

中华人民共和国黑色冶金行业标准

YB/T XXXX—XXXX

冶金石灰生烧率和过烧率的测定方法

Method for determination of undecomposed rate and overburning rate of metallurgical lime

(报批稿)

××××-××-××发布

××××-××-××实施

前 言

本文件按照GB/T 1.1—2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由中国钢铁工业协会提出。

本文件由全国钢标准化技术委员会（SAC/TC 183）归口。

本文件起草单位：吉林建龙钢铁有限责任公司、安卓科创（北京）科技有限公司、天津市新天钢联合特钢有限公司、冶金工业信息标准研究院。

本文件主要起草人：黎静、韩计委、杨春艳、陈广乐、郑玉娟、丛宝芝、任玉明、王营龙、邓海建、王晓远、朱融。

冶金石灰生烧率和过烧率的测定方法

警示——使用本文件的人员应具有正规实验室工作实践经验。本文件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

本文件规定了冶金石灰生烧率和过烧率的测定方法。
本文件适用于冶金石灰生烧率和过烧率的测定。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；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 2007.1 散装矿产品取样、制样通则 手工取样方法

GB/T 2007.2 散装矿产品取样、制样通则 手工制样方法

GB/T 3286.1 石灰石及白云石化学分析方法 第1部分：氧化钙和氧化镁含量的测定 络合滴定法和火焰原子吸收光谱法

GB/T 3286.8 石灰石及白云石化学分析方法 第8部分：灼烧减量的测定 重量法

GB/T 6379.2 测量方法与结果的准确度（正确度与精密度）第2部分：确定标准测量方法重复性与再现性的基本方法

GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

YB/T 042 冶金石灰

YB/T 105 冶金石灰物理检验方法

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1 生烧 undecomposed

未分解的石灰石，主要成分是碳酸钙，不能被水化。

3.2 过烧 overburning

石灰石在煅烧过程中，由于局部温度过高或煅烧时间过长，而与硅酸盐互相熔融生成的硬块和消化很慢的石灰，不能在指定的短时间内被水化。

3.3 总氧化钙 total calcium

按照 GB/T 3286.1 测定的氧化钙与氧化镁的含量，以氧化钙计。

3.4 活性氧化钙 active calcium oxide

按照 YB/T 105 测定活性度过程中参与化学反应的氧化钙与氧化镁的含量，以氧化钙计。

4 生烧率的测定方法

警告：使用氧气瓶时需要特别警惕。由于高浓度的氧气在有限空间中易造成火灾，因此分析过程中的氧气需要有效地排放到仪器外。

4.1 原理

冶金石灰生烧的主要成分为碳酸钙，通过红外碳硫仪测定试样中的碳含量，从而计算出碳酸钙含量，得出生烧率。

4.2 试剂和材料

4.2.1 高氯酸镁，无水，粒状。

4.2.2 烧碱石棉，粒状。

4.2.3 钨粒，纯度大于99.9%，碳含量小于0.002%。

4.2.4 纯铁，纯度大于99.8%，碳含量小于0.002%。

4.2.5 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，也可以使用。

4.2.6 动力气源，氮气或压缩空气，其杂质（水和油）含量小于0.5%。

4.2.7 坩埚，直径×高：23 mm×23 mm或25 mm×25 mm，适合于支撑柱，使其能在感应线圈内提升到准确高度，并在高于1200℃高温炉中灼烧4h或通氧灼烧至空白值最低，冷却后保存在干燥器中。

