

ICS 71.060.20
G 13
备案号:34591—2012

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 4205—2011

工业氧化钙

Calcium oxide for industrial use

2011-12-20 发布

2012-07-01 实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布

前 言

本标准按 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准由中国石油和化学工业联合会提出。

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

本标准主要起草单位：杭州稳健钙业有限公司、中海油天津化工研究设计院、新疆天业(集团)有限公司、内蒙古白雁湖化工股份有限公司、建德市天石碳酸钙有限责任公司、常熟大众钙化物有限公司、建德市云峰碳酸钙有限公司、建德市鑫伟钙业有限公司、建德市兴隆钙粉有限公司。

本标准主要起草人：李霞、项建平、李芳、张玉、陈春玉、吴志芳、盛转小、姚余成、张朝羽、詹根松。

工业氧化钙

1 范围

本标准规定了工业氧化钙的要求、试验方法、检验规则、标志、标签、包装、运输、贮存。
本标准适用于主要用于化工合成、电石制造、塑料橡胶制造以及烟气脱硫等行业的工业氧化钙。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件,仅所注日期的版本适用于本文件。凡是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 191—2008 包装储运图示标志

GB/T 3049—2006 工业用化工产品 铁含量测定的通用方法 1,10-菲啉分光光度法

GB/T 6003.1—1997 金属丝编织网试验筛

GB/T 6678 化工产品采样总则

GB/T 6682—2008 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

GB/T 15057.1 化工用石灰石采样与样品制备方法

HG/T 3696.1 无机化工产品 化学分析用标准溶液、制剂及制品的制备 第1部分:标准滴定溶液的制备

HG/T 3696.2 无机化工产品 化学分析用标准溶液、制剂及制品的制备 第2部分:杂质标准溶液的制备

HG/T 3696.3 无机化工产品 化学分析用标准溶液、制剂及制品的制备 第3部分:制剂及制品的制备

3 分子式和相对分子质量

分子式:CaO

相对分子质量:56.08(按2007年国际相对原子质量)

4 术语和定义

下列术语和定义适用于本标准。

氧化物 combined oxides

试样中能被氨水溶液沉淀的一组金属离子,沉淀物经灼烧后而形成的氧化物。

5 分类和命名

工业氧化钙分成四个类别:Ⅰ类产品为化工合成用;Ⅱ类产品为电石用;Ⅲ类产品为塑胶橡胶用;Ⅳ类产品为烟气脱硫等其他用途。

6 要求

6.1 外观:Ⅰ类、Ⅲ类、Ⅳ类为白色、灰白色粉末;Ⅱ类为白色、黄褐色 50 mm~120 mm 的块状固体。

6.2 工业氧化钙按本标准规定的试验方法检测应符合表1技术要求。

表 1 技术要求

项 目	指 标				
	I类	II类	III类	IV类	
氧化钙(CaO) <i>w</i> /%	≥	92.0	82.0	90.0	85.0
氧化镁(MgO) <i>w</i> /%	≤	1.5	1.6		
盐酸不溶物 <i>w</i> /%	≤	1.0	1.8	0.5	
氧化物 <i>w</i> /%	≤		1.8		
铁(Fe) <i>w</i> /%	≤	0.1			
硫(S) <i>w</i> /%	≤	—	0.18	—	—
磷(P) <i>w</i> /%	≤		0.02	—	—
二氧化硅(SiO ₂) <i>w</i> /%	≤	—	1.2		
灼烧减量 <i>w</i> /%	≤	4.0		4.0	—
细度(0.038 mm 试验筛筛余物) <i>w</i> /%	≤	—	—	2.0	用户协商
(0.045 mm 试验筛筛余物) <i>w</i> /%	≤	5.0	—	—	
(0.075 mm 试验筛筛余物) <i>w</i> /%	≤	1.0	—	—	
生烧过烧 <i>w</i> /%	≤	—	6.0	—	—

7 试验方法

7.1 警告

本试验方法中使用的部分试剂具有腐蚀性,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。

7.2 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—2008 中规定的三级水。试验中所用标准滴定溶液、杂质标准溶液、制剂及制品,在没有注明其他要求时,均按 HG/T 3696.1、HG/T 3696.2、HG/T 3696.3 的规定制备。

