

GB

國家  
標準  
編

2003年制定



# 中国国家标准汇编

303

GB 19281~19341

(2003 年制定)

中国标准出版社

2004

**图书在版编目 (CIP) 数据**

中国国家标准汇编. 303: GB 19281~19341: 2003 年  
制定/中国标准出版社总编室编. —北京: 中国标准出  
版社, 2004

ISBN 7-5066-3542-9

I. 中… II. 中… III. 国家标准-汇编-中国-2003  
IV. T-652. 1

中国版本图书馆 CIP 数据核字 (2004) 第 074214 号

**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. bzeps. com](http://www.bzeps.com)

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 43 字数 1 255 千字

2004 年 9 月第一版 2004 年 9 月第一次印刷

\*

定价 120.00 元

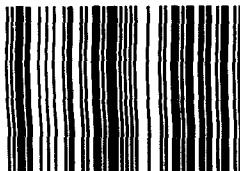


如有印装差错 由本社发行中心调换

版权专有 侵权必究

举报电话: (010)68533533

ISBN 7-5066-3542-9



9 787506 635424 >

## 出版说明

1.《中国国家标准汇编》是一部大型综合性国家标准全集。自1983年起,按国家标准顺序号以精装本、平装本两种装帧形式陆续分册汇编出版。本《汇编》在一定程度上反映了我国建国以来标准化事业发展的基本情况和主要成就,是各级标准化管理机构,工矿企事业单位,农林牧副渔系统,科研、设计、教学等部门必不可少的工具书。

2.本《汇编》收入我国正式发布的全部国家标准。各分册中如有顺序号缺号的,除特殊情况注明外,均为作废标准号或空号。

3.由于本《汇编》的出版时间与新国家标准的发布时间已达到基本同步,我社将在每年出版前一年发布的新制定的国家标准,便于读者及时使用。出版的形式不变,分册号继续顺延。

4.由于标准不断修订,修订信息不能在本《汇编》中得到充分和及时的反应,根据多年来读者的要求,自1995年起,在本《汇编》汇集出版前一年发布的新制定的国家标准的同时,新增出版前一年发布的被修订的标准的汇编版本,视篇幅分设若干分册。这些修订标准汇编的正书名、版本形式与《中国国家标准汇编》相同,但不占总的分册号,仅在封面和书脊上注明“20××年修订-1,-2,-3,……”字样,作为本《汇编》的补充。读者配套购买则可收齐前一年制定和修订的全部国家标准。