4.2.8 坩埚钳。

4.3 试验设备

4.3.1 红外碳硫仪

4.3.1.1 干燥管，内装高氯酸镁（见4.2.1）。

4.3.1.2 洗气瓶，内装烧碱石棉（见4.2.2）。

4.3.2 气源

4.3.2.1 载气系统包括氧气容器、两级压力调节器及保证供给合适压力和额定流量的时序控制部分。

4.3.2.2 动力气源系统包括动力气（见4.2.6）、两级压力调节器及保证供给合适压力和额定流量的时序控制部分。

4.3.3 高频感应炉

应满足试样熔融温度的要求。

4.3.4 控制系统

4.3.4.1 微处理机系统包括控制中央处理机、存储器、键盘输入设备、信息中心显示屏及分析结果打印机等。

4.3.4.2 控制功能包括自动装卸坩锅和炉台升降、自动清扫、分析条件选择设置、分析过程的监控和报警中断、分析数据的采集、计算、校正及处理等。

4.3.5 测量系统

主要由微处理机控制的电子天平（感量不大于0.001 g）、红外线分析器及电子测量元件组成。

4.4 取样和制样

4.4.1 按GB/T 2007.1取样，按GB/T 2007.2制样，试样加工至粒度小于0.125 mm。

4.4.2 试样的制备应迅速进行，制备后试样立即置于磨口瓶或塑料袋中密封，于干燥器中保存，分析前不进行干燥。试样保存时间不超过3d。

4.5 分析步骤

4.5.1 碳标准样品系列的配制

按表 1 称量基准碳酸钙，与按照 GB/T 3286.8 灼烧至恒重的冶金石灰置于研钵中研磨混匀，作为碳标准样品系列。

表 1 碳标准样品系列

碳标准样品 编号	碳酸钙的质量 /g	灼烧至恒重冶金石 灰质量/g	碳含量(质量分数)/%
1	0.0834	9.9166	0.10
2	0.4170	9.5830	0.50
3	0.8340	9.1660	1.00
4	1.6680	8.3320	2.00
5	3.3360	6.6640	4.00

4.5.2 仪器的准备

用高氯酸镁（见 4.2.1）和烧碱石棉（见 4.2.2）填充的试剂管净化氧气，高频感应炉燃烧室、支撑柱和过滤网应经常清理，以去除沉积的氧化物。按照仪器操作规程开启仪器，在开始正式分析之前，应该先分析几个废样或类似待分析试样的样品，使仪器处于稳定的工作状态。

4.5.3 空白试验

随同试样分析做空白试验，在不加试样的情况下，输入与待测样品相当的试样量，按照 4.5.5 步骤至少进行 3 次空白试验，计算平均值，然后输入到仪器中进行空白值的扣除。

4.5.4 仪器校准及验证：根据待测试样中碳的质量分数，选择相应的量程和通道，选择三个标准物质/标准样品（待测试样中碳的质量分数应处在所选标准物质范围内）进行多点校准，保证系统具有良好的线性。

4.5.5 试样的分析

称取 $0.3\text{ g} \pm 0.02\text{ g}$ 纯铁助溶剂于坩埚中，加入 0.10 g 试样（精准至 0.001 g ），再加入 $1.5\text{ g} \pm 0.1\text{ g}$ 钨粒，按照仪器操作规程进行分析。仪器分析结束后自动计算碳的质量分数。

4.6 结果的计算

生烧率的质量分数按公式（1）计算：

$$\omega_{\text{生烧率}} = \omega_c \times 8.34 \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中：

ω_c — 红外碳硫仪检测碳的质量分数，%；

8.34 — 碳与碳酸钙的换算系数。

同一试样至少独立测定两次，结果差值的绝对值如不大于表 2 规定的允许差，则取其算术平均值作为分析结果；如果两次独立测定结果差值的绝对值大于表 2 规定的允许差，按附录 A 的规定增加测量次数并确定分析结果。分析结果按 GB/T 8170 修约，将数值修约到两位小数。

4.7 允许差

本文件允许差试验数据是2019年对7个水平的冶金石灰样品进行碳含量的测定，随着m的加大标准偏差也在增加，试验数据按照GB/T 6379.2进行统计，允许差见表2。

表2 允许差

C含量(质量分数)/%	允许差/%
0.10 ~ 4.00	$r = 0.021m + 0.006$

5 过烧率的计算

冶金石灰中活性度与活性氧化钙的对应关系见表3，活性氧化钙含量按公式(2)计算。

表3 活性度与活性氧化钙的对应关系

样品名称	活性度/ (ml/4mo l/LHCl)	HCl物质的量 /mol	活性CaO物质的 量/mol	活性CaO的质 量/g	活性CaO的 质量分数 /%
冶金石灰	240	0.96	0.48	26.92	53.84
	250	1.00	0.50	28.04	56.08
	260	1.04	0.52	29.16	58.32
	270	1.08	0.54	30.28	60.57
	280	1.12	0.56	31.40	62.81
	290	1.16	0.58	32.53	65.05
	300	1.20	0.60	33.65	67.30
	310	1.24	0.62	34.77	69.54
	320	1.28	0.64	35.89	71.78
	330	1.32	0.66	37.01	74.03
	340	1.36	0.68	38.13	76.27
	350	1.40	0.70	39.26	78.51
	360	1.44	0.72	40.38	80.76
	370	1.48	0.74	41.50	83.00
	380	1.52	0.76	42.62	85.24
	390	1.56	0.78	43.74	87.48
	400	1.60	0.80	44.86	89.73
410	1.64	0.82	45.99	91.97	
420	1.68	0.84	47.11	94.21	

$$\omega_{\text{活性氧化钙}} = \frac{C \times V \times M}{m \times 2 \times 1000} \times 100 \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中：

