

中華民國國家標準

CNS**工業級沉澱碳酸鈣檢驗法**

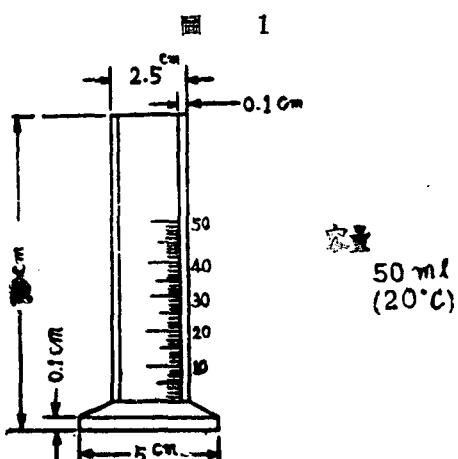
總號 1384

類號 K 6150

Method of Test for Calcium Carbonate of Industrial Use

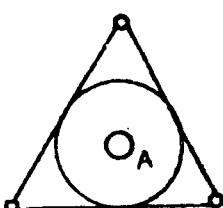
1. 適用範圍： 本標準規定工業級沉澱碳酸鈣之檢驗方法。
2. 採樣： 每一批產品，由各部份抽取 20 個以上之樣品混合均勻後，依四分法縮取約 3 kg 以上密封保存之。
3. 假比重： 由於操作之方法不同，假比重以緊密者和疏鬆者表示之。
 - 3.1 緊密假比重之測定係將試樣稱準約 10 g，放入（圖 1）有刻度之量筒中，每度之單位為 1 ml，開始輕輕搖動使緊密不致飛揚，繼之輕敲使之緊密至試樣之體積不再收縮為止，記錄試樣之體積依下列計算緊密假比重。

$$S_t = \frac{G}{V} \times 1000$$

式內， S_t = 緊密假比重 (kg/m^3) G = 試樣重量 (g) V = 最後試樣體積 (ml)

- 3.2 疏鬆假比重之測定係將試樣盛滿於如圖 2 所示之漏斗 A 內，傾斜垂片 B，使試樣沿鋼製的長管降滿於黃銅筒 C，秤重內容之試樣，測定 5 次採取平均值，依下式計算疏鬆假比重：

圖 2



$$S_\ell = \frac{G}{500} \times 1000$$

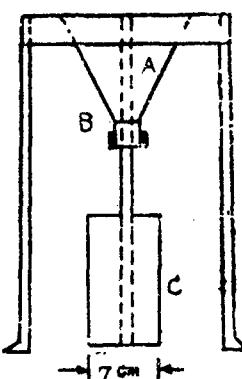
式內， S_ℓ = 疏鬆假比重 (kg/m^3) G = 試樣重量 (g)

圖 2 內 A：漏斗，其容量稍大於 500 ml。

B：附有彈簧的垂片。

C：黃銅筒，7 cm 內徑，由黃銅管製之，其容量為 500 ml。

(共 4 頁)

公佈日期
51 年 5 月 16 日

經濟部標準檢驗局印行

修訂日期
61 年 10 月 23 日

4. 細度：篩試驗以規定之 CNS 386，試驗篩行之，其計算方式如下所示：

$$\text{通過篩網試料 (\%)} = \frac{\text{通過篩網試料 (g)}}{\text{樣品 (g)}} \times 100$$

5. 化學分析

5.1 水分：秤準 g 樣品於秤量瓶內，在 105° 至 110°C 乾燥約 2 小時，至達恒量，依下式計算水分之百分率。

$$\text{水分, \%} = \frac{\text{減量 (g)}}{\text{樣品重 (g)}} \times 100$$

5.2 酸不溶物：秤準 0.5 g 樣品於 250 ml 燒杯中，加入 20 ml 鹽酸 ($1:1$)，以緩火溫熱之，待其無氣泡發生即分解完全，濾出殘渣，用熱水沖洗至無酸性，納入已知重量之坩堝中烘乾並灼燒至恒量為止，冷後秤重計算不溶物之百分數。

$$\text{酸不溶物 (\%)} = \frac{\text{殘渣 (g)}}{\text{樣品 (g)}} \times 100$$

5.3 氧化鐵及氧化鋁：加 2 滴溴水（或濃硝酸 3 滴）以氧化第 5.2 節所得濾液及洗滌液，煮沸至溴氣消失，冷卻後復加 10% 氯化銨 10 ml ，及甲基橙指示劑 3 滴後用 10% 氨氧化銨慢慢中和至呈黃色，煮沸溶液 1 至 2 分鐘，以使沉澱凝結並蒸發過量的氯，把沉澱物過濾，以熱水沖洗之，將此沉澱及濾紙納入已知重量之坩堝中，烘乾後灼燒至恒重，冷後秤重依下式計算氧化鐵及氧化鋁之百分數。

$$\text{三氧化二鐵及氧化鋁 } (\text{Fe}_2\text{O}_3 + \text{Al}_2\text{O}_3) (\%) = \frac{\text{灼燒殘渣 (g)}}{\text{樣品 (g)}} \times 100$$