5.由于读者需求的变化,自第201分册起,仅出版精装本。

本分册为第303分册,收入国家标准GB 19281~19341的最新版本。

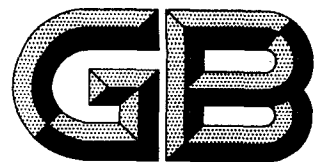
中国标准出版社

2004年7月

# 目 录

GB/T 19281—2003	碳酸钙分析方法	1
GB/T 19282—2003	六氟磷酸锂产品分析方法	17
GB/T 19283—2003	三峡枢纽过坝集装箱船主尺度系列	25
GB/T 19284—2003	医用氧气加压舱	29
GB/T 19285—2003	埋地钢质管道腐蚀防护工程检验	39
GB 19286—2003	电信网络设备的电磁兼容性要求及测量方法	70
GB/T 19287—2003	电信设备的抗扰度通用要求	105
GB 19288—2003	打火机生产安全规程	123
GB/T 19289—2003	电工钢片(带)的密度、电阻率和叠装系数的测量方法	141
GB/T 19290.1—2003	发展中的电子设备构体机械结构模数序列 第1部分:总规范	154
GB/T 19290.2—2003	发展中的电子设备构体机械结构模数序列 第2部分:分规范 25mm 设备构体的接口协调尺寸	171
GB/T 19291—2003	金属和合金的腐蚀 腐蚀试验一般原则	185
GB/T 19292.1—2003	金属和合金的腐蚀 大气腐蚀性 分类	194
GB/T 19292.2—2003	金属和合金的腐蚀 大气腐蚀性 腐蚀等级的指导值	208
GB/T 19292.3—2003	金属和合金的腐蚀 大气腐蚀性 污染物的测量	213
GB/T 19292.4—2003	金属和合金的腐蚀 大气腐蚀性 用于评估腐蚀性的标准试样的腐蚀速率 的测定	226
GB/T 19293—2003	对接焊缝 X 射线实时成像检测法	233
GB/T 19294—2003	航空摄影技术设计规范	245
GB 19295—2003	速冻预包装面米食品卫生标准	265
GB 19296—2003	茶饮料卫生标准	271
GB 19297—2003	果、蔬汁饮料卫生标准	277
GB 19298—2003	瓶(桶)装饮用水卫生标准	283
GB 19299—2003	果冻卫生标准	289
GB 19300—2003	烘炒食品卫生标准	293
GB 19301—2003	鲜乳卫生标准	297
GB 19302—2003	酸乳卫生标准	303
GB 19303—2003	熟肉制品企业生产卫生规范	309
GB 19304—2003	定型包装饮用水企业生产卫生规范	321
GB 19305—2003	植物纤维类食品容器卫生标准	329
GB 19306—2003	工业氰化钠	335
GB 19307—2003	百草枯母药	345
GB 19308—2003	百草枯水剂	357
GB/T 19309—2003	舷内机小艇 锥度为 1:16 的螺旋桨轴端和桨毂	369
GB/T 19310—2003	小艇 永久性安装的燃油系统和固定式燃油柜	375
GB/T 19311—2003	小艇 电气系统 超低压直流装置	389
GB/T 19312—2003	小艇 汽油机和/或汽油柜舱室的通风	403

GB/T 19313—2003	小艇 起动运行保护	411
GB/T 19314.1—2003	小艇 艇体结构和构件尺寸 第1部分:材料:热固性树脂、玻璃纤维增强塑料、基准层合板	415
GB/T 19315—2003	小艇 最大装载量	423
GB/T 19316—2003	小艇 小型舷内机喷水艇的遥控操舵系统	429
GB/T 19317.1—2003	小艇 通海旋塞及贯穿艇体的附件 第1部分:金属件	437
GB/T 19318—2003	小艇 液压操舵系统	445
GB/T 19319—2003	小艇 防止人员落水 and 重新登艇	457
GB/T 19320—2003	小艇 汽油发动机逆火火焰控制	475
GB/T 19321—2003	小艇 操舵装置 齿轮传动连接系统	481
GB/T 19322—2003	小艇 机动游艇空气噪声的测定	491
GB/T 19323—2003	涂附磨具 带除尘孔砂盘	507
GB/T 19324—2003	涂附磨具 带除尘孔砂页	511
GB/T 19325—2003	涂附磨具产品 非标准尺寸公差换算	517
GB/T 19326—2003	钢制承插焊、螺纹和对焊支管座	521
GB 19327—2003	原产地域产品 古井贡酒	535
GB 19328—2003	原产地域产品 口子窖酒	541
GB 19329—2003	原产地域产品 道光廿五贡酒(锦州道光廿五贡酒)	547
GB 19330—2003	原产地域产品 饶河(东北黑蜂)蜂蜜、蜂王浆、蜂胶、蜂花粉	553
GB 19331—2003	原产地域产品 互助青稞酒	565
GB 19332—2003	原产地域产品 常山胡柚	573
GB/T 19333.5—2003	地理信息 一致性与测试	581
GB/T 19334—2003	低压开关设备和控制设备的尺寸 在成套开关设备和控制设备中作电器机械支承的标准安装轨	606
GB 19335—2003	一次性使用血路产品 通用技术条件	625
GB 19336—2003	阿维菌素原药	641
GB 19337—2003	阿维菌素乳油	649
GB 19338—2003	蔬菜中硝酸盐限量	657
GB/T 19339—2003	蔬菜中硝酸盐含量的快速测定	661
GB 19340—2003	鞋和箱包用胶粘剂	665
GB 19341—2003	育果袋纸	677



