

中 华 人 民 共 和 国

国 家 标 准

氟碳铈镧矿精矿中氧化钙量的测定

(EGTA容量法)

GB 2591.4—81

总则及一般规定按 GB 1467—78 执行外,另规定如下: (1) 分析试样在 105~110℃ 温度下烘干 2 小时后, 放置干燥器中保存。(2) 试样的粒度需通过 180 目筛。(3) 熔样加盖。

### 1. 方法提要

试样以碱熔融, 二次氢氧化物沉淀分离, 在氨性溶液中用过硫酸铵氧化锰为二氧化锰除去, 在 pH 大于 13 的氢氧化钾介质中, 以钙黄绿素为指示剂, 用 EGTA 标准溶液滴定, 绿色荧光消失为终点。

测定范围: 4.0~20.0%。

### 2. 试剂

硝酸 (比重 1.42)。

高氯酸 (比重 1.67)。

氢氧化钠。

过氧化钠。

过氧化氢 (30%)。

过硫酸铵。

盐酸 (1+1)、(1+3)。

氢氧化钾 (40%)。

氢氧化铵 (1+1)。

无水碳酸钠 (固体)、(1%)。

氯化铵 (固体)、(2%) (用氨水调至 pH 10)。

三乙醇胺 (1+1)。

酚红 (0.05% 乙醇溶液)。

糊精 (5%): 新配。

钙黄绿素: 0.2 克钙黄绿素、0.12 克百里酚蓝和 20 克氯化钾研细混匀即可。

氧化钙标准溶液: 称取 1.7847 克预先在 110℃ 烘干 2 小时的碳酸钙 (基准试剂) 于烧杯中, 加少量水润湿, 加入 20 毫升盐酸 (1+3), 缓缓加热至完全溶解, 煮沸, 冷却后移入 1000 毫升容量瓶中, 用水稀释至刻度, 摇匀。此溶液 1 毫升含 1 毫克氧化钙。

乙二醇二乙醚二氨四乙酸 (EGTA) 标准溶液: 称取 3.8 克 EGTA 置于烧杯中, 加 50 毫升 0.5 N 氢氧化钾溶液, 搅拌至全部溶解, 移入 1000 毫升容量瓶中, 用水稀释至刻度, 摇匀。

标定: 吸取 10.00 毫升氧化钙标准溶液于 300 毫升烧杯中, 用水稀释至约 70 毫升, 加 5 毫升三乙醇胺 (1+1), 搅匀, 加 8 毫升 40% 氢氧化钾, 约 0.2 毫升酚红溶液和少许钙黄绿素, 摇匀。用 EGTA 标准溶液滴至绿色荧光全部消失, 溶液呈纯红色为终点。

按下式计算 EGTA 标准溶液对氧化钙的滴定度:

$$T = \frac{W}{V}$$

国 家 标 准 总 局 发 布  
中 华 人 民 共 和 国 冶 金 工 业 部 提 出

1 9 8 2 年 3 月 1 日 实 施  
有 色 金 属 研 究 院 广 东 分 院 起 草