0.2 g(6.3)试样(m_6)，精确至 0.000 1 g，置于铂皿中，加少量水润湿，加入 7 mL～10 mL 氢氟酸和 15～20 滴硫酸(1+1)，放入通风橱内电炉上缓慢加热，蒸发至干，近干时摇动铂皿以防溅失，至白色浓烟完全逸尽后，取下冷却至室温。加入适量热水，压碎残渣使其溶解，加 2 滴甲基红指示剂(4.22)，用氨水(1+1)中和至黄色，再加入 15 mL 碳酸铵溶液(4.12)，搅拌，然后放入通风橱内电炉上低温加热 20 min～30 min。用快速滤纸过滤，以热水洗涤，滤液及洗液转移到 250 mL 容量瓶中，冷却

至室温。用盐酸(1+1)中和至溶液呈微红色,用水稀释至标线,摇匀。将火焰光度计调节至最佳工作状态,按仪器使用规程进行测定。在工作曲线(4.20.2)上分别查出氧化钾和氧化钠的含量(m_7)和(m_8)。

9.3 结果的计算与表示

氧化钾和氧化钠的质量分数 w_{K_2O}和 w_{Na_2O}分别按式(4)和式(5)计算:

$$w_{K_2O}=\frac{m_7}{m_6\times 1\,000}\times 100\times 2.5=\frac{m_7\times 0.25}{m_6} \quad \cdots\cdots(4)$$

$$w_{Na_2O}=\frac{m_8}{m_6\times 1\,000}\times 100\times 2.5=\frac{m_8\times 0.25}{m_6} \quad \cdots\cdots(5)$$

式中:

w_{K_2O} ——氧化钾的质量分数,%;

w_{Na_2O} ——氧化钠的质量分数,%;

m_6 ——试料的质量,单位为克(g);

m_7 ——100 mL 测定溶液中氧化钾的含量,单位为毫克(mg);

m_8 ——100 mL 测定溶液中氧化钠的含量,单位为毫克(mg)。

10 氧化钾和氧化钠的测定——原子吸收光谱法(代用法)

10.1 方法提要

用氢氟酸—高氯酸分解试样,以锶盐消除硅、铝、钛等的干扰,在空气-乙炔火焰中,分别于波长 766.5 nm 处和波长 589.0 nm 处测定氧化钾和氧化钠的吸光度。

10.2 氢氟酸-高氯酸分解试样

称取约 0.1 g(6.3)试样(m_8),精确至 0.000 1 g,置于铂坩埚(或铂皿)中,加入 0.5 mL～1mL 水润湿,加入 5 mL～7 mL 氢氟酸和 0.5 mL 高氯酸,放入通风橱内低温电热板上加热,近干时摇动铂坩埚以防溅失。待白色浓烟完全驱尽后,取下冷却。加入 20 mL 盐酸(1+1),温热至溶液澄清,冷却后,移入 250 mL 容量瓶中,加入 5 mL 氯化锶溶液(4.19),用水稀释至标线,摇匀。此溶液供原子吸收光谱法测定氧化镁、三氧化二铁、氧化钾和氧化钠、一氧化锰用。

10.3 分析步骤

从上述溶液中吸取一定量的试样溶液放入容量瓶中(试样溶液的分取量及容量瓶的容积视氧化钾和氧化钠的含量而定),加入盐酸(1+1)及氯化锶溶液(4.19),使测定溶液中盐酸的体积分数为 6%,锶的浓度为 1 mg/mL。用水稀释至标线,摇匀。用原子吸收光谱仪(5.15),在空气-乙炔火焰中,分别用钾元素空心阴极灯于波长 766.5 nm 处和钠元素空心阴极灯于波长 589.0 nm 处,在仪器条件下测定溶液的吸光度,在工作曲线(4.20.3)上查出氧化钾的浓度(c_1)和氧化钠的浓度(c_2)。

10.4 结果的计算与表示

氧化钾和氧化钠的质量分数 w_{K_2O}和 w_{Na_2O}分别按式(6)和式(7)计算:

$$w_{K_2O}=\frac{c_1\times V_1\times n}{m_9\times 1\,000}\times 100=\frac{c_1\times V_1\times n\times 0.1}{m_9} \quad \cdots\cdots(6)$$

$$w_{Na_2O}=\frac{c_2\times V_1\times n}{m_9\times 1\,000}\times 100=\frac{c_2\times V_1\times n\times 0.1}{m_9} \quad \cdots\cdots(7)$$