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 19281—2003

---

## 碳酸钙分析方法

Analytic method for calcium carbonate

2003-08-25 发布

2004-02-01 实施

---

中华人民共和国  
国家质量监督检验检疫总局 发布

## 前 言

本标准依据我国现行的一系列碳酸钙标准制定。

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无机化工分会(CSBTS/TC63/SC1)归口。

本标准起草单位：天津化工研究设计院、四川都江堰钙品股份有限公司、浙江菱化集团有限公司、常州碳酸钙厂、山西兰花华明纳米材料有限公司、内蒙古蒙西高新材料股份公司。

本标准主要起草人：姚锦娟、王良金、凌金湖、谈柳玉、李万虎、佟福林。

本标准为首次制定。



# 碳酸钙分析方法

## 1 范围

本标准规定了碳酸钙中各种元素、离子及相关物理性能的分析方法。

本标准适用于各种碳酸钙产品。

分子式:  $\text{CaCO}_3$

相对分子质量: 100.09 (按 1999 年国际相对原子质量)

## 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 2922—1982 化学试剂 色谱载体比表面积的测定方法

GB/T 3049—1986 化工产品中铁含量测定的通用方法 邻菲罗啉分光光度法 (neq ISO 6685: 1982)

GB/T 4472—1984 化工产品密度、相对密度测定通则

GB/T 6682—1992 分析实验室用水规格和试验方法 (neq ISO 3696: 1987)

HG/T 3696.1 无机化工产品化学分析用标准滴定溶液的制备

HG/T 3696.2 无机化工产品化学分析用杂质标准溶液的制备

HG/T 3696.3 无机化工产品化学分析用制剂及制品的制备

## 3 分析方法

### 3.1 安全提示

本试验方法中使用的部分试剂具有毒性或腐蚀性,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。

### 3.2 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—1992 中规定的三级水。试验中所用标准滴定溶液、杂质测定用标准溶液、制剂及制品,在没有注明其他要求时,均按 HG/T 3696 之规定制备。

### 3.3 鉴别试验

#### 3.3.1 碳酸根离子的鉴别

取试样少许,加盐酸溶液(1+2)后即产生二氧化碳气体,通入 3 g/L 氢氧化钙溶液中,即产生白色沉淀。

#### 3.3.2 钙离子的鉴别

3.3.2.1 取上述试液,加酚酞指示液,用(1+3)氨水调至中性,加入 35 g/L 草酸铵溶液,即产生白色沉淀。此沉淀能在盐酸溶液中溶解,而在冰乙酸中不溶解。

3.3.2.2 取铂丝,用盐酸润湿后在无色火焰中燃烧至无色,蘸取试样再烧,火焰即呈砖红色。

### 3.4 钙含量的测定

#### 3.4.1 原理

用三乙醇胺掩蔽少量的  $\text{Fe}^{3+}$ 、 $\text{Al}^{3+}$ 、 $\text{Mn}^{2+}$  等离子,在 pH 大于 12 的介质中,以钙试剂羧酸钠盐指示剂为指示剂,用乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液滴定  $\text{Ca}^{2+}$ ,过量的乙二胺四乙酸二钠夺取与指示剂络

合的  $\text{Ca}^{2+}$ , 游离出指示剂, 根据颜色变化判断反应的终点。

### 3.4.2 试剂

3.4.2.1 盐酸溶液: 1+1;

3.4.2.2 氢氧化钠溶液: 100 g/L;

3.4.2.3 三乙醇胺溶液: 1+3;

3.4.2.4 乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液:  $c(\text{EDTA})$  约为 0.02 mol/L;

