

粘土、高铝质耐火材料化学分析方法 EDTA容量法测定氧化钙量

UDC 666.76:543
.06

GB 6900.6—86

Fireclay and high-alumina refractories —Determination of calcium oxide content —EDTA volumetric method

本标准适用于粘土耐火制品、高铝质耐火材料中氧化钙量的测定。

测定范围：0.10~1.00%。

本标准遵守GB 1467—78《冶金产品化学分析方法标准的总则及一般规定》。

1 方法提要

试样用混合熔剂熔融，盐酸浸取。六次甲基四胺分离硅、铁、铝、钛等干扰元素，在pH>12的介质中，以钙黄绿素为指示剂，EDTA标准溶液滴定钙量。

微量锰的干扰，采用三乙醇胺掩蔽消除。

2 试剂

2.1 混合熔剂：1.5份无水碳酸钠，1.5份无水碳酸钾与0.7份硼酸混匀研细，贮于磨口瓶中。

2.2 盐酸（1+1）。

2.3 氢氧化钾溶液（25%）。

2.4 六次甲基四胺溶液（30%）。

2.5 三乙醇胺（1+4）。

2.6 钙黄绿素-酚酞络合剂混合指示剂：称取0.2g钙黄绿素，0.12g酚酞络合剂与20g氯化钾混匀研细。

2.7 氧化钙标准溶液：称取1.7848g已于140℃烘2h的碳酸钙（基准试剂）于烧杯中，加约50ml水，盖上表皿，从杯口滴入盐酸（2.2），微热使其溶解，再加热微沸1~2min，取下，冷至室温，移入1000ml容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液1ml含0.0010g氧化钙。

2.8 乙二胺四乙酸二钠（EDTA）标准溶液：（ $C_{EDTA}=0.005\text{mol/L}$ ）：称取1.86gEDTA于烧杯中，分次加水搅拌至全部溶解（必要时可稍加热），冷却，用水稀释至1000ml，混匀。

按下列方法标定EDTA标准溶液对氧化钙的滴定度（ T ）：

移取10.00ml氧化钙标准溶液（2.7）于烧杯中，加约10ml水，5ml三乙醇胺（2.5），10ml氢氧化钾溶液（2.3），约0.04g钙黄绿素-酚酞络合剂混合指示剂（2.6），立即以EDTA标准溶液（2.8）滴定至溶液由荧光绿色刚变为稳定的红色为终点。

按式（1）计算滴定度：

$$T = \frac{V_1 \cdot C}{V - V_0} \dots\dots\dots (1)$$

式中： V_1 ——移取氧化钙标准溶液的体积，ml；

C ——氧化钙标准溶液的浓度，g/ml；

V ——滴定时所用EDTA标准溶液的体积，ml；