

# HG

## 中华人民共和国化工行业标准

HG/T 2956.2~2956.8—2001

---

### 硼镁矿石分析方法

Analytical methods for ascharite ores

2002-01-24 发布

2002-07-01 实施

---

国家经济贸易委员会 发布

备案号:10103—2002

HG/T 2956.6—2001

## 前 言

本标准是由推荐性化工行业标准 HG/T 2956.6—1982《硼镁矿石中氧化钙和氧化镁含量的分析方法》修订而成。

本标准自实施之日起,同时代替 HG/T 2956.6—1982。

本标准由原国家石油和化学工业局政策法规司提出。

本标准由化学工业化学矿标准化技术委员会归口。

本标准负责起草单位:化工部连云港设计研究院。

本标准主要起草人:王和平、张晓梅。

本标准于1966年首次发布为化工部部颁标准 HG 1—352—66《硼镁矿石统一分析方法》;1982年发布为国家标准 GB 3447.6—82《硼镁矿石中氧化钙和氧化镁含量的分析方法》;1997年调整为推荐性化工行业标准,原国家标准 GB 3447.6—82 废止,重新编号为 HG/T 2956.6—1982。

# 中华人民共和国化工行业标准

## 硼镁矿石中氧化钙和氧化镁 含量的测定 容量法

HG/T 2956.6—2001

代替 HG/T 2956.6—1982

Ascharite ores—Determination of calcium and  
magnesium oxides content—Volumetric methods

### 1 范围

本标准规定了容量法测定氧化钙和氧化镁含量。

本标准适用于硼镁矿石产品中氧化钙和氧化镁含量的测定。

### 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为本标准的条文。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 601—1988 化学试剂 滴定分析(容量分析)用标准溶液的制备

GB/T 6682—1992 分析实验室用水规格和试验方法(neq ISO 3692:1987)

### 3 方法提要

试样用盐酸、氟化氢铵分解,在 pH 值大于 12.5 的溶液中,以酸性铬蓝 K-萘酚绿 B 为指示剂,用 EGTA 标准滴定溶液滴定钙。在 pH 值等于 10 的溶液中,用 EGTA 掩蔽钙,以酸性铬蓝 K-萘酚绿 B-达旦黄为指示剂,用 EDTA 标准滴定溶液或 CDTA 标准滴定溶液滴定镁。

### 4 试剂和溶液

本标准所用水的规格应符合 GB/T 6682 中三级水,所列试剂,除特殊规定外,均指分析纯试剂。

#### 4.1 氟化氢铵。

#### 4.2 盐酸溶液:1+1。

#### 4.3 糊精溶液:30 g/L。

称取 3 g 糊精,溶于 100 mL 沸水中,冷却。

#### 4.4 三乙醇胺溶液:1+4。

#### 4.5 氢氧化钾溶液:100 g/L。

#### 4.6 氨水-氯化铵缓冲溶液(pH=10)。

称取 67.5 g 氯化铵溶于水,加入 570 mL 氨水,用水稀释至 1 000 mL,摇匀。

#### 4.7 乙二醇二乙醚二胺四乙酸(EGTA)标准滴定溶液: $c(\text{EGTA})=0.01 \text{ mol/L}$ 。

##### 4.7.1 配制

称取 3.8 g EGTA 溶于 200 mL 水中,滴加氢氧化钾溶液至完全溶解,用水稀释至 1 000 mL,摇匀。

##### 4.7.2 标定

##### 4.7.2.1 氧化钙基准溶液: $c(\text{CaO})=0.01 \text{ mol/L}$ 。

国家经济贸易委员会 2002-01-24 批准

2002-07-01 实施

称取 1.000 8 g 于 105~110℃ 干燥至恒重的碳酸钙(基准试剂),溶于 1+3 盐酸溶液 20 mL 中,煮沸除去二氧化碳,移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

4.7.2.2 用移液管吸取 10.0 mL 氧化钙基准溶液,加入 100 mL 水,3~4 mL 氧化镁标准溶液(4.8.2.1),15 mL 糊精溶液,5 mL 三乙醇胺溶液,搅匀。加入 10 mL 氢氧化钾溶液,4~5 滴酸性铬蓝 K-萘酚绿 B 指示液(4.10),用 EGTA 溶液滴定至溶液呈亮蓝色为终点。同时做空白试验。

4.7.2.3 EGTA 标准滴定溶液的浓度按式(1)计算:

$$c(\text{EGTA}) = \frac{c_1 V_1}{V - V_0} \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中: $c(\text{EGTA})$ ——EGTA 标准滴定溶液的浓度, mol/L;

$c_1$ ——氧化钙基准溶液的浓度, mol/L;

$V_1$ ——氧化钙基准溶液的体积, mL;

$V$ ——EGTA 标准滴定溶液的体积, mL;

$V_0$ ——空白试验 EGTA 标准滴定溶液的体积, mL。

4.8 乙二胺四乙酸二钠(EDTA)标准滴定溶液: $c(\text{EDTA})=0.02$  mol/L。

#### 4.8.1 配制

称取 8 g EDTA 溶于水,并稀释至 1 000 mL,摇匀。

#### 4.8.2 标定

4.8.2.1 氧化镁标准溶液: $c(\text{MgO})=0.02$  mol/L。

称取 0.806 2 g 于 800℃ 灼烧至恒重的氧化镁(高纯试剂),溶于 1+3 盐酸溶液 10 mL 中,移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