7.3 外观检验

在自然光下,于白瓷板上用目视法判定外观。

7.4 氧化钙含量的测定

7.4.1 方法提要

氧化钙与蔗糖生成溶解度较大的蔗糖钙,以酚酞为指示剂,用盐酸标准滴定溶液滴定至无色为终点。

7.4.2 试剂

7.4.2.1 蔗糖溶液:300 g/L。

称取 300 g 蔗糖,溶于 1 000 mL 水中。加 1 滴酚酞指示液,使用前用氢氧化钠溶液(4 g/L)滴至溶液呈微粉红色。

7.4.2.2 盐酸标准滴定溶液: $c(\text{HCl}) \approx 0.5 \text{ mol/L}$ 。

7.4.2.3 酚酞指示液:10 g/L。

7.4.2.4 无二氧化碳水。

7.4.3 仪器、设备

磁力搅拌器。

7.4.4 分析步骤

称取约 0.5 g 试样,精确至 0.000 2 g,置于 250 mL 具塞锥形瓶中,加入 50 mL 无二氧化碳水,振摇使之混匀。加入 50 mL 蔗糖溶液,用磁力搅拌器搅拌 15 min 后,加入 2 滴~3 滴酚酞指示液,用盐酸标准滴定溶液滴定至无色,并保持 30 s 不返色。

同时做空白试验,除不加试样外,其他操作及加入的试剂量与试验溶液的完全相同,并与试样同样处理。

7.4.5 结果计算

氧化钙含量以氧化钙(CaO)的质量分数 w_1 计,数值以%表示,按公式(1)计算:

$$w_1 = \frac{(V - V_0)cM \times 10^{-3}}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

V ——滴定试验溶液所消耗的盐酸标准滴定溶液体积的数值,单位为毫升(mL);

V_0 ——滴定空白试验溶液所消耗的盐酸标准溶液体积的数值,单位为毫升(mL);

c ——盐酸标准滴定溶液浓度的准确数值,单位为摩尔每升(mol/L);

m ——试料质量的数值,单位为克(g);

M ——氧化钙(1/2CaO)摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)($M=28.04$)。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果,两次平行测定结果的绝对差值不大于 0.3 %。

7.5 氧化镁含量的测定

7.5.1 方法提要

试样溶解后,在盐酸介质中,用原子吸收分光光度计于波长 285.2 nm 处,以标准加入法测定氧化镁含量。

7.5.2 试剂

7.5.2.1 高氯酸。

7.5.2.2 盐酸溶液:1+1。

7.5.2.3 氧化镁标准溶液:1 mL 溶液含氧化镁(MgO)0.1 mg。

称取 0.100 g 于 800 °C ± 50 °C 灼烧至质量恒定的氧化镁,加少量水润湿试样,慢慢加入 5 mL 盐酸溶液中,溶解后全部转移至 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

7.5.2.4 氧化镁标准溶液:1 mL 溶液含氧化镁(MgO)0.01 mg。

用移液管移取 10 mL 上述氧化镁标准溶液,置于 100 mL 容量瓶中,加 2 mL 盐酸溶液,用水稀释至刻度,摇匀。此溶液现用现配。

7.5.2.5 二级水:符合 GB/T 6682—2008 中规定。

7.5.3 仪器

原子吸收分光光度计:附有镁空心阴极灯。

7.5.4 分析步骤

7.5.4.1 测定

称取 0.2 g 试样,精确至 0.000 2 g。置于烧杯中,以少量水润湿,盖上表面皿。加入 5 mL 盐酸溶液、2 mL 高氯酸,低温加热,蒸发冒白烟至近干,冷却。加入 5 mL 盐酸溶液,低温加热溶解盐类,冷却,必要时过滤。将试液移入 250 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

用移液管分别移取 2 mL 试液,置于四只 100 mL 容量瓶中,再分别移入 0.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、5.00 mL 氧化镁标准溶液(7.5.2.4),各加入 2 mL 盐酸溶液,用水稀释至刻度,摇匀。在原子吸收分光光度计上,使用乙炔-空气火焰,于波长 285.2 nm 处,以水调节零点,测定吸光度。

以试验溶液中加入氧化镁的浓度为横坐标,对应的吸光度为纵坐标,绘制工作曲线,曲线反向延长与横坐标相交处,即为试验溶液中氧化镁的浓度。

7.5.5 结果计算

氧化镁含量以氧化镁(MgO)的质量分数 w_2 计,数值以%表示,按公式(2)计算:

$$w_2 = \frac{(\rho - \rho_0) \times 0.1 \times 10^{-3}}{m \times (2/250)} \times 100 \dots\dots\dots (2)$$

