

前 言

本标准对 GB/T 3286.1—1982《石灰石、白云石化学分析方法 EGTA-CyDTA 容量法测定氧化钙和氧化镁》和 GB/T 3286.11—1993《石灰石、白云石化学分析方法 火焰原子吸收光谱法测定镁量和铁量》进行修订,本次修订将 GB/T 3286.1—1982 和 GB/T 3286.11—1993 中氧化镁量测定部分合并为一个标准,分两篇叙述,第一篇 络合滴定法,第二篇 火焰原子吸收光谱法。第一篇络合滴定法非等效采用 JIS M8850:1994《石灰石化学分析方法》中 EDTA 滴定氧化钙量和氧化镁量的方法。第二篇火焰原子吸收光谱法非等效采用 JIS M 8850:1994《石灰石化学分析方法》中原子吸收光谱测定氧化镁量的方法。

“范围”中明确本标准也适用于冶金石灰中氧化钙量和氧化镁量的测定。“允许差”中增加了实验室内允许差。

络合滴定法中试料分解由原标准中酸溶残渣碱熔回收改为试料直接碱熔稀酸浸取的分解方法。制备的试液可同时用于氧化钙、氧化镁、二氧化硅、氧化铝和氧化铁量的测定,使分析方法更具实用性。方法中增加了用 EDTA 滴定氧化钙量和氧化镁量的方法,该滴定方法与原标准中 EGTA、CyDTA 滴定氧化钙量和氧化镁量的方法并列。对高镁试样中氧化钙量的测定,由于原方法中所加分散剂酒石酸-蔗糖溶液的“空白值”不易控制,修订的方法中不再加分散剂。

火焰原子吸收光谱法中对试液体积及分取等作了调整。鉴于该方法简便,灵敏度、精度较高,原 GB/T 3286.2—1982《石灰石、白云石化学分析方法 铬黑 T 光度法测定氧化镁》方法用火焰原子吸收光谱法代替。

GB/T 3286《石灰石、白云石化学分析方法》包括以下九个分标准:

GB/T 3286.1 氧化钙量和氧化镁量的测定;

GB/T 3286.2 二氧化硅量的测定;

GB/T 3286.3 氧化铝量的测定;

GB/T 3286.4 氧化铁量的测定;

GB/T 3286.5 氧化锰量的测定;

GB/T 3286.6 磷量的测定;

GB/T 3286.7 硫量的测定;

GB/T 3286.8 灼烧减量的测定;

GB/T 3286.9 二氧化碳量的测定。

本标准自实施之日起,代替 GB/T 3286.1—1982、GB/T 3286.2—1982 和 GB/T 3286.11—1993。

本标准由中华人民共和国原冶金工业部提出。

本标准由原冶金工业部信息标准研究院归口。

本标准由武汉钢铁(集团)公司负责起草。

本标准起草单位:武汉钢铁(集团)公司技术中心、鞍山钢铁(集团)公司质检中心和上海第一钢铁(集团)有限公司。

本标准主要起草人:刘继先、曹宏燕、马福祥、魏匡群、陈亚森、于桂芝。

本标准 1982 年 7 月首次发布,1993 年 3 月对火焰原子吸收光谱法进行了修订。

中华人民共和国国家标准

石灰石、白云石化学分析方法 氧化钙量和氧化镁量的测定

GB/T 3286.1—1998

Methods for chemical analysis of
limestone and dolomite—
The determination of calcium oxide and
magnesium oxide content

代替 GB/T 3286.1—1982
GB/T 3286.2—1982
GB/T 3286.11—1993

1 范围

本标准规定了用络合滴定法测定氧化钙、氧化镁量和用原子吸收光谱法测定氧化镁量。

本标准适用于石灰石、白云石中氧化钙量和氧化镁量的测定,也适用于冶金石灰中氧化钙量和氧化镁量的测定。第一篇 络合滴定法,测定范围:氧化钙量大于 25%,氧化镁量大于 2.5%;第二篇原子吸收光谱法,测定范围:氧化镁量 0.10%~2.50%。

2 引用标准

下列标准所包含的条文,通过在本标准中引用而构成本标准的条文。本标准出版时,所示版本均为有效。所有标准都会被修订,使用本标准的各方应探讨使用下列标准最新版本的可能性。

- GB/T 2007.2—1987 散装矿产品的取样、制样通则 手工制样方法
GB/T 3286.2—1998 石灰石、白云石化学分析方法 二氧化硅量的测定
GB/T 3286.3—1998 石灰石、白云石化学分析方法 氧化铝量的测定
GB/T 3286.4—1998 石灰石、白云石化学分析方法 氧化铁量的测定
GB/T 7728—1987 冶金产品化学分析 火焰原子吸收光谱法通则

