

中华人民共和国黑色冶金行业标准

YB/T 547.3—2014

代替 YB/T547.3-1995

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 的规则进行起草。

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。

本标准中的附录 A 为规范性附录。

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 547.1—1995；
- YB/T 547—1967。

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 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
- GB/T 7728 冶金产品化学分析 火焰原子吸收光谱法通则
- 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，加入二氯化铯作为释放剂，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) 使用高氯酸时不能带手套，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，必要时须进行试剂提纯。

3.2.1 盐酸， ρ 1.19 g/mL。

3.2.2 硝酸， ρ 1.42 g/mL。

3.2.3 氢氟酸, ρ 1.15 g/mL。

3.2.4 高氯酸, ρ 1.67 g/mL。

3.2.5 盐酸, 1+1。

3.2.6 氯化锶溶液, 100 g/L。

称取 85.0 g 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 500 mL, 混匀。

3.2.7 氧化钙标准溶液

3.2.7.1 氧化钙标准储备溶液, 1.0 mg/mL。

称取 0.446 4 g 预先在 105 °C 烘 1 h, 并已于干燥器中冷却至室温的基准碳酸钙(含量不小于 99.9%), 置于 500 mL 烧杯中, 加水约 100 mL, 盖上表面皿, 小心滴加盐酸 (3.2.5), 待溶解完全, 煮沸片刻, 冷至室温, 移入 250 mL 容量瓶中, 以水稀释至刻度, 混匀。

3.2.7.2 氧化钙标准溶液, 0.10 mg/mL。

移取 50.0 mL 氧化钙标准储备溶液 (3.2.7.1) 于 500 mL 容量瓶中, 以水稀释至刻度, 混匀。

3.2.8 五氧化二钒标准溶液, 5.0 mg/mL。

称取 0.500 0 g 预先在 105 °C 烘干 1 h 的高纯五氧化二钒(含量不小于 99.9%) 置于 300 mL 烧杯中, 加入 30 mL 盐酸 (3.2.5) 低温加热溶解后, 冷至室温, 移入 100 mL 容量瓶中, 以水稀释至刻度, 混匀。

3.2.9 二氧化钛标准溶液, 1.0 mg/mL。

称取 0.100 0 g 预先在 800 °C 左右灼烧 1 h 的二氧化钛(含量不小于 99.9%) 于铂坩埚中, 加 2 g 无水碳酸钠和 1 g 硼酸, 搅匀, 在 900 °C 左右熔融 10 min, 冷却后将铂坩埚放入盛有 60 mL 盐酸 (3.2.5) 的 400 mL 烧杯中, 加热使熔融物溶解, 将坩埚洗净, 取出。冷至室温移入 100 mL 容量瓶中, 以水稀释至刻度, 混匀。

3.2.10 三氧化二铝标准溶液, 1.0 mg/mL。

称取 0.132 4 g 金属铝(含量不小于 99.9%) 于聚四氟乙烯烧杯中, 加 20 mL 水, 加 1 g 氢氧化钠, 低温加热溶解后, 冷却, 加入 20 mL 盐酸 (3.2.5), 冷却至室温, 移入 250 mL 容量瓶中, 以水稀释至刻度, 混匀。

3.2.11 铁标准溶液, 10.0 mg/mL。

称取 1.428 6 g 高纯三氧化二铁(含量不小于 99.9%) 于 300 mL 烧杯中, 加入 30 mL 盐酸 (3.2.5) 低温溶解至完全, 冷却后移入 100 mL 容量瓶中, 以水稀释至刻度, 混匀。

3.2.12 氧化镁标准溶液, 1.0 mg/mL。

称取 0.100 0 g 预先在 800 °C 左右灼烧并已于干燥器中冷却的氧化镁(含量不小于 99.9%) 于 300 mL 烧杯中, 加 10 mL 盐酸 (3.2.5) 溶解, 冷却至室温, 移入 100 mL 容量瓶中, 以水稀释至刻度, 混匀。