式中:

ρ ——从工作曲线上查出的试验溶液中氧化镁的含量的数值,单位为毫克每升(mg/L);

ρ_0 ——从工作曲线上查出的空白试验溶液中氧化镁的含量的数值,单位为毫克每升(mg/L);

0.1——测定吸光度时试验溶液体积,单位为升(L);

m ——试料质量的数值,单位为克(g)。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果,两次平行测定结果的绝对差值不大于0.05%。

7.6 盐酸不溶物含量测定

7.6.1 方法提要

用盐酸溶液将试样溶解后过滤,将不溶物烘干,称量。

7.6.2 试剂

7.6.2.1 盐酸溶液:1+3。

7.6.2.2 硝酸银溶液:17 g/L。

7.6.3 仪器、设备

7.6.3.1 玻璃砂芯坩埚:孔径 5 μm ~15 μm 。

7.6.3.2 电热恒温干燥箱:温度可控制在 105 $^{\circ}\text{C}$ \pm 2 $^{\circ}\text{C}$ 。

7.6.4 分析步骤

称取约 1 g 试样,精确至 0.000 2 g,加少量水润湿,加入 20 mL 盐酸溶液使试样溶解,加热煮沸 2 min。趁热用预先于 105 $^{\circ}\text{C}$ \pm 2 $^{\circ}\text{C}$ 干燥至质量恒定的玻璃砂芯坩埚过滤,用热水洗涤至滤液无氯离子(用硝酸银溶液检验)。将玻璃砂芯坩埚连同不溶物置于电热恒温干燥箱中,于 105 $^{\circ}\text{C}$ \pm 2 $^{\circ}\text{C}$ 干燥至质量恒定。

滤液收集于 500 mL 烧杯中,用于氧化物含量的测定。

7.6.5 结果计算

盐酸不溶物含量以质量分数 w_3 计,数值以%表示,按公式(3)计算:

$$w_3 = \frac{m_1 - m_2}{m} \times 100 \dots\dots\dots (3)$$

式中:

m_1 ——玻璃砂芯坩埚和不溶物的质量的数值,单位为克(g);

m_2 ——玻璃砂芯坩埚的质量的数值,单位为克(g);

m ——试料质量的数值,单位为克(g)。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果,两次平行测定结果的绝对差值不大于0.03%。

7.7 氧化物含量测定

7.7.1 方法提要

试样经盐酸溶解后过滤,滤液加硝酸煮沸,以甲基红为指示剂,用氨水中和使生成沉淀,过滤,将沉淀灼烧后称量。

7.7.2 试剂

7.7.2.1 盐酸溶液:1+1。

7.7.2.2 氨水溶液:1+1。

7.7.2.3 硝酸银溶液:10 g/L。

7.7.2.4 甲基红指示液:2 g/L。

7.7.3 仪器设备

高温电炉:温度可控制在 $950\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 25\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。

7.7.4 分析步骤

将测定盐酸不溶物后的滤液(7.6.4)加热浓缩至 $200\text{ mL}\sim 250\text{ mL}$,加入 2 滴甲基红指示液,滴加氨水溶液至滤液呈黄色,再过量 1 mL 。煮沸,保温稍许,沉淀下沉后,用快速定量滤纸过滤,用热水洗涤至滤液无氯离子(用硝酸银溶液检验)。

将沉淀与滤纸放入预先于 $950\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 25\text{ }^{\circ}\text{C}$ 灼烧至质量恒定的瓷坩埚中,灰化后,置于高温电炉中于 $950\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 25\text{ }^{\circ}\text{C}$ 灼烧至质量恒定。

7.7.5 结果计算

氧化物以质量分数 w_4 计,数值以%表示,按公式(4)计算:

$$w_4 = \frac{m_1 - m_2}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots (4)$$

式中:

m_1 ——氧化物和坩埚的质量的数值,单位为克(g);

m_2 ——坩埚质量的数值,单位为克(g);

m ——试料质量的数值,单位为克(g)。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果,两次平行测定结果的绝对差值不大于 0.02% 。

