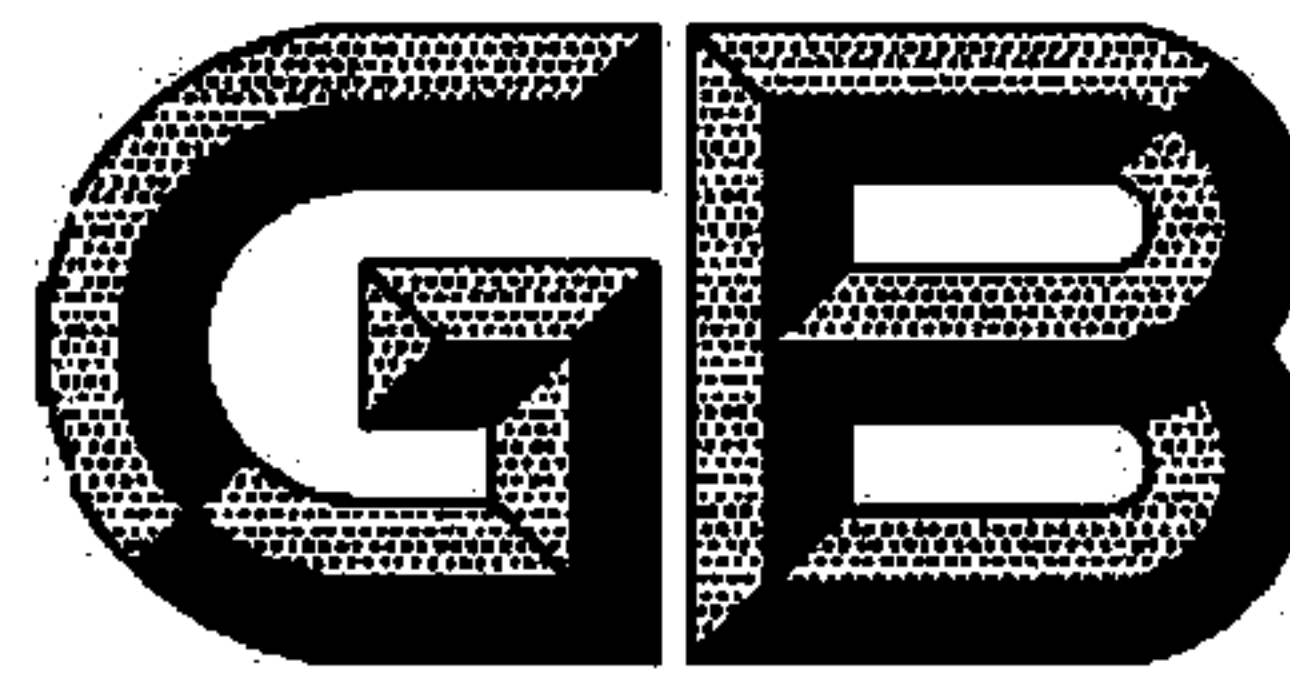




中华人民共和国国家标准

GB 12596—2008
代替 GB 12596—1990

工作基准试剂 碳酸钙

Working chemical—Calcium carbonate

2008-06-18 发布

2009-06-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局 发布
中国国家标准化管理委员会

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
工作基准试剂 碳酸钙
GB 12596—2008

*

中国标准出版社出版发行
北京复兴门外三里河北街16号
邮政编码:100045

网址 www.spc.net.cn

电话:68523946 68517548

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
各地新华书店经销

*

开本 880×1230 1/16 印张 0.5 字数 9 千字
2008 年 11 月第一版 2008 年 11 月第一次印刷

*

书号: 155066 • 1-33563

如有印装差错 由本社发行中心调换
版权专有 侵权必究
举报电话:(010)68533533

前 言

本标准第4章、第5.3.1、5.3.2条为强制性的,其他条文为推荐性的。

本标准代替 GB 12596—1990《工作基准试剂(容量)碳酸钙》,与 GB 12596—1990 相比主要变化如下:

- 标准名称改为《工作基准试剂 碳酸钙》;
- 修改了含量的测定方法(1990年版的4.1,本版的5.3);
- 取消了“附录A 基准溶液的配制(补充件)”(1990年版的附录A)。

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化学试剂分会(SAC/TC 63/SC 3)归口。

本标准负责起草单位:北京化学试剂研究所。

本标准主要起草人:韩宝英、强京林。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为:

- GB 12596—1977、GB 12596—1990。

工作基准试剂 碳酸钙

分子式:CaCO₃
相对分子质量:100.09(根据 2005 年国际相对原子质量)。

1 范围

本标准规定了工作基准试剂 碳酸钙的性状、规格、试验、检验规则和包装及标志。
本标准适用于滴定分析用工作基准试剂 碳酸钙的检验。

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 601 化学试剂 标准滴定溶液的制备
- GB/T 602 化学试剂 杂质测定用标准溶液的制备(GB/T 602—2002,ISO 6353-1:1982,NEQ)
- GB/T 603 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备(GB/T 603—2002,ISO 6353-1:1982,NEQ)
- GB/T 609 化学试剂 总氮量测定通用方法(GB/T 609—2006,ISO 6353-1:1982,NEQ)
- GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法(GB/T 6682—2008,ISO 3696:1987,MOD)
- GB/T 9723—2007 化学试剂 火焰原子吸收光谱法通则
- GB/T 9728 化学试剂 硫酸盐测定通用方法(GB/T 9728—2007,ISO 6353-1:1982,NEQ)
- GB/T 9729 化学试剂 氯化物测定通用方法(GB/T 9729—2007,ISO 6353-1:1982,NEQ)
- GB/T 9739 化学试剂 铁测定通用方法(GB/T 9739—2006,ISO 6353-1:1982,NEQ)
- GB 10738 工作基准试剂 含量测定通则 称量滴定法
- GB 15346 化学试剂 包装及标志
- HG/T 3484 化学试剂 标准玻璃乳浊液和澄清度标准
- HG/T 3921 化学试剂 采样及验收规则

3 性状

本试剂为白色粉末,不溶于水。

4 规格

碳酸钙的规格见表 1。

表 1

名 称	工 作 基 准
含量(CaCO ₃)/w%	99.95~100.05
澄清度试验,号	≤5
干燥失量/w/%	≤0.2

表 1 (续)

名 称	工 作 基 准
碱度(以 OH ⁻ 计)/mmol/g	≤0.002 5
氯化物(Cl)/w/%	≤0.001
硫酸盐(SO ₄)/w/%	≤0.01
总氮量(N)/w/%	≤0.01
镁(Mg)/w/%	≤0.02
铁(Fe)/w/%	≤0.001
重金属(以 Pb 计)/w/%	≤0.001

5 试验

5.1 警告

本试验方法中使用的部分试剂具有毒性或腐蚀性,一些试验过程可能导致危险情况,操作者应采取适当的安全和健康措施。

5.2 一般规定

本章中除另有规定外,所用标准滴定溶液、标准溶液、制剂及制品,均按 GB/T 601、GB/T 602、GB/T 603 的规定制备,实验用水应符合 GB/T 6682 中三级水规格,样品均按精确至 0.01 g 称量,所用溶液以“%”表示的均为质量分数。

5.3 含量

按 GB 10738 的规定测定。

5.3.1 乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液滴定标准物质碳酸钙

称取 0.15 g 于 110℃±2℃干燥至恒量的标准物质碳酸钙,精确至 0.000 01 g,置于反应瓶中,加 0.6 mL 盐酸溶液(20%)溶解,加 100 mL 水,用乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液 [$c(\text{EDTA})=0.05\text{ mol/L}$] 滴定。近终点时,加 5 mL 乙二胺四乙酸二钠镁溶液 [$c(\text{EDTA}-\text{Mg})=0.01\text{ mol/L}$]、10 mL 氨-氯化铵缓冲溶液甲(pH=10)及 3 滴铬黑 T 指示液(5 g/L),继续滴定至溶液由紫色变为纯蓝色。称量乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液,精确至 0.000 1 g。

5.3.2 含量的测定

含量的测定同 5.3.1,用测定干燥失量后的样品代替标准物质。

碳酸钙的质量分数 w ,数值以“%”表示,按式(1)计算:

$$w = \frac{m_1 \times m_4 \times w_b}{m_2 \times m_3}$$

.....(1)

式中:

- m_1 ——标准物质碳酸钙质量的数值,单位为克(g);
- m_4 ——滴定样品时,乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液质量的数值,单位为克(g);
- w_b ——标准物质碳酸钙的含量(质量分数),数值以“%”表示;
- m_2 ——滴定标准物质碳酸钙时,乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液质量的数值,单位为克(g);
- m_3 ——样品质量的数值,单位为克(g)。