3.2.13 三氧化二铬标准溶液, 1.0 mg/mL。

称取 0.198 5 g 预先经 150 °C 烘 1 h 的重铬酸钾(含量不小于 99.9%) 于 300 mL 烧杯中, 加水溶解, 移入 100 mL 容量瓶中, 以水稀释至刻度, 混匀。

3.2.14 氧化锰标准溶液, 1.0 mg/mL。

称取 0.154 9 g 金属锰(含量不小于 99.9%) 于 300 mL 烧杯中, 加 10 mL 盐酸 (3.2.5), 低温加热溶解完全, 冷至室温, 移入 200 mL 容量瓶中, 以水稀释至刻度, 混匀。

3.3 仪器

3.3.1 原子吸收光谱仪, 配备有空气—乙炔燃烧器和钙空心阴极灯。

可以使用任何型号的原子吸收光谱仪, 根据制造商的建议和实验室定量分析操作来初始调节原子吸收光谱仪, 并按 3.5.5.3.1 优化后, 应达到 3.3.1.1~3.3.1.3 所述性能指标。

3.3.1.1 精密度的最低要求

用最高浓度的校准溶液, 测量 10 次吸光度, 并计算其吸光度平均值和标准偏差。该标准偏差应不

超过该吸光度平均值的 1.0%。

用最低浓度的校准溶液（不是零校准溶液），测量 10 次吸光度，并计算其标准偏差。该标准偏差应不超过最高浓度的校准溶液的平均吸光度值的 0.5%。

3.3.1.2 检出限以及特征浓度

在与测试溶液基体组成相近的溶液介质中，氧化钙的检出限应小于 0.05 $\mu\text{g/mL}$ ，特征浓度不大于 0.12 $\mu\text{g/mL}$ 。

3.3.1.3 校准曲线的线性

绘制校准曲线所用数个等间隔的标准溶液中，最高与次高浓度标准溶液的吸光度之差和最低与零浓度标准溶液的吸光度之差的比值应不小于 0.7。

3.3.2 分析中，仅用通常的实验室仪器，所用的容量瓶、吸量管应分别符合 GB/T 12806 和 GB/T 12808 要求。

3.4 试样

3.4.1 分析用试样应按 YB/T 008 进行取样和制备，试样应通过 0.125 mm 的筛孔。

3.4.2 分析用试样在 105 $^{\circ}\text{C} \pm 5^{\circ}\text{C}$ 温度下干燥 2 h，置于干燥器中冷却至室温备用。

3.5 分析步骤

3.5.1 试料

称取 0.20 g 试样，准确至 0.1 mg。

3.5.2 测定次数

同一试样，至少独立测定 2 次。

注：“独立”是指在同一实验室，由同一操作员使用相同的设备、按相同的测试方法，在短时间内对同一被测对象独立进行测试。

3.5.3 空白试验

随同试料做空白试验。

3.5.4 验证试验

随同试料分析同类型标准样品。

3.5.5 测定

3.5.5.1 试液制备

将试料（3.5.1）置于 250 mL 聚四氟乙烯烧杯中，用水润湿摇散，加入 20 mL 盐酸（3.2.1）、5 mL 硝酸（3.2.2），5 mL 氢氟酸（3.2.3），低温加热至大部分试料分解，加入 5 mL 高氯酸（3.2.4）于低温电炉上冒烟至近干，取下，稍冷，加入 5 mL 盐酸（3.2.5）和适量水，加热溶解盐类，取下冷却至室温后移入 100 mL 容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀。

按表 1 分取试液于 50 mL 容量瓶中，依次加入二氯化锶溶液（3.2.6），盐酸（3.2.5），以水稀释至刻度，混匀。

表1 分取量

氧化钙含量（质量分数），%	分取量，mL	二氯化锶溶液（3.2.6）加入量，mL	盐酸（3.2.5）加入量，mL
0.50~1.80	20.00	5.0	3.0
>1.80~3.50	10.00	5.0	5.0