7.8 铁含量的测定

7.8.1 方法提要

同 GB/T 3049—2006 中的第 3 章。

7.8.2 试剂

7.8.2.1 盐酸溶液:1+1。

7.8.2.2 同 GB/T 3049—2006 中的第 4 章。

7.8.3 仪器、设备

分光光度计,附有光程为 2 cm 的比色皿。

7.8.4 分析步骤

7.8.4.1 工作曲线的绘制

按 GB/T 3049—2006 中 6.3 的规定,使用光程为 2 cm 的比色皿及相应的铁标准溶液用量,绘制工作曲线。

7.8.4.2 测定

称取约 1 g 试样,精确至 0.0002 g ,置于 50 mL 烧杯中,加入少量水润湿,加盐酸溶液至试样溶解,全部转移至 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。干过滤,弃去初始的 20 mL 滤液,保留滤液用于测定。

用移液管移取 20 mL 滤液,置于 100 mL 容量瓶中,以下按 GB/T 3049—2006 中 6.4 所述“必要时,加水至约 $60\text{ mL}\dots\dots$ ”开始进行操作。

同时做空白试验,空白试验除不加试料外,其他操作及加入试剂的种类和量与试验溶液完全相同,并与试验溶液同样处理。

7.8.5 结果计算

铁含量以铁(Fe)的质量分数 w_5 计,数值以%表示,按公式(5)计算:

$$w_5 = \frac{(m_1 - m_0) \times 10^{-3}}{m \times (20/100)} \times 100 \quad \dots\dots\dots (5)$$

式中:

m_1 ——根据测得的试验溶液吸光度从工作曲线上查得的铁的质量的数值,单位为毫克(mg);

m_0 ——根据测得的空白试验溶液吸光度从工作曲线上查得的铁的质量的数值,单位为毫克(mg);

m ——试料质量的数值,单位为克(g)。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果,两次平行测定结果的绝对差值不大于0.005%。

7.9 硫含量测定

7.9.1 方法提要

试样用硝酸、氯酸钾分解,将硫氧化成硫酸盐,加盐酸蒸干以除去硝酸。溶液过滤除去硅等不溶物,在pH约为1的盐酸介质中,加入氯化钡生成硫酸钡沉淀。过滤后将沉淀灼烧,称量。

7.9.2 试剂

7.9.2.1 氯酸钾。

7.9.2.2 盐酸。

7.9.2.3 盐酸溶液:1+1。

7.9.2.4 盐酸溶液:1+100。

7.9.2.5 硝酸溶液:1+1。

7.9.2.6 盐酸羟胺溶液:50 g/L。

7.9.2.7 氯化钡(BaCl₂·2H₂O)溶液:100 g/L。

称取100 g氯化钡溶于适量水中,过滤后用水稀释至1 000 mL。

7.9.2.8 硝酸银溶液:10 g/L。

7.9.3 仪器设备

高温电炉:温度可控制在800℃±20℃。

7.9.4 分析步骤

称取约5 g试样,精确至0.000 2 g。置于200 mL烧杯中。加1 g氯酸钾,用少许水润湿并摇散。盖上表面皿,沿烧杯嘴慢慢加入20 mL硝酸溶液。待反应停止后,用水冲洗表面皿和烧杯壁。盖上表面皿并移开一部分,在低温电热板上加热,蒸发至干。冷却。用少许水冲洗表面皿。沿烧杯四周慢慢加入8 mL盐酸,蒸发至干。冷却,再加入8 mL盐酸,蒸发至干。加4 mL盐酸溶液(7.9.2.3),加水至30 mL,加热至微沸。趁热用中速滤纸将溶液过滤于400 mL烧杯中,用温水洗净烧杯,洗涤沉淀8次~10次。滤液加5 mL~10 mL盐酸羟胺溶液,搅拌,加热,使黄色褪去。用热水稀释至250 mL,加热至微沸,在不断搅拌下滴加10 mL氯化钡溶液,盖上表面皿,在80℃~95℃保温2 h左右,或于室温静置过夜。用慢速定量滤纸过滤,沉淀转移至滤纸上,先用盐酸溶液(7.9.2.4)洗涤3次~4次,再用温水洗涤沉淀至滤液无氯离子,用硝酸银溶液检验。

将沉淀与滤纸放入已预先于800℃±20℃灼烧至质量恒定的瓷坩埚中,灰化后,置于高温电炉中于800℃±20℃灼烧至质量恒定。

7.9.5 结果及计算

硫含量以硫(S)的质量分数 w_s 计,数值以%表示,按公式(6)计算:

$$w_s = \frac{(m_1 - m_2) \times 0.1374}{m} \times 100 \dots\dots\dots (6)$$

式中:

m_1 ——硫酸钡沉淀和坩埚的质量的数值,单位为克(g);

m_2 ——坩埚的质量的数值,单位为克(g);

m ——试料质量的数值,单位为克(g);

