ICS

**T/HNNMIA**

73.080

D 50

CCS

**团 体 标 准**

T/HNNMIA XXXX-202X

石灰石化学分析方法

碳酸钙含量的测定

酸溶-EDTA滴定法

Methods for chemical analysis of limestone—

Determination of calcium carbonate content—

Acid dissolution -EDTA titration method

2024-XX-XX实施

2024-XX-XX发布

河南省有色金属行业协会 发布

1. 前言

T/HNNMIA XXXX-202X

本文件按照GB/T 1.1-2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由河南中孚实业股份有限公司提出。

本文件由河南省有色金属行业协会归口。

本文件起草单位：河南中孚实业股份有限公司、中铝郑州有色金属研究院有限公司、河南科创铝基新材料有限公司、河南中孚炭素有限公司、河南中孚电力有限公司、洛阳高性能铝基材料产业研究院。

本文件主要起草人：钱宇、王进良、夏训松、樊军伟、骆帝兴、石磊、孙雅琴、张涛、毛冬艳、史世杰、李利利、张东红、李娜、刘子杏、王艳艳、张秀丽、王学敏、张海燕、牛会娟、禹海燕。

T/HNNMIA XXXX-202X

石灰石化学分析方法

碳酸钙含量的测定

酸溶-EDTA滴定法

* 1. 范围

本文件描述了酸溶-EDTA滴定法测定石灰石中碳酸钙含量的方法。

本文件适用于石灰石中碳酸钙含量的测定，测定范围（质量分数）：77.0%～98.0%。

* 1. 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本文件。

GB/T 6682 分析实验室用水规格试验方法

GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

* 1. 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

* 1. 原理

试料用盐酸溶解，以L-半胱氨酸盐酸盐作抗氧化剂，以三乙醇胺掩蔽铁、铝、锰等离子，在强碱介质中，以钙羧酸（钙红指示剂）作指示剂，用乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液滴定氧化钙含量，计算碳酸钙含量。

* 1. 试剂与材料

除非另有说明，在分析中仅使用确认为分析纯以上试剂和满足GB/T 6682规定的二级水。

* + 1. 盐酸溶液（1+1）。
    2. 氢氧化钠溶液（80 g/L）。
    3. L-半胱氨酸盐酸盐溶液（10g/L）。
    4. 三乙醇胺溶液（1+4）。
    5. 二甲酚橙：固体。
    6. 钙红指示剂（钙羧酸）：取1 g钙羧酸指示剂与100 g氯化钠，充分研磨混匀。
    7. 乙酸铵溶液（500g/L）。
    8. 锌标准溶液（0.0500 mol/L）：称取3.2690 g锌（≥99.99%）溶于40 mL盐酸（5.1），溶解完全后，冷却，移入1000 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。

T/HNNMIA XXXX-202X

* + 1. 乙二胺四乙酸二钠（EDTA）标准滴定溶液（0.05 mol/L）。

5.9.1 配制：称取18.6124g 乙二胺四乙酸二钠（EDTA）溶于水中，用水稀释至1000 mL容量瓶中，摇匀。

5.9.2 标定：移取20.00 mL锌标准溶液（5.8）于250 mL锥形瓶中，加入50 mL水，加入10 mL乙酸铵溶液（5.7），加入少许二甲酚橙（5.5），用EDTA标准滴定溶液滴定至溶液由红色转变为黄色，即为终点。

5.9.3 乙二胺四乙酸二钠（EDTA）标准滴定溶液浓度计算：

 …………………………………………………（1）

式中：

──乙二胺四乙酸二钠（EDTA）标准滴定溶液的浓度，单位为摩尔每升（mol/L）；

0.0500──锌标准溶液的浓度，单位为摩尔每升（mol/L）；

20──移取的锌标准溶液的体积，单位为毫升（mL）；

──消耗的乙二胺四乙酸二钠（EDTA）标准滴定溶液的体积，单位为毫升（mL）。

* 1. 样品

试样应研磨至全部通过0.125 mm标准筛，置于110 ℃±5 ℃烘干2 h，冷却至室温，置于干燥器中。

* 1. 分析步骤

7.1 试料

称取0.10 g样品（6）（*m*），精确至0.0001 g。

7.2 平行试验

平行做两份试验，取其平均值。

7.3 空白试验

随同试料（7.1）做空白试验。

7.4 测定

7.4.1 将试料（7.1）置于250 mL锥形瓶中，加入10 mL水，将试样摇散，加入5 mL盐酸溶液（5.1）,置于电热板上溶解，加热至近干。

7.4.2 取下锥形瓶，冷却，加入约100 mL水，摇匀。

7.4.3 加入5 mL氢氧化钠溶液（5.2），2 mL L-半胱氨酸盐酸盐溶液（5.3），2 mL三乙醇胺溶液（5.4），摇匀。

7.4.4 加入约0.1 g钙红指示剂（5.6），立即用乙二胺四乙酸二钠（EDTA）标准滴定溶液（5.9）滴定至溶液由红色变为蓝色，即为终点。记下消耗的乙二胺四乙酸二钠（EDTA）标准滴定溶液的体积，记为V。

8 分析结果的计算

碳酸钙的含量以碳酸钙的质量分数计，按式（2）计算：

T/HNNMIA XXXX-202X

………………………………………（2）

式中：

──乙二胺四乙酸二钠（EDTA）标准滴定溶液的浓度，单位为摩尔每升（mol/L）；

──消耗的乙二胺四乙酸二钠（EDTA）标准滴定溶液的体积，单位为毫升（mL）；

──碳酸钙的摩尔质量，单位为克每摩尔（g/mol）；

──试料的质量，单位为克（g）。

计算结果保留至小数点后第二位，数值修约按照GB/T 8170的规定进行。

9 精密度

9.1 重复性

在重复性条件下获得的两次独立测试结果的测定值，在以下给出的平均值范围内，这两个测试结果的绝对差值不超过重复性限（*r*），超过重复性限（*r*）的情况下不超过5%，重复性限（*r*）按表1数据采用线性内插法求得。

表1

|  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 质量分数/% | 77.0 | 82.0 | 88.0 | 90.0 | 95.0 | 98.0 |
| 重复性限*r*/% | 1.3 | 1.4 | 1.5 | 1.6 | 1.7 | 1.8 |

9.2 再现性

在再现性条件下获得的两次独立测试结果的测定值，在以下给出的平均值范围内，这两个测试结果的绝对差值不超过再现性限（*R*），超过再现性限（*R*）的情况下不超过5%，再现性限（*R*）按表2数据采用线性内插法求得。

表2

|  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 质量分数/% | 77.0 | 82.0 | 88.0 | 90.0 | 95.0 | 98.0 |
| 再现性限*R*/% | 1.4 | 1.5 | 1.6 | 1.7 | 1.8 | 1.9 |

10 试验报告

试验报告应包含以下内容：

1. 识别样品、实验室和分析日期等；
2. 引用标准；
3. 遵守本标准规定的程度；
4. 分析结果及其表示；
5. 观察到的异常现象；
6. 本文件未规定的操作或任何可能影响结果的操作。