

ICS 71.060.01
G 10



中华人民共和国国家标准

GB/T 19281—2014
代替 GB/T 19281—2003

GB/T 19281—2014

碳酸钙分析方法

Analytic method for calcium carbonate

中华人民共和国
国家标准
碳酸钙分析方法
GB/T 19281—2014

*

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(100029)
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 2 字数 49 千字
2014年10月第一版 2014年10月第一次印刷

*

书号: 155066·1-50125 定价 30.00 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 19281—2014

2014-07-08 发布

2014-12-01 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

3.32.4.2 工作曲线的绘制

用移液管移取 0.00 mL、1.00 mL、2.00 mL、4.00 mL 汞标准溶液(1 mL 溶液含汞 0.001 mg),分别置于 4 个 50 mL 容量瓶中,此系列溶液为汞标准工作溶液。分别移取汞标准工作溶液各 5.00 mL,置于仪器的汞蒸气发生器的还原瓶中,连接抽气装置,沿瓶壁迅速加入 3 mL 氯化亚锡溶液,并立即盖紧还原瓶,通入载气,从仪器读取显示的最高吸收值。以汞的质量为横坐标,对应的吸收值为纵坐标,绘制工作曲线。

3.32.4.3 测定

分别移取试验溶液和空白试验溶液各 5.00 mL,以下按 3.32.4.2 从“置于仪器的汞蒸气发生器的还原瓶中,……”开始进行操作,测得其吸收值,从工作曲线上查出汞的质量。

注:每次测定以后用水彻底清洗粘在石英管上的氯化亚锡,必要时可用重铬酸钾溶液(5 g/L)清洗一次石英管,再用水洗净。含汞废液按照附录 A 处理。

3.32.5 结果计算

汞含量以汞(Hg)的质量分数 w_{23} 计,按式(26)计算:

$$w_{23} = \frac{(m_1 - m_0) \times 10^{-3}}{m} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (26)$$

式中:

m_1 ——从工作曲线上查出的试验溶液中汞的质量的数值,单位为毫克(mg);

m_0 ——从工作曲线上查出的空白试验溶液中汞的质量的数值,单位为毫克(mg);

m ——试料质量的数值,单位为克(g)。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果,两次平行测定结果的绝对差值符合产品标准规定。

目 次

前言	III
1 范围	1
2 规范性引用文件	1
3 分析方法	1
3.1 一般规定	1
3.2 鉴别试验	1
3.3 钙含量的测定	2
3.4 镁含量的测定	3
3.5 碱金属及镁含量的测定	4
3.6 铁含量的测定	5
3.7 铁铝氧化物含量测定	6
3.8 锰含量的测定	7
3.9 铜含量的测定	8
3.10 重金属含量的测定	9
3.11 砷含量的测定	10
3.12 钡含量的测定	10
3.13 105 °C 下挥发物含量的测定	11
3.14 灼烧减量的测定	11
3.15 盐酸不溶物含量的测定	12
3.16 水溶物的测定	12
3.17 游离碱含量的测定	13
3.18 pH 的测定	14
3.19 活化度的测定	14
3.20 吸油值的测定	15
3.21 筛余物的测定	15
3.22 沉降体积的测定	16
3.23 白度的测定	16
3.24 密度的测定	16
3.25 比表面积的测定	16
3.26 粒径的测定	17
3.27 铝含量的测定	17
3.28 磨耗率的测定	18
3.29 镉含量的测定	20
3.30 铅含量和镍含量的测定	21
3.31 六价铬含量的测定	22
3.32 汞含量的测定	23
附录 A (资料性附录) 含汞废液的处理	25

加硝酸溶液溶解试样,加热至沸,冷却,全部移入 100 mL 容量瓶中,加 20 mL 磷酸二氢铵溶液,用硝酸溶液稀释至刻度,摇匀(必要时过滤)。铅于波长 283.3 nm、镍于波长 232.0 nm 处将仪器调至最佳工作状态,以一级水为参比,测量吸光度,并在工作曲线查出对应铅或镍的质量。