3.5.5.2 校准溶液的配制

3.5.5.2.1 根据试液（3.5.5.1）中所含五氧化二钒、二氧化钛、三氧化二铝、铁、氧化镁、三氧化二铬和二氧化锰等共存元素的浓度，分别移取适量的标准溶液（3.2.8~3.2.14）于 50 mL 容量瓶中，混合配制成为与待测试液具有相近似组成的基体匹配溶液。

如果测试溶液中所含有的基体组分干扰物质的浓度低于表2所列的浓度允许上限,则可不进行基体匹配。

表2 基体组分干扰物质浓度允许上限

基体组分干扰物质	允许上限, $\mu\text{g/mL}$	基体组分干扰物质	允许上限, $\mu\text{g/mL}$
五氧化二钒	<100	三氧化二铝	<20
二氧化钛	<40	铁基	<160
二氧化锰	<40	三氧化二铬	<20
氧化镁	<12	/	/

3.5.5.2.2 在上述预置有基体匹配溶液的一组 50 mL 容量瓶中,分别加入 0、2.00 mL、4.00 mL、6.00 mL、8.00 mL、10.00 mL 氧化钙标准溶液(3.2.7.2),加入 5.0 mL 盐酸(3.2.5),5.0 mL 二氯化锶溶液(3.2.6),以水稀释至刻度,混匀,配制成与钒渣样品测试溶液的基体组分相近的等间隔系列氧化钙标准溶液。

3.5.5.3 测量

3.5.5.3.1 仪器的优化

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。

3.5.5.3.2 校准曲线的绘制

于波长 422.7nm 处,用水调零点。按照由低到高的浓度顺序分别测量氧化钙系列标准溶液(3.5.5.2.2)的吸光度,然后均减去零浓度标准溶液的吸光度,以氧化钙的浓度($\mu\text{g/mL}$)为横坐标,净吸光度为纵坐标,绘制氧化钙校准曲线。

3.5.5.3.3 试液测量

于波长 422.7nm 处,以水调零点,分别测量试液(3.5.5.1)中氧化钙的吸光度(每个试液至少测量 2 次,取其平均值),从校准曲线上查出试液和随同空白溶液中相应的氧化钙的浓度。

3.6 结果计算

3.6.1 氧化钙含量的计算

按式(1)计算试样中氧化钙含量 W_{CaO} (质量分数),数值以%表示:

$$W_{\text{CaO}} = \frac{(c_2 - c_1) \times 50.0}{r \times m \times 10^6} \times 100 \dots\dots\dots (1)$$

式中:

c_2 ——从校准曲线上查得的试样溶液中氧化钙的浓度,单位为微克每毫升($\mu\text{g/mL}$);

c_1 ——从校准曲线上查得的随同试样空白溶液中氧化钙的浓度,单位为微克每毫升($\mu\text{g/mL}$);

50.0——试液的体积,单位为毫升(mL);

m ——试料的质量,单位为克(g);

r ——试液的分取率。

3.6.2 分析结果的确定和表示

同一试样两次独立分析结果差值的绝对值如不大于表3规定的试验室内允许差,则取其算术平均值作为分析结果。如果两次独立分析结果差值大于表3规定的试验室内允许差,则按附录A的规定追加测量次数并确定分析结果。

分析结果按 GB/T 8170 修约,表示至小数后两位数字。

3.7 允许差

同一试样分析结果的差值应不大于表3所列允许差。

表3 允许差 % (质量分数)

含量范围	允许差	
	试验室内允许差	试验室间允许差
0.50~1.20	0.05	0.10
>1.20~2.00	0.10	0.15
>2.00~3.50	0.15	0.20