4.8.2.2 用移液管吸取 20.0 mL 氧化镁标准溶液,加入 100 mL 水,5 mL 三乙醇胺溶液,搅匀。加入 10 mL 氨水-氯化铵缓冲溶液,4~5 滴酸性铬蓝 K-萘酚绿 B-达旦黄指示液(4.11),用 EDTA 溶液滴定至溶液呈蓝绿色为终点。同时做空白试验。

4.8.2.3 EDTA 标准滴定溶液的浓度按式(2)计算:

$$c(\text{EDTA}) = \frac{c_1 V_1}{V - V_0} \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中: $c(\text{EDTA})$ ——EDTA 标准滴定溶液的浓度, mol/L;

$c_1$ ——氧化镁标准溶液的浓度, mol/L;

$V_1$ ——氧化镁标准溶液的体积, mL;

$V$ ——EDTA 标准滴定溶液的体积, mL;

$V_0$ ——空白试验 EDTA 标准滴定溶液的体积, mL。

4.9 2,2-环乙烷二胺四乙酸(CDTA)标准滴定溶液: $c(\text{CDTA})=0.02$  mol/L。

#### 4.9.1 配制

称取 7 g CDTA 溶于 200 mL 水中,滴加氢氧化钾溶液至完全溶解,用水稀释至 1 000 mL,摇匀。

#### 4.9.2 标定

按 4.8.2.2 和 4.8.2.3 进行标定和计算。

#### 4.10 酸性铬蓝 K-萘酚绿 B 指示液。

称取酸性铬蓝 K 0.15 g,萘酚绿 B 0.15 g,溶于 50 mL 水中(使用期为二周)。

#### 4.11 酸性铬蓝 K-萘酚绿 B-达旦黄指示液。

称取酸性铬蓝 K 0.1 g,萘酚绿 B 0.3 g,达旦黄 0.04 g,溶于 50 mL 水中(使用期为二周)。

### 5 试样

试样通过 125 μm 试验筛(GB/T 6003.1),于 105~110℃ 干燥 2 h 以上,置于干燥器中冷却至室温。

## 6 分析步骤

### 6.1 试液的制备

称取 0.2 g 试样(精确至 0.000 2 g),置于聚四氟乙烯塑料坩埚中,用少量水润湿,加入 12~15 mL 盐酸溶液,约 0.1 g 氟化氢铵,在电热板上加热至试样分解完全,并蒸发溶液至 3~5 mL,取下冷却,移入 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

### 6.2 氧化钙的测定

吸取 20.0 mL 试液,置于 250 mL 烧杯中,加入 100 mL 水,15 mL 糊精溶液,5 mL 三乙醇胺溶液,搅匀。加入 10 mL 氢氧化钾溶液,使溶液 pH 值大于 12.5。加入 4~5 滴酸性铬蓝 K-萘酚绿 B 指示液,用 EGTA 标准滴定溶液滴定至溶液呈亮蓝色为终点。

同时做空白试验。

### 6.3 氧化镁的测定

吸取 20.0 mL 试液,置于 250 mL 烧杯中,加入 100 mL 水,5 mL 三乙醇胺溶液,搅匀。加入 10 mL 氨水-氯化铵缓冲溶液,再加入比滴定氧化钙多 0.5~1 mL 的 EGTA 标准滴定溶液,4~5 滴酸性铬蓝 K-萘酚绿 B-达旦黄指示液,用 EDTA 标准滴定溶液或 CDTA 标准滴定溶液滴定至溶液呈蓝绿色为终点。

同时做空白试验。

注:

- 1 分解试样时,可用氟化钾或氟化钠代替氟化氢铵。
- 2 滴定钙的空白时,需加入 2~3 mg 氧化镁使终点明显。
- 3 滴定镁时,若室温低于 15℃,溶液需加热到 30℃左右,以利于配位反应的正常进行。

## 7 分析结果的表述

### 7.1 氧化钙(CaO)含量

以质量百分数表示的氧化钙(CaO)含量( $X_1$ )按式(3)计算:

$$X_1 = \frac{c(V_1 - V_0) \times 0.05608}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots (3)$$

式中:  $c$ ——EGTA 标准滴定溶液的实际浓度, mol/L;

$V_1$ ——EGTA 标准滴定溶液的体积, mL;

$V_0$ ——空白试验 EGTA 标准滴定溶液的体积, mL;

$m$ ——吸取试液相当于试样的质量, g;

0.05608——与 1.00 mL EGTA 标准滴定溶液 [ $c(\text{EGTA}) = 1.000 \text{ mol/L}$ ] 相当的以克表示的氧化钙的质量。

### 7.2 氧化镁(MgO)含量

以质量百分数表示的氧化镁(MgO)含量( $X_2$ )按式(4)计算:

$$X_2 = \frac{c(V_2 - V_0) \times 0.04031}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots (4)$$

式中:  $c$ ——EDTA 标准滴定溶液的实际浓度, mol/L;

$V_2$ ——EDTA 标准滴定溶液的体积, mL;

$V_0$ ——空白试验 EDTA 标准滴定溶液的体积, mL;

$m$ ——吸取试液相当于试样的质量, g;

0.04031——与 1.00 mL EDTA 标准滴定溶液 [ $c(\text{EDTA}) = 1.000 \text{ mol/L}$ ] 相当的以克表示的氧化镁的质量。

## 8 允许差

取平行分析结果的算术平均值作为最终分析结果。同一实验室平行分析结果的绝对差值和不同实验室分析结果的绝对差值应不大于表 1 所列允许差。

表 1 允许差 %

项 目	允 许 差	
	同一实验室	不同实验室
氧化钙(CaO)	0.25	0.30
氧化镁(MgO)	0.50	0.60