0.1374 硫酸钡换算为硫的系数。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果,两次平行测定结果的绝对差值不大于0.01%。

7.10 磷含量测定

7.10.1 方法提要

试样用硝酸、高氯酸分解,在盐酸介质中,以抗坏血酸做还原剂,将生成的磷钼杂多酸还原为磷钼

蓝。用分光光度计于波长 680 nm 处测量吸光度。

7.10.2 试剂

7.10.2.1 硝酸。

7.10.2.2 高氯酸。

7.10.2.3 氢溴酸。

7.10.2.4 盐酸:1+2。

7.10.2.5 氢氧化钠溶液:200 g/L。

7.10.2.6 钼酸铵:20 g/L。

7.10.2.7 抗坏血酸溶液:20 g/L(现用现配)。

7.10.2.8 磷标准溶液:1 mL 溶液含磷(P)0.01 mg。

称取 0.439 g 磷酸二氢钾,溶于水,移入 100 mL 容量瓶中,稀释至刻度,摇匀。1 mL 溶液含磷(P)1 mg。

移取 1.00 mL 上述溶液于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

7.10.2.9 对硝基酚指示剂:2 g/L 乙醇溶液。

7.10.3 仪器设备

分光光度计,附有光程为 1 cm 的比色皿。

7.10.4 分析步骤

7.10.4.1 工作曲线的绘制

移取 0.00 mL、2.00 mL、4.00 mL、6.00 mL、8.00 mL、10.00 mL 磷标准溶液,分别置于一组 50 mL 烧杯中。加水至 20 mL,加 1 滴对硝基酚指示液,用氢氧化钠溶液和盐酸溶液调节溶液由黄色变为无色。加 6.0 mL 盐酸溶液、4.0 mL 钼酸铵溶液、2.0 mL 抗坏血酸溶液(每加一种试剂后均需摇匀)。置于沸水浴上加热 5 min,取下,冷却至室温。分别转移至一组 50 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。在分光光度计上用 1 cm 的比色皿于 680 nm 处,以水为参比,测量吸光度。以磷的质量(mg)为横坐标,对应的吸光度为纵坐标,绘制工作曲线。

7.10.4.2 测定

称取约 1 g 试样,精确至 0.01 g,置于 150 mL 烧杯中。用少许水润湿并摇散。盖上表面皿,沿烧杯嘴慢慢加入 8 mL 硝酸,待反应停止后,用水冲洗表面皿和烧杯壁。加入 5 mL 高氯酸、1 mL 氢溴酸(不含砷的试样,可以不加氢溴酸)。盖上表面皿并留一缝隙,在低温电热板上加热蒸发至冒白烟,直至溶液剩下 1 mL 左右,取下,冷却(不能蒸发至干,以免形成磷酸钙沉淀)。用热水冲洗表面皿和烧杯壁至体积 15 mL~30 mL,加热以溶解盐类,取下,冷却。全部转移至 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

用中速滤纸干过滤,弃去初始 20 mL,用移液管移取 20 mL 滤液于 50 mL 烧杯中。以下按 7.10.4.1 中“加 1 滴对硝基酚指示液……测量吸光度”进行操作。从工作曲线上查得相应磷的质量。

同时做空白试验。空白试验除不加试料外,其他操作及加入试剂的种类和量与试验溶液完全相同,并与试验溶液同样处理。

7.10.5 结果计算

磷含量以磷(P)的质量分数 w_7 计,数值以 % 表示,按公式(7)计算

$$w_7 = \frac{(m_1 - m_0) \times 10^{-3}}{m \times (20/100)} \times 100 \quad \dots\dots\dots (7)$$

式中:

m_1 ——根据测得的试验溶液的吸光度从工作曲线上查得的磷的质量的数值,单位为毫克(mg);

m_0 ——根据测得的空白试验溶液的吸光度从工作曲线上查得的磷的质量的数值,单位为毫克(mg);

m ——试料质量的数值,单位为克(g)。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果,两次平行测定结果的绝对差值不大于 0.002 %。