式中:

w_{K_2O} ——氧化钾的质量分数,%;

w_{Na_2O} ——氧化钠的质量分数，%；

c_1 ——测定溶液中氧化钾的浓度，单位为毫克每毫升(mg/mL)；

c_2 ——测定溶液中氧化钠的浓度，单位为毫克每毫升(mg/mL)；

V_1 ——测定溶液的体积，单位为毫升(mL)；

m_9 ——试料的质量，单位为克(g)；

n ——全部试样溶液与所分取试样溶液的体积比。

11 全硫的测定

11.1 方法提要

用碱熔融试样，然后用酸分解，将试样中不同形态的硫全部转变成可溶性硫酸盐，用氯化钡溶液将可溶性硫酸盐沉淀，经过滤灼烧后，以硫酸钡形式称量，测定结果以三氧化硫计。

11.2 分析步骤

称取约 0.2 g(6.3)试样(m_{10})，精确至 0.000 1 g，置于镍坩埚(5.7)中。加入 4 g 氢氧化钾(4.8)，盖上坩埚盖(留有较大缝隙)，放在小电炉上(500 ℃～600 ℃)熔融 30 min，期间摇动 1～2 次，取下坩埚，冷却。用热水将熔融物浸出于 300 mL 烧杯中，并以数滴盐酸(1＋1)和热水洗净坩埚及盖。加入 20 mL 盐酸(1＋1)，将溶液加热煮沸，使熔融物完全分解。用快速滤纸过滤，以热水洗涤 7～8 次，滤液收集于 400 mL 烧杯中。向溶液中加入 1～2 滴甲基红指示剂溶液(4.22)，滴加氨水(1＋1)至溶液变黄，再滴加盐酸(1＋1)至溶液呈红色。然后加入 10 mL 盐酸(1＋1)，并将溶液体积调整至约 250 mL。将溶液加热至沸，在搅拌下滴加 15 mL 氯化钡溶液(4.13)，继续煮沸数分钟。然后移至温热处静置 4 h 以上，或静置 12 h～24 h。

用慢速定量滤纸过滤，并以温水洗涤至氯根反应消失为止用硝酸银溶液(4.14)检验。将沉淀及滤纸一并移入已灼烧恒量的瓷坩埚中(m_{11})，灰化后在 800 ℃～950 ℃的高温炉内灼烧 30 min。取出坩埚，置于干燥器中冷至室温，称量(m_{12})。如此反复灼烧，直至恒量。

11.3 结果的计算与表示

全硫量(以三氧化硫计)的质量分数 $w_{SO_3全}$ 按式(8)计算：

$$w_{SO_3全}=\frac{(m_{12}-m_{11})\times 0.343}{m_{10}}\times 100 \quad \cdots\cdots(8)$$

式中：

$w_{SO_3全}$ ——全硫量(以三氧化硫表示)的质量分数，%；

m_{10} ——试料的质量，单位为克(g)；

m_{11} ——恒重的瓷坩埚的质量，单位为克(g)；

m_{12} ——灼烧后沉淀与瓷坩埚的质量，单位为克(g)；

0.343——硫酸钡对三氧化硫的换算系数。

12 三氧化硫的测定

12.1 方法提要

用酸分解，将试样中可溶性硫酸盐溶解，用氯化钡溶液将可溶性硫酸盐沉淀，经过滤灼烧后，以硫酸钡形式称量，测定结果以三氧化硫计。

12.2 分析步骤

称取约 0.5 g(6.3)试样(m_{13}),精确至 0.000 1 g,放于 150 mL 烧杯中,加少量水润湿,加入 10 mL 盐酸(1+1),将溶液加热煮沸 3 min～5 min,使熔融物完全分解。用快速滤纸过滤,以热水洗涤 7～8 次,滤液及洗液收集于 400 mL 烧杯中。将溶液体积调整至约 250 mL。将溶液加热至沸,在搅拌下滴加 15 mL 氯化钡溶液(4.13),继续煮沸数分钟。然后移至温热处静置 4 h 时以上,或静置 12 h～24 h。

用慢速定量滤纸过滤,并以温水洗涤至氯根反应消失为止用硝酸银溶液(4.14)检验。将沉淀及滤纸一并移入已灼烧恒量的瓷坩埚中(m_{14}),灰化后在 800 ℃～950 ℃的高温炉内灼烧 30 min。取出坩埚,置于干燥器中冷至室温,称量(m_{15})。如此反复灼烧,直至恒量。