5.4 氧化鈣：取第 5.3 節所得濾液，加入少量鹽酸使呈酸性，正確稀釋成 500 ml 吸取 100 ml 於燒杯內加水 100 ml 熱至約 60°C 加入飽和草酸銨溶液 15 ml 妥為攪拌，滴 3 滴甲基橙指示劑，用 10% NH_4OH 中和至呈黃色，煮沸約 5 分鐘放冷過濾並洗滌燒杯裏面之沉澱物 2 至 3 次，每次約用溫水 50 ml ，再用 10% 稀鹽酸完全溶解濾紙上的沉澱物，且回收於原燒杯中，添加水約 100 ml ，慢慢加 5 ml 鮑和草酸銨並攪拌，滴甲基橙指示劑 3 滴再用 10% NH_4OH 中和至呈黃色煮沸約 5 分鐘，使沉澱再生成放冷，並洗滌燒杯裏之沉澱物 2 至 3 次每次約用溫水 50 ml ，所得草酸鈣烘乾，灼燒後置於電爐上滴加濃硫酸數滴，潔潤所有殘渣，蒸乾至幾無白煙為止，再灼燒呈無水硫酸鈣，冷卻後秤重，依下式計算氧化鈣之百分率。

$$\text{氧化鈣, \%} = \frac{\text{灼燒殘渣 (g)} \times 41.19}{\text{樣品重 (g)}}$$

註：為避免鎂與鈣之相伴沉澱，氧化鈣之雙次沉澱操作極為重要。

5.5 氧化鎂：以鹽酸酸化第 5.4 節所得濾液，如容積過大將其蒸發至 100 ml ，加入適量的氫和磷酸氫二銨溶液，使所有氧化鎂均能沉澱，滴入甲基紅指示劑 1 至 2 滴，以氫氧化銨鹼化之劇烈攪拌旋加入總容積 $1/10$ 之濃氫氧化銨，靜置冷處至少 12 小時用無灰濾紙過濾以氫氧化銨 ($1:20$) 冲洗，納入坩堝烘乾後，緩火燒去紙炭質，切勿使濾紙着火，然後以強火 (1000°C) 灼燒至恒量為止，如殘渣顏色欠白，可俟冷後滴入濃硝酸以潤濕之，蒸乾再行灼燒，如是者數次，可得潔白之焦磷酸鎂 ($\text{Mg}_2\text{P}_2\text{O}_7$)，冷後秤重，依下式計算氧化鎂百分數。

$$\text{氧化鎂 (\%)} = \frac{\text{灼燒殘渣 (g)} \times 36.28}{\text{樣品 (g)}}$$

6. 燃失量：秤準樣品 1 g 於已知重量之有蓋坩堝中，慢慢加熱然後強熱 (1000°C) 3 小時至恒量為止。依下式計算燃失量之百分數。

$$\text{燃失量 (\%)} = \frac{\text{灼燒減量 (g)}}{\text{樣品 (g)}} \times 100$$

7. 游離石灰：秤準樣品約 1 g 於 500 ml 量瓶中，加入溶有 30 g 蔗糖之 300 ml 蒸餾水，劇烈振動之，加蒸餾水至 500 ml 刻度，放置 1.5 至 2 小時，每隔 10 分鐘劇烈振動一次。等不溶物沉澱後過濾上層澄清溶液，吸取濾液 100 ml ，加入 2 滴酚酞指示劑以 $N/20$ 草酸標準溶液（註）滴定至粉紅色消失為終點，依下式計算游離石灰百分率：

$$1\text{ ml } N/20 \text{ 草酸} = 0.0014\text{ g CaO}$$

$$\text{游離氧化鈣 (\%)} = \frac{0.0014 \times N/20 \text{ 草酸 (ml)}}{\text{樣品 (g)}} \times 500$$