7.11 二氧化硅含量测定

7.11.1 方法提要

试样经碳酸钠-硼酸混合熔剂熔融,稀盐酸浸取。在 pH 约 1.1 的酸度下,钼酸铵与硅酸形成硅钼杂多酸,以乙醇做稳定剂,在草酸-硫酸介质中用硫酸亚铁铵将其还原成硅钼蓝,用分光光度计于波长 680 nm 处测量吸光度。

7.11.2 试剂

7.11.2.1 95%乙醇。

7.11.2.2 混合熔剂:2份无水碳酸钠和1份硼酸研细,混匀。

7.11.2.3 盐酸溶液:1+6。

7.11.2.4 盐酸溶液:1+29。

7.11.2.5 钼酸铵溶液:60 g/L。

称取 6 g 钼酸铵 $[(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24} \cdot 4\text{H}_2\text{O}]$ 溶于 50 mL 热水中,冷却,用水稀释至 100 mL,过滤后贮于塑料瓶中。

7.11.2.6 草酸-硫酸混合溶液:称取 3 g 草酸溶于 100 mL 硫酸溶液(1+9)中。

7.11.2.7 硫酸亚铁铵溶液:60 g/L。

称取 6 g 硫酸亚铁铵溶于 50 mL 水中,加 5 滴~6 滴硫酸,用水稀释至 100 mL,过滤后使用。使用期为一周。

7.11.2.8 二氧化硅标准溶液:1 mL 溶液含二氧化硅(SiO_2)0.02 mg。

用移液管移取 2 mL 按 HG/T 3696.2 配制的二氧化硅标准溶液,置于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

7.11.3 仪器、设备

7.11.3.1 铂金坩埚:25 mL。

7.11.3.2 高温电炉:温度可控制在 $950\text{ }^\circ\text{C} \pm 20\text{ }^\circ\text{C}$ 。

7.11.3.3 分光光度计:附有 2 cm 比色皿。

7.11.4 分析步骤

7.11.4.1 工作曲线的绘制

移取 0.00 mL、2.00 mL、4.00 mL、6.00 mL、8.00 mL、10.00 mL 二氧化硅标准溶液,分别置于盛有 10.0 mL 盐酸溶液(7.11.2.4)的 100 mL 容量瓶中,加 10.0 mL 乙醇,加水至约 40 mL。加入 5.0 mL 钼酸铵溶液,摇匀,放置 10 min 加入 20.0 mL 草酸-硫酸混合溶液,摇匀,放置 5 min。加入 5.0 mL 硫酸亚铁铵溶液,用水稀释至刻度,摇匀。在分光光度计上用 2 cm 比色皿于波长 680 nm 处,以水做参比,测量吸光度。以二氧化硅的质量(mg)为横坐标,对应的吸光度为纵坐标,绘制工作曲线。

7.11.4.2 测定

称取约 0.5 g 样品,精确至 0.000 2 g。置于预先盛有 1 g~1.5 g 混合熔剂的铂坩埚中,混匀,再覆盖 0.5 g 混合熔剂,盖上坩埚盖,并留一缝隙。置于高温电炉中,从低温升至 $950\text{ }^\circ\text{C}$,熔融 10 min,取出,冷却。将坩埚置于聚四氟乙烯塑料烧杯中,加入盐酸溶液(7.11.2.3)100 mL,盖上表面皿,低温加热浸出熔融物,用水冲洗坩埚及盖。继续加热至溶液清亮,冷至室温,移入 250 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

用移液管移取 5 mL 试验溶液,置于 100 mL 容量瓶中,以下按 7.11.4.1 中“加 10.0 mL 乙醇,……测量吸光度”进行操作。从工作曲线上查得相应的二氧化硅的质量。

同时做空白试验。空白试验除不加试料外,其他操作及加入试剂的种类和量与试验溶液完全相同,并与试验溶液同样处理。

7.11.5 结果计算

二氧化硅含量以二氧化硅(SiO₂)的质量分数 w_8 计,数值以%表示,按公式(8)计算:

$$w_8 = \frac{(m_1 - m_0) \times 10^{-3}}{m \times (5/250)} \times 100 \quad \dots\dots\dots (8)$$

式中:

m_1 ——根据测得的试验溶液的吸光度从工作曲线上查得的二氧化硅的质量,单位为毫克(mg);

m_0 ——根据测得的空白试验溶液的吸光度从工作曲线上查得的二氧化硅的质量,单位为毫克(mg);

m ——试料质量的数值,单位为克(g)。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果,两次平行测定结果的绝对差值不大于0.03%。