4 EDTA 滴定法

4.1 原理

试料经酸分解或混合熔剂熔融,用硝酸-氯酸钾氧化除锰,滤液以氢氧化铵调节pH至6~7左右,使铁、铝、钛、钒、磷及部分残留锰以沉淀的形式分离除去,滤液酸化,用六次甲基四胺调节pH约为7,加入铜试剂分离剩余的少量钒。

在pH大于12时,以三乙醇胺为掩蔽剂,加钙指示剂,用EDTA标准滴定溶液滴定,借此计算试样中的氧化钙量。

4.2 试剂与材料

除非另有说明,在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和符合 GB/T 6682 规定的三级以上蒸馏水或去离子水或相当纯度的水。

4.2.1 混合熔剂,2份无水碳酸钠和1份硼酸烘干后研细、混匀,装瓶备用。

4.2.2 氯酸钾。

4.2.3 铜试剂。

4.2.4 硝酸, ρ 1.42 g/mL。

4.2.5 盐酸, ρ 1.19 g/mL。

4.2.6 高氯酸, ρ 1.67 g/mL。

4.2.7 氢氟酸, ρ 1.15 g/mL。

4.2.8 无水乙醇。

4.2.9 氢氧化铵, 1+1。

4.2.10 盐酸, 1+1。

4.2.11 氢氧化钾溶液, 400 g/L

4.2.12 六次甲基四胺溶液, 300 g/L

4.2.13 三乙醇胺, 1+2。

4.2.14 三氯化铁溶液, 100 g/L。

4.2.15 硫酸镁溶液, 10 g/L。

4.2.16 氧化钙标准溶液, 0.25 mg/mL。

称取 0.446 2 g 在 105 °C~110 °C 烘干的基准碳酸钙于烧杯中,用少量盐酸(4.2.10)溶解,煮沸,除去二氧化碳,冷却,用水冲洗杯壁后移入 1000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。

4.2.17 EDTA 标准滴定溶液, 0.01 mol/L。

4.2.17.1 配制

称取 3.722 4 g 乙二胺四乙酸二钠(EDTA)溶于适量水中,静置后移入 1000 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。

4.2.17.2 标定

移取三份 20.00 mL 氧化钙标准溶液(4.2.16)，分别置于 250 mL 锥形瓶中，加入 70mL 水，加入 1 滴~2 滴硫酸镁溶液（4.2.15），加 5 mL 三乙醇胺（4.2.13），20 mL 氢氧化钾溶液（4.2.11）及适量的钙指示剂（4.2.18），用 EDTA 标准滴定溶液(4.2.17)滴至溶液由红色变为纯蓝色即为终点，记为 V_1 。