3.4.2.5 钙试剂羧酸钠盐指示剂。

### 3.4.3 分析步骤

#### 3.4.3.1 试验溶液 A 的制备

称取 0.6 g 预先在  $(105 \pm 5)^\circ\text{C}$  下干燥至恒重的试样, 精确至 0.000 2 g, 置于 250 mL 烧杯中, 加少许水润湿(活性碳酸钙产品加少许乙醇润湿)。盖上表面皿, 滴加盐酸溶液至试料全部溶解, 用中速滤纸过滤并洗涤, 滤液和洗液一并收集于 250 mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度, 摇匀, 此溶液为试验溶液 A, 用于钙含量、镁含量的测定。

#### 3.4.3.2 测定

用移液管移取 25 mL 试验溶液 A, 置于 250 mL 锥形瓶中, 加入 5 mL 三乙醇胺溶液、25 mL 水和少量钙试剂羧酸钠盐指示剂, 用氢氧化钠溶液调成酒红色, 并过量 0.5 mL, 用乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液滴定至纯蓝色为终点。同时做空白试验。

### 3.4.4 结果计算

钙含量以碳酸钙( $\text{CaCO}_3$ )的质量分数  $w_1$  计, 数值以%表示, 按下列公式(1)计算:

$$w_1 = \frac{c(V - V_0)M_1}{m \times 10^3 \times 25/250} \times 100 = \frac{c(V - V_0)M_1}{m} \quad \dots\dots\dots(1)$$

钙含量以氧化钙( $\text{CaO}$ )的质量分数  $w_2$  计, 数值以%表示, 按下列公式(2)计算:

$$w_2 = \frac{c(V - V_0)M_2}{m \times 10^3 \times 25/250} \times 100 = \frac{c(V - V_0)M_2}{m} \quad \dots\dots\dots(2)$$

钙含量以钙( $\text{Ca}$ )的质量分数  $w_3$  计, 数值以%表示, 按下列公式(3)计算:

$$w_3 = \frac{c(V - V_0)M_3}{m \times 10^3 \times 25/250} \times 100 = \frac{c(V - V_0)M_3}{m} \quad \dots\dots\dots(3)$$

式中:

$V$ ——滴定试验溶液所消耗乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液(3.4.2.4)的体积的数值, 单位为毫升(mL);

$V_0$ ——滴定空白溶液所消耗乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液(3.4.2.4)的体积的数值, 单位为毫升(mL);

$c$ ——乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液浓度的准确数值, 单位为摩尔每升(mol/L);

$m$ ——试料的质量的数值, 单位为克(g);

$M_1$ ——碳酸钙的摩尔质量的数值, 单位为克每摩尔(g/mol) ( $M_1 = 100.1$ );

$M_2$ ——氧化钙的摩尔质量的数值, 单位为克每摩尔(g/mol) ( $M_2 = 56.08$ );

$M_3$ ——钙的摩尔质量的数值, 单位为克每摩尔(g/mol) ( $M_3 = 40.08$ )。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果, 平行测定结果的绝对差值: 以碳酸钙、氧化钙计不大于 0.2%, 以钙计不大于 0.1%。

## 3.5 镁含量的测定

### 3.5.1 方法提要

用三乙醇胺掩蔽少量的  $\text{Fe}^{3+}$ 、 $\text{Al}^{3+}$ 、 $\text{Mn}^{2+}$  等离子, 在 pH 为 10 的介质中, 以铬黑 T 为指示剂, 用乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液滴定钙镁含量, 根据颜色变化判断反应的终点。从中减去钙含量, 计算出镁含量。

### 3.5.2 试剂

3.5.2.1 三乙醇胺溶液:1+3;

3.5.2.2 氨-氯化铵缓冲溶液(甲):pH=10;

3.5.2.3 乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液:同 3.4.2.4;

3.5.2.4 铬黑 T 指示剂。

### 3.5.3 分析步骤

用移液管移取 25 mL 试验溶液 A,置于 250 mL 锥形瓶中,加入 5 mL 三乙醇胺溶液、10 mL 缓冲溶液、25 mL 水和少量铬黑 T 指示剂,用乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液滴定至纯蓝色为终点。

