

# 中华人民共和国国家标准

GB/T 15057.2—94

## 化工用石灰石中氧化钙和氧化镁含量的测定

Limestone for chemical industry  
—Determination of calcium  
and magnesium oxides content

### 第一篇 氧化钙和氧化镁含量的测定 EDTA 滴定法

#### 1 主题内容与适用范围

本标准规定了 EDTA 滴定法测定氧化钙和氧化镁的含量。

本标准适用于化工用石灰石产品中氧化钙和氧化镁含量的测定,测定范围为氧化钙大于 49%,氧化镁 1%~4%。

#### 2 引用标准

GB 6682 分析实验室用水规格和试验方法

GB 601 化学试剂 滴定分析(容量分析)用标准溶液的制备

GB/T 15057.4 化工用石灰石中三氧化二物含量的测定 重量法

#### 3 方法提要

试样经盐酸、氢氟酸和高氯酸分解,以三乙醇胺掩蔽铁、铝等干扰元素,在 pH 大于 12.5 的溶液中,以钙羧酸作指示剂,用 EDTA 标准滴定溶液滴定钙。pH $\approx$ 10 时,以酸性铬蓝 K-萘酚绿 B 作混合指示剂,用 EDTA 标准滴定溶液滴定钙镁总量,由差减法求得氧化镁的含量。

#### 4 试剂和溶液

本标准中所用水应符合 GB 6682 中三级水的规格;所列的试剂,无特殊规定外,均指分析纯试剂。

4.1 盐酸(GB 622):1+1 溶液。

4.2 氢氟酸(GB 620)。

4.3 高氯酸(GB 623)。

4.4 三乙醇胺:1+1 溶液。

4.5 氢氧化钾(GB 2306):200g/L 溶液。

4.6 糊精:40g/L 溶液。称取 4g 糊精,用水调成糊状,加入 100mL 沸水(使用前配制)。

4.7 氯化铵-氨水缓冲溶液(pH $\approx$ 10):称取 67.5g 氯化铵(GB 658)溶于 300mL 水中,加 570mL 氨水(GB 631),移入 1 000mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

4.8 盐酸羟胺(GB 6685):50g/L 溶液。

4.9 乙二胺四乙酸二钠(EDTA)(GB 1401): $c(\text{EDTA})$ 约为 0.02mol/L 标准滴定溶液,配制与标定按

国家技术监督局 1994-05-05 批准

1995-02-01 实施

GB 601 执行。

4.10 钙羧酸指示剂[2-羟基-1-(2-羧基-4-磺基偶氮)-3-萘甲酸]:称取 1g 钙羧酸与 100g 经 105°C 烘干的氯化钠(GB 1266),研细,混匀,保存于磨口瓶中。

4.11 酸性铬蓝 K 指示剂:5g/L 溶液。称取 0.5g 酸性铬蓝 K 溶解于 100mL 水中(使用期为一周)。

4.12 萘酚绿 B 指示剂:5g/L 溶液。称取 0.5g 萘酚绿 B 溶解于 100mL 水中(使用期为一周)。

4.13 铬黑 T 指示剂:5g/L 溶液。称取 0.5g 铬黑 T 溶解于 100mL 三乙醇胺(4.4)溶液中(使用期为半个月)。

## 5 试样

实验室样品通过 125 $\mu$ m 试验筛(GB 6003),于 105~110°C 干燥 2h 以上,置于干燥器中冷却至室温。

## 6 分析步骤

### 6.1 试样溶液的制备

称取约 0.2g 试样,精确至 0.0001g,置于 100mL 聚四氟乙烯塑料烧杯中。同时做空白试验。

用少许水润湿试样,盖上表面皿,沿烧杯嘴滴加盐酸溶液(4.1),待剧烈反应停止后,过量 1mL,冲洗表面皿和烧杯壁。加 4mL 氢氟酸(4.2)、2mL 高氯酸(4.3),置于电热板上低温加热近干。取下烧杯,稍冷,用少许水冲洗杯壁,继续加热白烟冒尽至干。稍冷,加 3mL 盐酸(4.1),加热溶解至清亮,冷却至室温,移入 250mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。此制备溶液也用于原子吸收光谱法测定氧化镁。

### 6.2 氧化钙的测定

吸取 50.00mL 6.1 条制备的溶液置于 250mL 烧杯中。加 100mL 水、10mL 糊精溶液(4.6)、5mL 三乙醇胺溶液(4.4)、15mL 氢氧化钾溶液(4.5),使溶液 pH 大于 12.5,加少许钙羧酸指示剂(4.10),搅匀。用 EDTA 标准滴定溶液(4.9)滴定至溶液由酒红色变为纯蓝色为终点。

注:①能为盐酸分解完全的矿石试样,也可吸取 20.00mL 由 GB/T 15057.4 中 5.1 条保留的滤液进行氧化钙的测定,测定时不加三乙醇胺溶液。

②氧化镁含量小于 3% 的试样,不加糊精溶液。

### 6.3 氧化镁的测定

吸取 50.00mL 6.1 条制备的溶液置于 250mL 烧杯中。加 100mL 水、5mL 盐酸羟胺溶液(4.8)、5mL 三乙醇胺溶液(4.4),搅匀,加 10mL 氨性缓冲溶液(4.7)、2~3 滴酸性铬蓝 K 指示液(4.11)和 6~7 滴萘酚绿 B 指示液(4.12),搅匀,用 EDTA 标准滴定溶液(4.9)滴定至溶液由暗红色变为亮绿色为终点。

注:能为盐酸分解完全的矿石试样,也可吸取 20.00mL 由 GB/T 15057.4 中 5.1 条保留的滤液进行氧化镁的测定,测定时不加盐酸羟胺溶液和三乙醇胺溶液,也可用铬黑 T 作指示剂。

## 7 分析结果的表述

7.1 以质量百分数表示的氧化钙(CaO)含量( $x_1$ )按式(1)计算,碳酸钙(CaCO<sub>3</sub>)含量( $x_2$ )按式(2)计算:

$$x_1 = \frac{c(V_2 - V_1) \times 0.05608}{m \cdot \frac{V_A}{V}} \times 100 \dots\dots\dots (1)$$

$$x_2 = \frac{c(V_2 - V_1) \times 0.1001}{m \cdot \frac{V_A}{V}} \times 100 \dots\dots\dots (2)$$

式中:  $c$ ——EDTA 标准滴定溶液的实际浓度, mol/L;  
 $V_2$ ——EDTA 标准滴定溶液滴定氧化钙的体积, mL;  
 $V_1$ ——EDTA 标准滴定溶液滴定氧化钙空白试液的体积, mL;