- C —— 活性度测定中盐酸的浓度，单位为摩尔/升 (mol/L)；
- V —— 活性度测定中盐酸消耗的体积，单位为毫升 (mL)；
- M —— 氧化钙的摩尔质量，单位为克/摩尔 (g/mol)；
- m —— 活性度测定中冶金石灰样品质量，单位为克 (g)。

计算过烧率(质量分数)：

$$\omega_{\text{过烧率}} = \omega_{\text{总氧化钙}} - \omega_{\text{活性氧化钙}} - \omega_{\text{生烧氧化钙}} \dots\dots\dots (3)$$

式中：

$\omega_{\text{总氧化钙}}$ ——按照GB/T 3286.1测定氧化钙和氧化镁（以氧化钙计）的质量分数，%；

$\omega_{\text{活性氧化钙}}$ ——参与活性度反应的氧化钙和氧化镁（以氧化钙计）的质量分数，%；

$\omega_{\text{生烧氧化钙}}$ —— $\omega_{\text{生烧率}} \times 0.56035$ ；

0.56035 — 碳酸钙与氧化钙的换算系数。

注：冶金石灰中含有一定量的氧化镁，性质与氧化钙相似，检测过程中以氧化钙计，即 $\omega_{\text{氧化钙}} = \omega_{\text{氧化镁}} \times 56.08/40.305$ 。

6 消化沉淀法检测冶金石灰生过烧率

6.1 原理

称量一定质量的冶金石灰置入盛水的筛筒内，冶金石灰在水中发生消化反应，能消化的冶金石灰转入溶液，不能消化的以残渣的形式保留在筛筒内；烘箱内烘干，称量残渣的质量，计算残渣占冶金石灰总量的质量分数，即为冶金石灰生过烧率。

6.2 试验设备

6.2.1 全自动冶金石灰生过烧率检测仪，由水槽、筛筒、时间控制器组成，水槽用于储存消化试验所需的水，筛筒用于盛放石灰，将石灰倒入筛筒后，将筛筒放入水槽内浸泡，发生消化反应，时间控制器用于控制仪器工作的时长，具有时间可调功能。

6.2.2 电子秤：量程2000 g，精确到0.1 g。

6.2.3 筛筒：孔径5 mm（示意图见图1）。

6.2.4 试样铲：长和宽不小于60 mm。

6.2.5 盛样盘：表面光滑、清洁、不锈钢盘（底面积约600 cm²，深约2 cm）。

6.2.6 烘箱：最高设定温度不低于200 °C，附有温度自动控制器和鼓风装置。

6.2.7 水槽：设置溢水口（示意图见图2）。

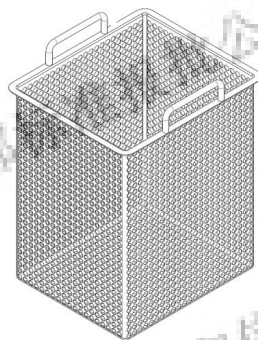


图1 筛筒示意图

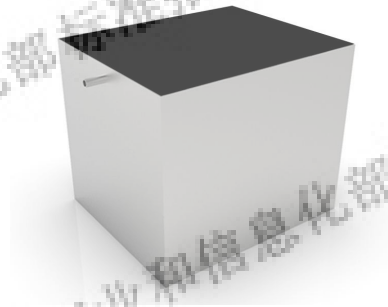


图2 水槽示意图

6.3 取样

按照GB/T 2007.1取样的方法直接取冶金石灰块状样品，质量不少于5 kg。

6.4 试验步骤

- 6.4.1 在水槽内注入适量的水，以不高于溢水口为准。
- 6.4.2 设定一级时间控制器时间为25min，设定二级时间控制器时间为15min。
- 6.4.3 称量1000 g±100 g冶金石灰试样（称准至0.1 g），倒入筛筒中，将筛筒放到水槽中。
- 6.4.4 启动电源开关。
- 6.4.5 设备自动进行试验，完成后自动停止。
- 6.4.6 倒出筛筒内的残渣，放入盛样盘中摊平。
- 6.4.7 将盛样盘放入105 °C±5 °C烘箱中烘干2h，取出。
- 6.4.8 称量残渣的质量，并计算残渣占冶金石灰总量的质量分数。
- 6.4.9 关闭电源开关，试验完成。