### 3.5.4 结果计算

镁含量以氧化镁(MgO)的质量分数  $w_4$  计,数值以%表示,按下列公式(4)计算:

$$w_4 = \frac{c(V - V_1)M_1}{m \times 10^3 \times 25/250} \times 100 = \frac{c(V - V_1)M_1}{m} \dots\dots\dots(4)$$

镁含量以镁(Mg)的质量分数  $w_5$  计,数值以%表示,按下列公式(5)计算:

$$w_5 = \frac{c(V - V_1)M_2}{m \times 10^3 \times 25/250} \times 100 = \frac{c(V - V_1)M_2}{m} \dots\dots\dots(5)$$

式中:

$V$ ——滴定试验溶液所消耗乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液(3.4.2.4)的体积的数值,单位为毫升(mL);

$V_1$ ——测定钙含量时所消耗乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液(3.4.2.4)的体积的数值,单位为毫升(mL);

$c$ ——乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液浓度的准确数值,单位为摩尔每升(mol/L);

$m$ ——试料的质量的数值,单位为克(g);

$M_1$ ——氧化镁的摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)( $M_1=40.30$ );

$M_2$ ——镁的摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)( $M_2=24.31$ )。

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

## 3.6 碱金属及镁含量的测定

### 3.6.1 方法提要

加酸溶解试样,用草酸铵沉淀出钙离子后重量法测定碱金属和镁含量。

### 3.6.2 试剂

3.6.2.1 硫酸;

3.6.2.2 盐酸溶液:1+9;

3.6.2.3 氨水溶液:1+1;

3.6.2.4 草酸铵溶液:40 g/L。

### 3.6.3 分析步骤

称取约 1 g 试样,精确至 0.000 2 g,置于 250 mL 烧杯中,加水润湿(活性碳酸钙产品加少许乙醇润湿)后缓慢加入 30 mL 盐酸溶液溶解试料,煮沸并除去二氧化碳,冷却后加氨水中和,加入 60 mL 草酸铵溶液,于水浴上加热 1 h,冷却后转移至 100 mL 容量瓶中,加水至刻度,摇匀。用慢速滤纸干过滤,弃去初滤液约 20 mL。

用移液管移取 50 mL 滤液,置于已于(450~550)℃下灼烧至恒重的瓷坩埚中,加入 0.5 mL 硫酸,蒸发至干,于(450~550)℃下灼烧至恒重。

### 3.6.4 结果计算

碱金属及镁含量以质量分数  $w_6$  计,数值以%表示,按下列公式(6)计算:

$$w_6 = \frac{m_2 - m_1}{m \times 50/100} \times 100 = \frac{200(m_2 - m_1)}{m} \dots\dots\dots(6)$$

式中:

- $m_1$ ——空坩埚质量的数值,单位为克(g);
- $m_2$ ——坩埚及残渣灼烧后的质量的数值,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,平行测定结果的绝对差值不大于0.2%。

### 3.7 铁含量的测定

#### 3.7.1 方法提要

同 GB/T 3049—1986 第 2 章。

#### 3.7.2 试剂

- 3.7.2.1 体积分数为 95% 乙醇;
- 3.7.2.2 硝酸溶液:1+1。

其余同 GB/T 3049—1986 第 3 章。

#### 3.7.3 仪器

- 3.7.3.1 分光光度计:带有厚度为 1 cm 吸收池。

#### 3.7.4 分析步骤

##### 3.7.4.1 试验溶液 B 的制备

称取约 20 g 试样,精确至 0.01 g,置于高型烧杯中,加入 10 mL 水润湿(活性碳酸钙要先加入 20 mL 乙醇润湿)。盖上表面皿,缓缓加入 65 mL 硝酸溶液(3.7.2.2),加热至沸,用中速定量滤纸过滤,洗涤,滤液和洗液一并收集于 250 mL 容量瓶中,加水至刻度,摇匀。此溶液为试验溶液 B,用于铁含量、锰含量和铜含量的测定。