12.3 结果的计算与表示

三氧化硫(硫酸盐硫)的质量分数 w_{SO_3} 按式(9)计算:

$$w_{SO_3}=\frac{(m_{15}-m_{14})\times 0.343}{m_{13}}\times 100 \qquad \cdots\cdots(9)$$

式中:

w_{SO_3} ——三氧化硫(硫酸盐硫)的质量分数,%;

m_{13} ——试料的质量,单位为克(g);

m_{14} ——恒重的瓷坩埚的质量,单位为克(g);

m_{15} ——灼烧后沉淀与瓷坩埚的质量,单位为克(g);

0.343——硫酸钡对三氧化硫的换算系数。

13 水溶性六价铬的测定

13.1 方法提要

将矿渣试样、标准砂和水搅拌成胶砂,过滤。滤液中加入二苯碳酰二肼,调整酸度、显色,在 540 nm 处测定溶液的吸光度,在工作曲线上查得溶液中六价铬浓度。

13.2 试验步骤

13.2.1 胶砂的制备

13.2.1.1 胶砂的组成

灰砂比为 1∶3,水灰比为 0.50。

每一组矿渣胶砂含有(450±2)g 矿渣粉(6.2),(1 350±5)g 中国 ISO 标准砂和(225±1)mL 水(V_1)。

13.2.1.2 胶砂的搅拌

使用精确至 1 g 的天平(5.2)称取矿渣粉试样(6.2)和水,当水以体积计加入时,精确至 1 mL。按水泥胶砂搅拌机(5.8)的自动控制程序进行机械搅拌。(自动程序为:低速 30 s,在第二个 30 s 开始的同时加入标准砂,高速 30 s。停 90 s。在停止的前 30 s 内,用一个橡胶或塑料棒将粘附于叶片和锅壁上的胶砂刮到锅中间。继续高速 60 s。)

注:通常这种搅拌操作采用自动装置进行,也允许对操作和时间采用人工控制。

13.2.2 过滤

每次使用时,确保过滤装置(5.13)所用的抽滤瓶、布氏漏斗、滤纸和小烧杯是干燥的。安装好布氏

漏斗，放好中速滤纸(5.9)，不要事先润湿滤纸。打开真空泵，将胶砂倒入过滤装置的布氏漏斗上，抽气得到至少 15 mL 滤液。

如果滤液混浊，可再过滤一遍或采用离心分离机分离过滤。如果滤液仍有部分混浊，测定时用该滤液作为参比溶液，但不加入二苯碳酰二肼溶液(4.18)。

13.3 工作曲线的绘制

移取 1.00 mL、2.00 mL、5.00 mL、10.00 mL 和 15.00 mL 的 5 mg/L 铬酸盐标准溶液(4.21)分别放入 50 mL 容量瓶中，分别加入 5.00 mL 二苯碳酰二肼溶液(4.18)、5 mL 盐酸(4.16)，用水稀释至标线，摇匀。溶液中六价铬浓度分别含有 0.1 mg/L，0.2 mg/L，0.5 mg/L，1.0 mg/L，1.5 mg/L，放置 15 min～30 min 后，在 540 nm 处测量吸光度，并扣除空白试验(3.3)的吸光度。根据不同六价铬浓度对应的吸光度，绘制工作曲线。

13.4 试样溶液吸光度的测定

在过滤后 8 h 内，吸取 5.00 mL(V_2)滤液(13.2.2)放入 100 mL 烧杯中。加 20 mL 水和 5.00 mL 二苯碳酰二肼溶液(4.18)后摇动。立即在 pH 计(5.12)指示下用盐酸(4.17)调整溶液的 pH 值到 2.1～2.5 之间。将溶液转移至 50 mL(V_3)容量瓶中，用水稀释至标线，摇匀。放置 15 min～30 min 后，在 540 nm 处测量吸光度，并扣除空白试验(3.3)的吸光度。

在工作曲线上查出水溶性六价铬的浓度(c_2)，单位为 mg/L。

13.5 结果的计算与表示

矿渣中水溶性六价铬的含量 $w_{Cr^{6+}}$ 以质量分数(干基)表示，并按式(10)计算：

$$w_{Cr^{6+}} = c_2 \times \frac{V_3}{V_2} \times \frac{V_4}{450} \times 10^{-4} \qquad \cdots\cdots(10)$$