7.12 灼烧减量测定

7.12.1 方法提要

将试料置于坩埚内,于1050℃±50℃灼烧至质量恒定。

7.12.2 仪器

高温电炉:温度可控制在1050℃±50℃。

7.12.3 分析步骤

称取约1g试样,精确至0.0002g,置于预先于1050℃±50℃灼烧至质量恒定的瓷坩埚中,置于高温电炉中于1050℃±50℃灼烧至质量恒定。

7.12.4 结果计算

灼烧减量以质量分数 w_9 计,数值以%表示,按公式(9)计算:

$$w_9 = \frac{m_1 - m_2}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots (9)$$

式中:

m_1 ——灼烧前试料和坩埚的质量的数值,单位为克(g);

m_2 ——灼烧后试料和坩埚的质量的数值,单位为克(g);

m ——试料质量的数值,单位为克(g)。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果,两次平行测定结果的绝对差值不大于0.1%。

7.13 细度

7.13.1 方法提要

将试样倒入筛中,用软毛刷轻刷至无粉末试样通过,称量。

7.13.2 仪器、设备

7.13.2.1 试验筛:φ200×50—0.045/0.032 GB/T 6003.1—1997; φ200×50 0.075/0.050 GB/T 6003.1—1997; φ200×50—0.038/0.030 GB/T 6003.1—1997。

7.13.2.2 软毛刷。

7.13.3 分析步骤

称取约10g试样,精确至0.01g。移入试验筛内,用软毛刷轻刷试样,使粉末通过,最后,在筛子下垫一张黑纸,刷筛子直至所垫黑纸上没有试样痕迹。将筛余物转移到已知质量的表面皿中称量,精确至0.0002g。

7.13.4 结果计算

细度以筛余物的质量分数 w_{10} 计,数值以%表示,按公式(10)计算:

$$w_{10} = \frac{m_1}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots (10)$$

式中:

m_1 ——筛余物的质量的数值,单位为克(g);

m ——试料质量的数值,单位为克(g)。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果,两次平行测定结果的绝对差值不大于0.3%。

7.14 生烧过烧

7.14.1 方法提要

将试样加水水化后,过滤洗涤,将残渣烘干称量。

7.14.2 仪器、设备

7.14.2.1 筛筒:如图1所示。

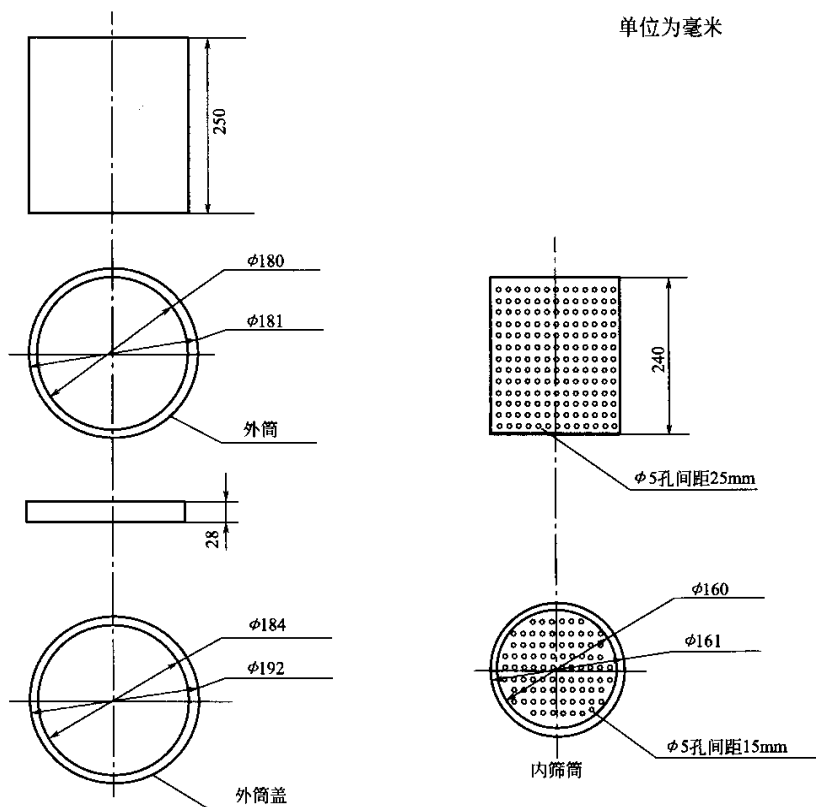


图1 筛筒

7.14.2.2 圆孔筛:孔径3 mm。

7.14.2.3 电热恒温干燥箱:温度可控制在 $105\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。