##### 3.7.4.2 空白试验溶液的制备

量取 1 mL 硝酸溶液(3.7.2.2),置于烧杯中,加入 10 mL 水,备用。

##### 3.7.4.3 工作曲线的绘制

按 GB/T 3049—1986 第 5.3 条规定,选择厚度为 1 cm 的吸收池及其对应的铁标准溶液用量,绘制工作曲线。

##### 3.7.4.4 测定

用移液管移取 25 mL 试验溶液 B,置于 250 mL 容量瓶中,加水至刻度,摇匀。用移液管移取 25 mL,置于 100 mL 烧杯中,和空白试验溶液同时按照 GB/T 3049—1986 中 5.4 的规定,从“必要时,加水至 60 mL……”开始进行操作。

选用 1 cm 吸收池,按 GB/T 3049—1986 的 5.4 规定测量吸光度。

用试验溶液的吸光度减去空白试验溶液的吸光度,从工作曲线上查出相应的铁的质量。

#### 3.7.5 结果计算

铁含量以铁(Fe)的质量分数  $w_7$  计,数值以%表示,按下列公式(7)计算:

$$w_7 = \frac{m_1}{m \times (25/250) \times (25/250) \times 1\ 000} \times 100 = \frac{10m_1}{m} \dots\dots\dots(7)$$

式中:

- $m_1$ ——从工作曲线上查出的铁的质量的数值,单位为毫克(mg);
- $m$ ——试验溶液 B 中含试料的质量的数值,单位为克(g)。

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

### 3.8 铁铝氧化物含量测定

#### 3.8.1 方法提要

用盐酸和硝酸分解试样,将铁铝氧化物充分溶解于酸性溶液中,用氨水调节溶液至微碱性,使铁铝氧化物水解沉淀出,采用重量法测定。

#### 3.8.2 试剂

3.8.2.1 盐酸;

3.8.2.2 硝酸;

3.8.2.3 盐酸溶液:1+1;

3.8.2.4 氨水溶液:1+1;

3.8.2.5 氯化铵溶液:20 g/L;

3.8.2.6 甲基红指示液:1 g/L。

#### 3.8.3 仪器

3.8.3.1 高温炉:能控制温度 1 000℃。

#### 3.8.4 分析步骤

称取约 3 g 试样,精确至 0.000 2 g,置于 400 mL 烧杯中,加少量水润湿(活性碳酸钙产品加少许乙醇润湿)。小心地加入 30 mL 盐酸溶液,再加入 1 mL 硝酸,蒸发近干并在(100~110)℃下烘 1 h。用 100 mL 水和 10 mL 盐酸溶解残渣,煮沸后用中速定性滤纸过滤,用热水充分洗涤,弃去滤渣。

向滤液中加入 2 滴甲基红指示液,用氨水溶液中和并过量 5 滴,加热煮沸 1 min,如必要可补加氨水溶液使溶液保持微碱性,用中速定量滤纸过滤,用热的氯化铵溶液洗涤。将滤纸连同沉淀置于已于 1 000℃恒重的瓷坩埚中,低温灰化后置于 1 000℃下灼烧 30 min。冷却,称重。

#### 3.8.5 结果计算

铁铝氧化物含量以质量分数  $w_8$  计,数值以%表示,按下列公式(8)计算:

$$w_8 = \frac{m_1}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots(8)$$

式中:

$m_1$ ——残渣的质量的数值,单位为克(g);

$m$ ——试料的质量的数值,单位为克(g)。

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

### 3.9 锰含量的测定

#### 3.9.1 方法提要

在磷酸存在下的强酸性介质中,高碘酸钾在加热煮沸时将二价锰离子氧化成紫红色的高锰酸根离子,用分光光度计测量其吸光度。

#### 3.9.2 试剂

3.9.2.1 高碘酸钾;

3.9.2.2 硝酸溶液:1+1;

3.9.2.3 磷酸溶液:1+6;

3.9.2.4 磷酸溶液:1+1;

3.9.2.5 氨水溶液:2+3;

3.9.2.6 锰标准溶液:1 mL 溶液含锰(Mn)0.01 mg;

用移液管移取 5 mL 按 HG/T 3696.2 配制的锰标准溶液,置于 500 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。稀释液现用现配。