第一篇 络合滴定法

3 方法提要

试料用碳酸钠-硼酸混合熔剂熔融,稀盐酸浸取。分取部分试液,以三乙醇胺掩蔽铁、铝、锰等离子,在强碱介质中,以钙指示剂作指示剂,用 EDTA 或 EGTA 标准溶液滴定氧化钙量。对高镁试样,在试液调节至碱性前预置 90%~95% 的 EDTA 或 EGTA 标准溶液,以消除大量镁的影响。另取部分试液,以三乙醇胺掩蔽铁、铝、锰等离子,在氨性缓冲溶液中,以酸性铬蓝 K 和萘酚绿 B 作混合指示剂,用 EDTA 标准溶液滴定氧化钙、氧化镁含量,或以稍过量的 EGTA 标准溶液掩蔽钙,用 CyDTA 标准溶液滴定氧化镁量。

试样中含氧化铁、氧化铝量大于 2.0%,或含氧化锰量大于 0.10%,用铜试剂沉淀分离铁、铝、锰等离子,分取滤液用 EDTA 或 EGTA、CyDTA 标准溶液滴定氧化钙量和氧化镁量。

4 试剂

- 4.1 混合熔剂:取二份无水碳酸钠与一份硼酸研磨,混匀。
- 4.2 盐酸(1+5)。
- 4.3 三乙醇胺(1+4)。
- 4.4 氨水(1+1)。
- 4.5 氢氧化钾溶液(200 g/L),贮于塑料瓶中,配制后需放置过夜使用。
- 4.6 二乙胺二硫代甲酸钠(铜试剂)溶液(50 g/L),用时配制。
- 4.7 氨性缓冲溶液:称取 67.5 g 氯化铵溶于水中,加 570 mL 氨水(ρ 0.90 g/mL),用水稀释至 1 L,混匀。
- 4.8 钙指示剂:取 1 g 钙指示剂与 100 g 氯化钠研磨,混匀。
- 4.9 酸性铬蓝 K 溶液(5 g/L),用三乙醇胺(1+1)配制。
- 4.10 萘酚绿 B 溶液(5 g/L),用三乙醇胺(1+1)配制。
- 4.11 氧化钙标准溶液:称取 0.8924 g 预先于 105~110℃干燥 1 h 并冷却至室温的高纯碳酸钙(不低于 99.99%),置于 250 mL 的烧杯中,加约 100 mL 的水,盖上表皿。缓慢加入 10 mL 盐酸(1+1)至试剂溶解,加热煮沸驱尽二氧化碳,取下,冷至室温。移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1.00 mL 含 0.50 mg 氧化钙。
- 4.12 氧化镁标准溶液:称取 0.5000 g 预先于 950~1 000℃灼烧 1 h 并冷却至室温的高纯氧化镁(不低于 99.99%),置于 250 mL 烧杯中,加约 100 mL 水,盖上表皿。缓慢加入 15 mL 盐酸(1+1)至试剂溶解,加热煮沸,取下,冷至室温。移入 1 000 mL 的容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1.00 mL 含 0.50 mg 氧化镁。
- 4.13 EDTA(乙二胺四乙酸二钠)标准溶液 [$c(\text{EDTA})=0.01 \text{ mol/L}$]

4.13.1 配制

称取 3.72 g 乙二胺四乙酸二钠于 500 mL 的烧杯中,加约 300 mL 水,低温加热,不断搅拌,待试剂全部溶解后,冷却至室温,移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。

4.13.2 EDTA 标准溶液对氧化钙滴定度的标定

移取 50.00 mL 氧化钙标准溶液(4.11)三份,分别置 250 mL 锥形瓶中,加入 2 mL 的氧化镁标准溶液(4.12)及 50 mL 水,加 5 mL 三乙醇胺(4.3),加 20 mL 氢氧化钾溶液(4.5)及少许钙指示剂(4.8),在不断摇动下用 EDTA 标准溶液(4.13.1)滴定至溶液由红色变为亮蓝色为终点。三份氧化钙标准溶液所消耗 EDTA 标准溶液体积的极差不超过 0.05 mL,取其平均值。

按式(1)计算 EDTA 标准溶液对氧化钙的滴定度:

$$T_1 = \frac{c \cdot V}{V_1 - V_{01}} \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中: T_1 ——EDTA 标准溶液对氧化钙的滴定度, g/mL;

c ——氧化钙标准溶液的浓度, g/mL;

V ——所取氧化钙标准溶液的体积, mL;

V_1 ——滴定所消耗 EDTA 标准溶液体积的平均值, mL;

V_{01} ——滴定试剂空白所消耗 EDTA 标准溶液体积的平均值, mL。

4.13.3 EDTA 标准溶液对氧化镁滴定度的标定

移取 20.00 mL 氧化镁标准溶液(4.12)三份,分别置 250 mL 锥形瓶中,加 50 mL 水,加 5 mL 三乙醇胺(4.3),加 10 mL 的氨性缓冲溶液(4.7),滴加 2 滴酸性铬蓝 K 溶液(4.9)及 6~7 滴萘酚绿 B 溶液(4.10),用 EDTA 标准溶液滴定至溶液由暗红变为蓝绿色为终点。三份氧化镁标准溶液所消耗 EDTA 标准溶液毫升数的极差不超过 0.05 mL,取其平均值。