三份氧化钙标准溶液所消耗 EDTA 标准滴定溶液毫升数的极差不超过 0.05 mL，取其平均值。

同时作空白试验。空白测定时，须先加入 1 滴~2 滴硫酸镁溶液（4.2.15），然后加入相应的试剂，再滴定。

按式(2)计算EDTA标准滴定溶液对氧化钙的滴定度。

$$T_{CaO} = \frac{C_1 V}{V_1 - V_{01}} \dots\dots\dots (2)$$

式中：

T_{CaO} ——1.00 mL EDTA标准滴定溶液相当的氧化钙量，单位为毫克每毫升（mg / mL）；

C_1 ——氧化钙标准溶液的浓度，单位为毫克每毫升（mg / mL）；

V ——所取氧化钙标准溶液的体积，单位为毫升（mL）；

V_1 ——滴定时所耗EDTA标准滴定溶液体积的平均值，单位为毫升（mL）；

V_{01} ——滴定试剂空白所耗EDTA标准滴定溶液的体积，单位为毫升（mL）。

4.2.18 钙指示剂。

0.1 g 钙指示剂与 10 g 氯化钾混合磨匀后，贮存于褐色瓶中。

4.2.19 石墨粉。

4.3 仪器

分析中，仅用通常的实验室仪器，所用的滴定管、容量瓶、吸量管应分别符合 GB/T 12805、GB/T 12806 和 GB/T 12808 要求。

4.4 试样

4.4.1 分析用试样应按 YB/T 008 进行取样和制备，试样应通过 0.125 mm 的筛孔。

4.4.2 分析用试样在 105 °C ±5 °C 温度下干燥 2 h，置于干燥器中冷却至室温备用。

4.5 分析步骤

4.5.1 试料

称取 0.50 g 试料，精确至 0.1 mg。

4.5.2 测定次数

同一试样，至少独立测定 2 次。

注：“独立”是指在同一实验室，由同一操作员使用相同的设备、按相同的测试方法，在短时间内对同一被测对象独立进行测试。

4.5.3 空白试验

随同试料进行空白实验。

4.5.4 验证试验

随同试料分析同类型标准样品。

4.5.5 测定

4.5.5.1 试料分解

4.5.5.1.1 混合熔剂熔融-酸化法

将试料（4.5.1）倒入混合熔剂袋中，将试料与熔剂混匀，叠成锥体包紧，放入石墨垫底瓷坩埚中。

移入高温炉，打开炉门灰化滤纸，灰化完后，关闭炉门，将炉温升至 $950\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 10\text{ }^{\circ}\text{C}$ 熔融 $15\text{ min} \sim 25\text{ min}$ ，取出坩埚，稍冷。

用镊子将熔块取出，清除熔块表面的石墨粉。立即将熔块放在预先盛有 20 mL 水、 15 mL 硝酸(4.2.4)的烧杯中加热浸取至试料分解完全。

注1：混合熔剂袋：将半张滤纸折成锥形袋，放于 30 mL 的坩埚中，向每个袋中加入 $4\text{ g} \sim 5\text{ g}$ 混合熔剂(4.2.1)。

注2：石墨垫底瓷坩埚：将 50 mL 瓷坩埚盛满石墨粉(4.2.19)，移入高温炉，关闭炉门，再在 $850\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 10\text{ }^{\circ}\text{C}$ 灼烧 1 h ，用合适尺寸的圆球棒磨或容量瓶边压实边加石墨粉，直至离瓷坩埚上口 10 mm 左右，且全部覆盖瓷坩埚上口内表面，石墨粉表面光滑，无脱落。再次使用时，除去表面石墨粉，重新取 2 g 经 $850\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 10\text{ }^{\circ}\text{C}$ 处理过的石墨粉(4.2.19)于坩埚中，用合适尺寸的圆球棒磨或容量瓶压实成凹形直至表面光滑。

4.5.5.1.2 酸分解法

称取试料(4.5.1)于 250 mL 聚四氟乙烯烧杯中，冲入少量水，加入 20 mL 盐酸(4.2.5)， 10 mL 硝酸(4.2.4)， 5 mL 氢氟酸(4.2.7)，低温加热至大部分试料分解，加入 10 mL 高氯酸(4.2.6)，加热冒烟至体积约为 $1\text{ mL} \sim 2\text{ mL}$ ，冷却后用水吹洗杯壁，继续加热冒烟至体积约为 $1\text{ mL} \sim 2\text{ mL}$ ，冷却后，加入 20 mL 水， 30 mL 硝酸(4.2.4)，加热使盐类溶解，然后转移至玻璃烧杯中。

4.5.5.2 分离

4.5.5.2.1 向试液中加 $0.3\text{ g} \sim 0.5\text{ g}$ 氯酸钾(4.2.2)，低温加热至体积 $5\text{ mL} \sim 10\text{ mL}$ ，取下，加入 50 mL 沸水，煮沸后立即用快速滤纸过滤，用热水洗沉淀及滤纸至中性(用 pH 试纸检查)。弃去滤纸及沉淀，滤液收集于 300 mL 烧杯中。低温加热将溶液体积浓缩至 100 mL 左右。