6.5 结果计算及允许差

按公式（4）计算生过烧率：

$$\omega_{\text{生过烧率}} = \frac{m_1}{m_0} \times 100 \quad \dots\dots\dots (4)$$

式中：

- m_1 — 残渣的质量，单位为克（g）；
- m_0 — 冶金石灰试样的质量，单位为克（g）；
- ω — 冶金石灰生过烧率的质量分数，%。

同一试样独立检测两次，两次结果的差值绝对值不大于1%，以两次检测的平均值作为检测结果；如两次结果的差值绝对值大于1%，按附录A的规定增加测量次数并确定分析结果。将检测结果按照GB/T 8170规定修约至百分数的整数位。

7 试验报告

试验报告应包括下列内容：

- a) 识别样品、实验室和分析日期等资料；
- b) 引用标准；

- c) 遵守本标准规定的程度；
- d) 分析结果及其表示；
- e) 测定中观察到的异常现象；
- f) 本标准未规定的操作，或任何可能影响结果的操作。

工业和信息化部标准报批公示

工业和信息化部标准报批公示

工业和信息化部标准报批公示

工业和信息化部标准报批公示

工业和信息化部标准报批公示

工业和信息化部标准报批公示

附录 A

(规范性)

试样分析结果接受程序流程图

试样分析结果接受程序流程图见图 A.1。

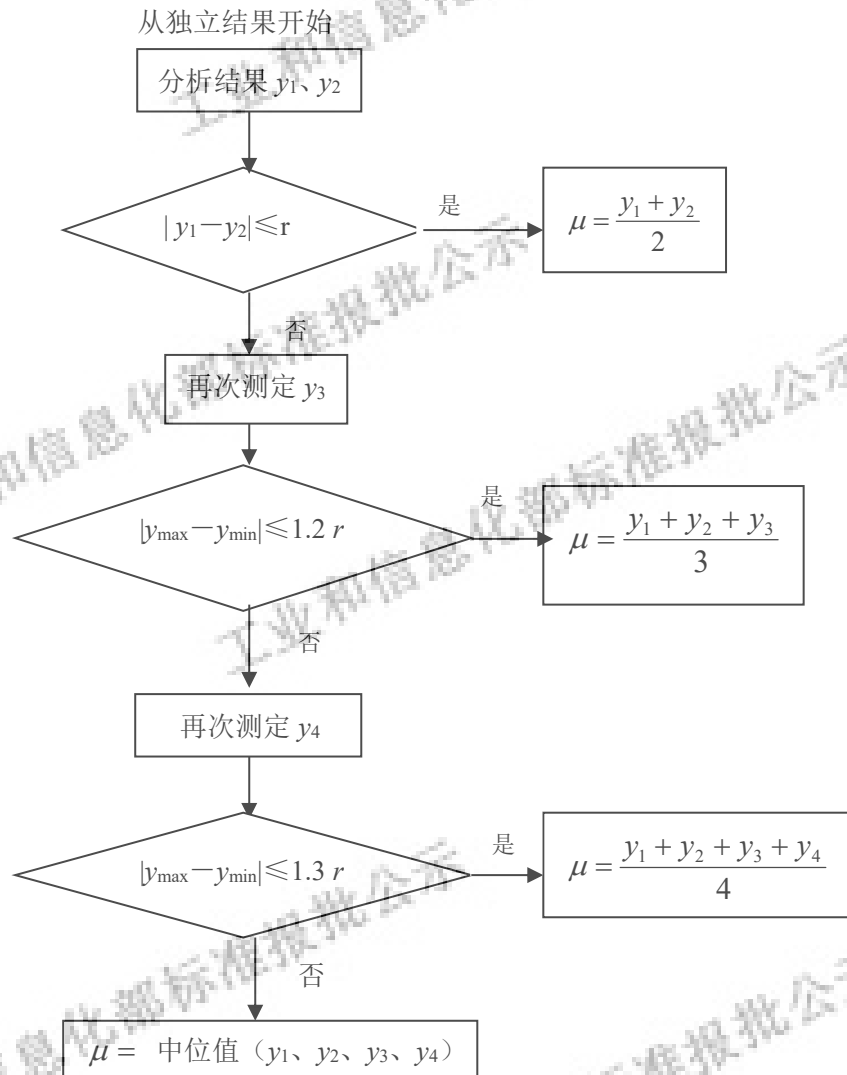


图 A.1 试样分析结果接受程序流程图