5.4 澄清度试验

称取 10 g 样品,溶于 10 mL 水及 45 mL 盐酸溶液(20%)中,稀释至 100 mL。其浊度不得大于 HG/T 3484 中规定的澄清度标准 5 号。

5.5 干燥失量

称取 2 g 样品,精确至 0.000 1 g,置于已在 110 ℃±2 ℃恒量的称量瓶中,于 110 ℃±2 ℃的电烘箱中干燥至恒量。保留恒量后的样品用于含量测定。

干燥失量 w_1 ,数值以“%”表示,按式(2)计算:

$$w_1 = \frac{m_1 - m_2}{m_1} \times 100 \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中:

m_1 ——干燥前样品质量的数值,单位为克(g);

m_2 ——干燥恒量后样品质量的数值,单位为克(g)。

5.6 碱度

称取 3 g 样品,加 30 mL 无二氧化碳的水,温热,振摇 10 min,冷却,过滤。取 20 mL 滤液,加 2 滴酚酞指示液(10 g/L),如滤液呈现红色,用盐酸标准滴定溶液[$c(\text{HCl})=0.1 \text{ mol/L}$]滴定至溶液无色。

碱度,数值以“mmol/g”表示,按式(3)计算:

$$\text{碱度} = \frac{1.5 \times V \times c}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots (3)$$

式中:

V ——盐酸标准滴定溶液体积的数值,单位为毫升(mL);

c ——盐酸标准滴定溶液浓度的数值,单位为摩尔每升(mol/L);

m ——样品质量的数值,单位为克(g)。

5.7 氯化物

称取 1 g 样品,溶于 10 mL 水及 6 mL 硝酸溶液(25%)中,稀释至 20 mL,按 GB/T 9729 的规定测定。溶液所呈浊度不得大于标准比浊溶液。

标准比浊溶液的制备是取含 0.01 mg 的氯化物(Cl)标准溶液,稀释至 20 mL,与同体积试液同时同样处理。

5.8 硫酸盐

称取 0.5 g 样品,加 5 mL 水,滴加盐酸溶液(20%)至样品溶解,稀释至 100 mL,取 20 mL,按 GB/T 9728 的规定测定。溶液所呈浊度不得大于标准比浊溶液。

标准比浊溶液的制备是取含 0.01 mg 的硫酸盐(SO_4)标准溶液,稀释至 20 mL,与同体积试液同时同样处理。

5.9 总氮量

称取 1 g 样品,加 5 mL 水,滴加盐酸溶液(20%)至样品溶解,稀释至 140 mL,按 GB/T 609 的规定测定。溶液所呈黄色不得深于标准比色溶液。

标准比色溶液的制备是取含 0.10 mg 的氮(N)标准溶液,稀释至 140 mL,与同体积试液同时同样处理。

5.10 镁

按 GB/T 9723—2007 的规定测定。

5.10.1 仪器条件

光源:镁空心阴极灯;

波长:285.2 nm;

火焰:乙炔-空气。

5.10.2 测定方法

称取 0.5 g 样品,加 5 mL 水,滴加盐酸溶液(20%)至样品溶解,稀释至 100 mL。取 4 mL,共四份。按 GB/T 9723—2007 中 7.2.2 的规定测定,结果按 7.2.3 的规定计算。

GB 12596—2008

5.11 铁

称取 1 g 样品,溶于 5 mL 水及 5 mL 盐酸溶液(20%)中,稀释至 15 mL,用氨水溶液(10%)调节溶液 pH 值至 2,按 GB/T 9739 的规定测定。溶液所呈红色不得深于标准比色溶液。

标准比色溶液的制备是取含 0.01 mg 铁(Fe)的标准溶液,加 0.1 mL 盐酸溶液(20%),稀释至 15 mL,与同体积试样溶液同时同样处理。

5.12 重金属

称取 2 g 样品,溶于 5 mL 水及 10 mL 盐酸溶液(20%)中,在水浴上蒸干。残渣溶于水,稀释至 40 mL,取 30 mL,加 0.2 mL 乙酸溶液(30%)及 10 mL 新制备的饱和硫化氢水,摇匀,放置 10 min。溶液所呈暗色不得深于标准比色溶液。