4.5.5.2.2 取下，稍冷，加入 5 mL 无水乙醇(4.2.8)，煮至沸腾。取下，冷却至室温，滴加氢氧化铵(4.2.9)调节试液 pH $6 \sim 7$ (用精密 pH 试纸检查)，立即以快速滤纸过滤，并以水洗烧杯及沉淀 3 次~4 次，滤液收集于 500 mL 烧杯中。取下滤纸并展开，贴付于原烧杯内壁，用热水将沉淀洗入烧杯，用盐酸(4.2.10)洗至滤纸无黄色，再用热水洗滤纸 3 次，弃去滤纸，加热至沉淀完全溶解后，取下，再加入 5 mL 无水乙醇(4.2.8)，再按上述步骤分离一次，洗烧杯 3 次~4 次，洗沉淀 6 次~8 次，两次滤液合并一起，弃去沉淀。

4.5.5.2.3 低温加热将试液浓缩至 100 mL 左右，取下，补加 $1\text{ mL} \sim 2\text{ mL}$ 三氯化铁溶液(4.2.14)，根据溶液的 pH 用盐酸(4.2.10)或氢氧化铵(4.2.9)调节至铁的沉淀出现，此时溶液 pH 约为 3，加入 15 mL 六次甲基四胺溶液(4.2.12)，冷却至室温，加入 $0.3\text{ g} \sim 0.5\text{ g}$ 铜试剂(4.2.3)，移入 250 mL 容量瓶中，摇匀，干过滤。

4.5.5.3 滴定

移取 100.0 mL 滤液于 $250\text{ mL} \sim 300\text{ mL}$ 锥形瓶中，加 5 mL 三乙醇胺(4.2.13)， 20 mL 氢氧化钾溶液(4.2.11)及适量的钙指示剂(4.2.18)，用 EDTA 标准滴定溶液(4.2.17)滴至溶液由红色变为纯蓝色即为滴定终点。

注：钙空白测定时，须先加入 2 滴硫酸镁溶液(4.2.15)，然后加入相应的试剂，再滴定。

4.6 结果计算

4.6.1 氧化钙含量的计算

按式(3)计算试样中氧化钙含量 W_{CaO} (质量分数)，数值以%表示：

$$W_{\text{CaO}} = \frac{T_{\text{CaO}}(V_2 - V_{02})}{m \times r \times 10^{-3}} \times 100 \dots\dots\dots (3)$$

式中：

T_{CaO} —— 1.00 mL EDTA 标准滴定溶液相当的氧化钙量，单位为毫克每毫升 (mg/mL)；

V_2 ——滴定氧化钙时消耗的 EDTA 标准滴定溶液体积，单位为毫升 (mL)；

V_{02} ——滴定氧化钙时随同试样空白消耗的 EDTA 标准滴定溶液体积，单位为毫升 (mL)；

m ——分取试液所相当的试料量，单位为克 (g)；

r ——试液的分取率。

4.6.2 分析结果的确定和表示

同一试样两次独立分析结果差值的绝对值如不大于表 4 规定的试验室内允许差，则取其算术平均值作为分析结果。如果两次独立分析结果差值大于表 4 规定的试验室内允许差，则按附录 A 的规定追加测量次数并确定分析结果。

分析结果按 GB/T 8170 修约，表示至小数后两位数字。

4.7 允许差

同一试样分析结果的差值应不大于表4所列允许差。

表4 允许差

% (质量分数)

含量范围	允许差	
	试验室内允许差	试验室间允许差
1.00~2.00	0.10	0.15
>2.00~3.50	0.15	0.20
>3.50~5.00	0.20	0.25

5 试验报告

试验报告应包括下列内容：

- 鉴别试料、实验室和分析日期等资料；
- 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而本标准未包括的操作，或者任选的操作。

附录 A
 (规范性附录)
 试样分析结果接受程序流程图