式中：

$w_{Cr^{6+}}$ ——矿渣中水溶性六价铬的质量分数，%；

c_2 ——由工作曲线得出的水溶性六价铬的浓度，单位为毫克每升(mg/L)；

V_2 ——滤液的体积，单位为毫升(mL)；

V_3 ——容量瓶的体积，单位为毫升(mL)；

V_4 ——胶砂中水的体积，单位为毫升(mL)；

450 ——胶砂中矿渣的质量，单位为克(g)；

V_3/V_2 ——待测滤液的稀释倍数；

$V_4/450$ ——胶砂的水灰比，通常为 0.50。

14 二氧化硅、三氧化二铁、三氧化二铝、氧化钙、氧化镁、一氧化锰、二氧化钛、硫化物、氟离子、氯离子的测定

按 GB/T 176 进行。

15 重复性限和再现性限

本标准所列重复性限和再现性限为绝对偏差，以质量分数(%)表示。

在重复性条件下，采用本标准所列方法分析同一试样时，两次分析结果之差应在所列的重复性限(表 1)内。如超出重复性限，应在短时间内进行第三次测定，测定结果与前两次或任一次分析结果之差值符合重复性限的规定时，则取其平均值，否则，应查找原因，重新按上述规定进行分析。

在再现性条件下，采用本标准所列方法对同一试样各自进行分析时，所得分析结果的平均值之差应符合表1要求。

表1 化学分析方法测定结果的重复性限和再现性限

成　分	测定方法	含量范围/%	重复性限/%	再现性限/%
烧失量	灼烧差减法		0.15	0.25
三氧化硫	硫酸钡重量法		0.15	0.20
氧化钾	火焰光度法		0.10	0.15
氧化钠	火焰光度法		0.10	0.10
全硫	硫酸钡重量法		0.15	0.20
含水量	烘干差减法		0.15	0.25
水溶性六价铬	分光光度计法		0.005 0	0.008 0
二氧化钛	二安替比林甲烷分光光度法		0.05	0.10
硫化物	碘量法		0.10	0.15
氟离子	离子选择电极法		0.05	0.10
氯离子(基准法)	硫氰酸铵容量法	≤0.10%	0.003	0.005
		>0.10%	0.010	0.015
二氧化硅(基准法)	氯化铵重量法		0.15	0.20
三氧化二铁(基准法)	EDTA直接滴定法		0.15	0.20
三氧化二铝(基准法)	EDTA直接滴定法		0.20	0.30
氧化钙(基准法)	EDTA滴定法		0.25	0.40
氧化镁(基准法)	原子吸收光谱法		0.15	0.25
一氧化锰(基准法)	高碘酸钾氧化分光光度法		0.05	0.10
二氧化硅(代用法)	氟硅酸钾容量法		0.20	0.30
三氧化二铁(代用法)	邻菲罗啉分光光度法		0.15	0.20
三氧化二铁(代用法)	原子吸收光谱法		0.15	0.20
三氧化二铝(代用法)	硫酸铜返滴定法		0.20	0.30
氧化钙(代用法)	氢氧化钠熔样-EDTA滴定法		0.25	0.40
氧化钙(代用法)	高锰酸钾滴定法		0.25	0.40
一氧化锰(代用法)	原子吸收光谱法		0.05	0.10
氧化钾(代用法)	原子吸收光谱法		0.10	0.10
氧化钠(代用法)	原子吸收光谱法		0.10	0.10
氧化镁(代用法)	EDTA滴定差减法	≤2%	0.15	0.25
		>2%	0.20	0.30
氯离子(代用法)	磷酸蒸馏-汞盐滴定法	≤0.10%	0.003	0.005
		>0.10%	0.010	0.015

中华人民共和国
国家标准
粒化高炉矿渣的化学分析方法
GB/T 27975—2011
*
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(100013)
北京市西城区三里河北街16号(100045)
网址 www.spc.net.cn
总编室:(010)64275323 发行中心:(010)51780235
读者服务部:(010)68523946
中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
各地新华书店经销
*
开本 880×1230 1/16 印张 1.25 字数 26 千字
2012年6月第一版 2012年6月第一次印刷
*
书号:155066·1-45000 定价 21.00元

如有印装差错 由本社发行中心调换
版权专有 侵权必究
举报电话:(010)68510107

GB/T 27975-2011