标准比色溶液的制备是取剩余的 10 mL 试样溶液及含 0.01 mg 的铅(Pb)标准溶液,稀释至 30 mL,与同体积试液同时同样处理。

6 检验规则

按 HG/T 3921 的规定进行采样及验收。

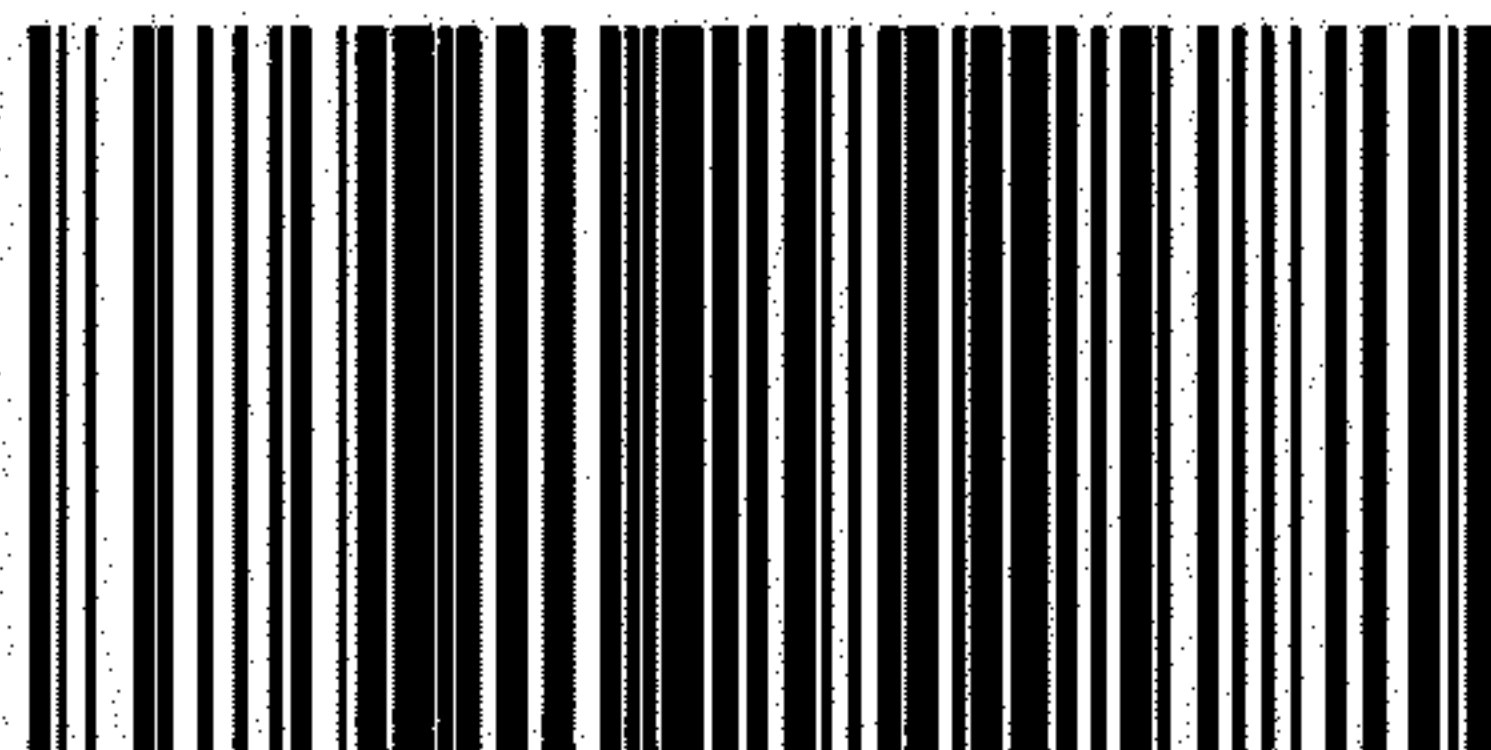
7 包装及标志

按 GB 15346 的规定进行包装、贮存与运输,并给出标志,其中:

包装单位:第 3 类;

内包装形式:NB-4、NB-5;

外包装形式:用规格为 600 g/m² 的盒板纸制盒,外层裱紫色电光纸。



GB 12596—2008

版权专有 侵权必究

*

书号:155066·1-33563