7.14.3 分析步骤

称取 $1\ 000\text{ g} \pm 1\text{ g}$ 经破碎缩分至1 cm以下的样品倒入装有2 500 mL的清水的筛筒(内筛筒置于外筒内)。盖上盖,静置消化20 min,用圆木棒连续搅动2 min,继续静置消化40 min,再搅动2 min。提起筛筒用清水冲洗筛筒内残渣,至水流不浑浊(洗水总体积控制在500 mL),将渣移入搪瓷盘内,在 $105\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ 电热恒温干燥箱中,烘干至质量恒定,冷却至室温后用3 mm圆孔筛筛分,称量筛余物。

7.14.4 结果计算

生烧过烧以质量分数 w_{11} 计,数值以%表示,按公式(11)计算:

$$w_{11} = \frac{m_1}{m} \times 100 \dots\dots\dots (11)$$

式中:

m_1 ——筛余物的质量的数值,单位为克(g);

m ——试料质量的数值,单位为克(g)。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果,两次平行测定结果的绝对差值不大于1.0%。

8 检验规则

- 8.1 本标准规定的所有指标项目为出厂检验项目,应逐批检验。
- 8.2 用相同材料、基本相同的生产条件,连续生产或同一班组生产的同一级别的工业氧化钙为一批,每批产品不超过60 t。
- 8.3 按 GB/T 6678 中的规定确定采样单元数。采集 I 类、Ⅲ类、Ⅳ类样时,将采样器自袋的中心斜插入料层深度的 3/4 处采样。将采出的样品混匀,用四分法缩分至不少于 500 g。采集 II 类样品时按照 GB/T 15057.1 进行采样及制样,用四分法缩分至不少于 3 500 g。将样品分装于两个清洁、干燥的容器中,密封,并粘贴标签,注明生产厂名、产品名称、类别、批号、采样日期和采样者姓名。一份供检验用,另一份保存备查,保存时间由生产厂根据实际情况确定。
- 8.4 检验结果如有指标不符合本标准要求,应重新自两倍量的包装中采样进行复验,复验结果即使有一项指标不符合本标准的要求时,则整批产品为不合格。
- 8.5 采用 GB/T 8170 规定的修约值比较法判定检验结果是否符合标准。

9 标志、标签

- 9.1 工业氧化钙包装容器上应有牢固、清晰的标志,内容包括:生产厂名、厂址、产品名称、类别、净含量、批号或生产日期、本标准编号及 GB/T 191—2008 中规定的“怕雨”、“怕晒”标志。
- 9.2 每批出厂的工业氧化钙都应附有质量证明书,内容包括:生产厂名、厂址、产品名称、类别、净含量、批号(或生产日期)、本标准编号。

10 包装、运输、贮存

- 10.1 工业氧化钙采用双层包装。内包装采用聚乙烯塑料薄膜袋;外包装采用塑料编织袋。包装的内袋用维尼龙绳或其他质量相当的绳扎紧,或用与其相当的方式封口。每袋净含量 25 kg、40 kg、50 kg。或根据用户要求协商确定包装方式。工业氧化钙的 II 类产品可采用散包装。
- 10.2 工业氧化钙在运输过程中,防止雨淋,不得受潮,包装不应受到污损。
- 10.3 工业氧化钙贮存于干燥通风的库房内,并需下垫垫层,防止受潮。
- 10.4 工业氧化钙在符合本标准规定的包装、运输、贮存条件下,自生产之日起保质期不少于 3 个月,若 II 类产品采用散包装,保质期不少于 3 天。

中华人民共和国

化工行业标准

工业氧化钙

HG/T 4205—2011

出版发行:化学工业出版社

(北京市东城区青年湖南街13号 邮政编码100011)

化学工业出版社印刷厂

880mm×1230mm 1/16 印张1 字数25千字

2012年3月北京第1版第1次印刷

书号:155025·1213

购书咨询:010-64518888

售后服务:010-64518899

网址:<http://www.cip.com.cn>

凡购买本书,如有缺损质量问题,本社销售中心负责调换。

定价:14.00元

版权所有 违者必究