

前 言

本标准依据我国现行的一系列碳酸钙标准制定。

本标准由中国石油和化学工业协会提出。

本标准由全国化学标准化技术委员会无机化工分会(CSBTS/TC63/SC1)归口。

本标准起草单位：天津化工研究设计院、四川都江堰钙品股份有限公司、浙江菱化集团有限公司、常州碳酸钙厂、山西兰花华明纳米材料有限公司、内蒙古蒙西高新材料股份公司。

本标准主要起草人：姚锦娟、王良金、凌金湖、谈柳玉、李万虎、佟福林。

本标准为首次制定。

碳酸钙分析方法

1 范围

本标准规定了碳酸钙中各种元素、离子及相关物理性能的分析方法。

本标准适用于各种碳酸钙产品。

分子式:CaCO₃

相对分子质量:100.09(按 1999 年国际相对原子质量)

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件,其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本标准,然而,鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件,其最新版本适用于本标准。

GB/T 2922—1982 化学试剂 色谱载体比表面积测定方法

GB/T 3049—1986 化工产品中铁含量测定的通用方法 邻菲罗啉分光光度法(neq ISO 6685:1982)

GB/T 4472—1984 化工产品密度、相对密度测定通则

GB/T 6682—1992 分析实验室用水规格和试验方法(neq ISO 3696:1987)

HG/T 3696.1 无机化工产品化学分析用标准滴定溶液的制备

HG/T 3696.2 无机化工产品化学分析用杂质标准溶液的制备

HG/T 3696.3 无机化工产品化学分析用试剂及制品的制备

3 分析方法

3.1 安全提示

本试验方法中使用的部分试剂具有毒性或腐蚀性,操作时须小心谨慎!如溅到皮肤上应立即用水冲洗,严重者应立即治疗。

3.2 一般规定

本标准所用试剂和水在没有注明其他要求时,均指分析纯试剂和 GB/T 6682—1992 中规定的三级水。试验中所用标准滴定溶液、杂质测定用标准溶液、试剂及制品,在没有注明其他要求时,均按 HG/T 3696 之规定制备。

3.3 鉴别试验

3.3.1 碳酸根离子的鉴别

取试样少许,加盐酸溶液(1+2)后即产生二氧化碳气体,通入 3 g/L 氢氧化钙溶液中,即产生白色沉淀。

3.3.2 钙离子的鉴别

3.3.2.1 取上述试液,加酚酞指示液,用(1+3)氨水调至中性,加入 35 g/L 草酸铵溶液,即产生白色沉淀。此沉淀能在盐酸溶液中溶解,而在冰乙酸中不溶解。

3.3.2.2 取铂丝,用盐酸润湿后在无色火焰中燃烧至无色,蘸取试样再烧,火焰即呈砖红色。

3.4 钙含量的测定

3.4.1 原理

用三乙醇胺掩蔽少量的 Fe³⁺、Al³⁺、Mn²⁺ 等离子,在 pH 大于 12 的介质中,以钙试剂羧酸钠盐指示剂为指示剂,用乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液滴定 Ca²⁺,过量的乙二胺四乙酸二钠夺取与指示剂络

合的 Ca^{2+} ，游离出指示剂，根据颜色变化判断反应的终点。

3.4.2 试剂

- 3.4.2.1 盐酸溶液:1+1;
- 3.4.2.2 氢氧化钠溶液:100 g/L;
- 3.4.2.3 三乙醇胺溶液:1+3;
- 3.4.2.4 乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液: $c(\text{EDTA})$ 约为 0.02 mol/L;
- 3.4.2.5 钙试剂羧酸钠盐指示剂。

3.4.3 分析步骤

3.4.3.1 试验溶液 A 的制备

称取 0.6 g 预先在 $(105 \pm 5)^\circ\text{C}$ 下干燥至恒重的试样，精确至 0.000 2 g，置于 250 mL 烧杯中，加少许水润湿(活性碳酸钙产品加少许乙醇润湿)。盖上表面皿，滴加盐酸溶液至试料全部溶解，用中速滤纸过滤并洗涤，滤液和洗液一并收集于 250 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀，此溶液为试验溶液 A，用于钙含量、镁含量的测定。

3.4.3.2 测定

用移液管移取 25 mL 试验溶液 A，置于 250 mL 锥形瓶中，加入 5 mL 三乙醇胺溶液、25 mL 水和少量钙试剂羧酸钠盐指示剂，用氢氧化钠溶液调成酒红色，并过量 0.5 mL，用乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液滴定至纯蓝色为终点。同时做空白试验。

3.4.4 结果计算

钙含量以碳酸钙(CaCO_3)的质量分数 w_1 计，数值以 % 表示，按下列公式(1)计算：

$$w_1 = \frac{c(V - V_0)M_1}{m \times 10^3 \times 25/250} \times 100 = \frac{c(V - V_0)M_1}{m} \dots\dots\dots(1)$$

钙含量以氧化钙(CaO)的质量分数 w_2 计，数值以 % 表示，按下列公式(2)计算：

$$w_2 = \frac{c(V - V_0)M_2}{m \times 10^3 \times 25/250} \times 100 = \frac{c(V - V_0)M_2}{m} \dots\dots\dots(2)$$

钙含量以钙(Ca)的质量分数 w_3 计，数值以 % 表示，按下列公式(3)计算：

$$w_3 = \frac{c(V - V_0)M_3}{m \times 10^3 \times 25/250} \times 100 = \frac{c(V - V_0)M_3}{m} \dots\dots\dots(3)$$

式中：

V ——滴定试验溶液所消耗乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液(3.4.2.4)的体积的数值，单位为毫升(mL)；

V_0 ——滴定空白溶液所消耗乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液(3.4.2.4)的体积的数值，单位为毫升(mL)；

c ——乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液浓度的准确数值，单位为摩尔每升(mol/L)；

m ——试料的质量的数值，单位为克(g)；

M_1 ——碳酸钙的摩尔质量的数值，单位为克每摩尔(g/mol)($M_1 = 100.1$)；

M_2 ——氧化钙的摩尔质量的数值，单位为克每摩尔(g/mol)($M_2 = 56.08$)；

M_3 ——钙的摩尔质量的数值，单位为克每摩尔(g/mol)($M_3 = 40.08$)。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果，平行测定结果的绝对差值：以碳酸钙、氧化钙计不大于 0.2%，以钙计不大于 0.1%。

3.5 镁含量的测定

3.5.1 方法提要

用三乙醇胺掩蔽少量的 Fe^{3+} 、 Al^{3+} 、 Mn^{2+} 等离子，在 pH 为 10 的介质中，以铬黑 T 为指示剂，用乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液滴定钙镁含量，根据颜色变化判断反应的终点。从中减去钙含量，计算出镁含量。