3.30.5 结果计算

铅含量以铅(Pb)或镍含量以镍(Ni)的质量分数 w_{21} 计,按式(24)计算:

$$w_{21} = \frac{m_1 \times 10^{-3}}{m} \times 100\% \quad \dots\dots\dots(24)$$

式中:

m_1 ——从工作曲线上查出的试验溶液中铅或镍的质量的数值,单位为毫克(mg);

m ——试样质量的数值,单位为克(g)。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果,两次平行测定结果的绝对差值符合产品标准规定。

3.31 六价铬含量的测定

3.31.1 方法提要

在酸性溶液,六价铬与二苯碳酰二肼反应,生成紫红色化合物,其最大吸收波长 540 nm,摩尔吸光系数为 4×10^4 。

3.31.2 试剂

3.31.2.1 无水乙醇。

3.31.2.2 氢氧化钠溶液:160 g/L。

3.31.2.3 高锰酸钾溶液:20 g/L。

3.31.2.4 硫酸溶液:1+6。

3.31.2.5 二苯碳酰二肼溶液:2 g/L,称取 0.2 g 二苯碳酰二肼溶于 50 mL 丙酮中,加水稀释至 100 mL,摇匀。贮于棕色瓶置冰箱中保存,色变深或变黄后不能使用。

3.31.2.6 铬标准储备溶液:1 mL 溶液含铬(Cr)0.100 mg,移取 10 mL 按 HG/T 3696.2 配制的铬标准溶液置于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

3.31.2.7 铬标准溶液:1 mL 溶液含铬(Cr)0.002 mg,移取 1.00 mL 铬标准储备溶液置于 50 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。此溶液现用现配。

3.31.3 仪器

分光光度计:配有 1 cm 比色皿。

3.31.4 分析步骤

3.31.4.1 试验溶液的制备

称取约 3 g 试样,精确至 0.000 1 g,置于 250 mL 锥形瓶中,用少量水(活性碳酸钙产品加少许无水乙醇)润湿。加入 15 mL 硫酸溶液,在电炉上煮沸,加入 1.5 mL 氢氧化钠溶液,再加入 2 滴高锰酸钾溶液。加水使瓶内溶液总体积约为 60 mL~70 mL,摇匀。在电炉上加热煮沸 20 min(在煮沸过程中,如紫红色消退,应及时补加高锰酸钾溶液,使溶液保持紫红色),然后沿壁加入 3 mL 无水乙醇,摇匀,趁热过滤。滤液收集于 100 mL 容量瓶中,并用少量的热水洗涤三角瓶和滤纸 3 次~4 次,洗涤液并入容量瓶中,控制溶液体积。此滤液即为试验溶液,备用。

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准代替 GB/T 19281—2003《碳酸钙分析方法》,与 GB/T 19281—2003 相比,除编辑性修改外主要技术变化如下:

- 增加了铝含量、磨耗率、镉含量、铅含量、镍含量、六价铬含量和汞含量的测定方法(见 3.27~3.32);
- 对碱金属和镁含量的测定中加入硫酸后灼烧温度进行了调整(见 3.5.4,2003 年版的 3.6.3);
- 对锰含量的测定中的加热煮沸时间进行了调整(见 3.8.4.1,2003 年版的 3.9.4.1);
- 对灼烧减量的测定的温度进行了调整(见 3.14.2,2003 年版的 3.15.2);
- 对吸油值的测定时间进行了调整(见 3.20.3,2003 年版的 3.21.3);
- 粒径的测定增加了激光粒径分析法(见 3.26.2,2003 年版的 3.27)。

本标准由中国石油和化学工业联合会提出。

本标准由全国化学标准化技术委员会无机化工分会(SAC/TC 63/SC 1)归口。

本标准起草单位:建德市天石碳酸钙有限责任公司、中海油天津化工研究设计院、广西贺州市科隆粉体有限公司、浙江雪峰碳酸钙有限公司、建德市云峰碳酸钙有限公司、东南新材料股份有限公司、建德兴隆钙粉有限公司、建德市宏兴钙业有限责任公司。

本标准主要起草人:陈春玉、陆思伟、张小燕、沈兴楠、姚余成、巫锡海、詹根松、周建红。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为:

- GB/T 19281—2003。