#### 3.9.3 仪器、设备

3.9.3.1 分光光度计:带有厚度为 3 cm 的吸收池。

## 3.9.4 分析步骤

## 3.9.4.1 工作曲线绘制

用移液管移取:0.00 mL、1.00 mL、5.00 mL、10.00 mL、15.00 mL、20.00 mL 和 25.00 mL 锰标准溶液,分别置于 250 mL 烧杯中,各加入 40 mL 水、1.5 mL 硝酸溶液(3.9.2.3)、10 mL 磷酸溶液和 0.3 g 高碘酸钾,盖上表面皿,加热至沸,煮沸 3 min,冷却后全部移入 100 mL 容量瓶中,加水至刻度,摇匀。

在 525 nm 波长下,用 3 cm 吸收池,以水为参比,将分光光度计的吸光度调整为零,测量其吸光度。

以锰含量为横坐标,对应的吸光度为纵坐标,绘制工作曲线。

## 3.9.4.2 空白试验溶液的制备

量取 6 mL 硝酸溶液(3.9.2.2),置于烧杯中,用氨水溶液调节 pH 值为 7(用 pH 试纸检验),再加入 1.5 mL 硝酸溶液(3.9.2.3)。

## 3.9.4.3 测定

用移液管移取 25 mL 试验溶液 B,置于 250 mL 烧杯中,和空白试验溶液同时,按照 3.7.4.1 规定进行操作,自“加入 10 mL 磷酸溶液”开始,直到“测量其吸光度”止。

用试验溶液的吸光度减去空白试验溶液的吸光度,从工作曲线上查出相应的锰的质量。

## 3.9.5 结果计算

锰含量以锰(Mn)质量分数  $w_9$  计,数值以%表示,按下列公式(9)计算:

$$w_9 = \frac{m_1}{m \times 10^3 \times 25/250} \times 100 = \frac{m_1}{m} \dots\dots\dots(9)$$

式中:

$m_1$ ——从工作曲线上查出的锰的质量的数值,单位为毫克(mg);

$m$ ——试验溶液 B 中试料的质量的数值,单位为克(g)。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果,平行测定结果的绝对差值不大于 0.001%。

## 3.10 铜含量的测定

## 3.10.1 方法提要

用抗坏血酸将二价铜还原为一价铜,一价铜和  $\alpha, \alpha'$ -联喹啉生成紫红色络合物,用戊醇萃取,以分光光度计测量其吸光度。

## 3.10.2 试剂

3.10.2.1 无水硫酸钠;

3.10.2.2 戊醇;

3.10.2.3 酒石酸(+)溶液:500 g/L;

3.10.2.4 抗坏血酸溶液:100 g/L;

3.10.2.5 氢氧化钠溶液:200 g/L;

3.10.2.6  $\alpha, \alpha'$ -联喹啉戊醇溶液:0.5 g/L;

将 0.25 g  $\alpha, \alpha'$ -联喹啉溶解于戊醇中,并用戊醇稀释至 500 mL。

3.10.2.7 铜标准溶液:1 mL 溶液含铜(Cu)0.01 mg;

用移液管移取 5 mL 按 HG/T 3696.2 配制的铜标准溶液,置于 500 mL 容量瓶中,加水至刻度,摇匀。稀溶液现用现配。

## 3.10.3 仪器

3.10.3.1 分液漏斗:250 mL;

3.10.3.2 分光光度计:带有 3 cm 吸收池。

## 3.10.4 分析步骤

## 3.10.4.1 工作曲线的绘制

取 6 个分液漏斗,分别加入 0.00 mL、2.00 mL、4.00 mL、6.00 mL、8.00 mL 和 10.00 mL 铜标准

溶液,各加入约 150 mL 水,用氢氧化钠溶液调节 pH 约 3(用 pH 试纸检验)。加入 5 mL 酒石酸溶液和 5 mL 抗坏血酸溶液,再用氢氧化钠溶液调节 pH 约为 6(用 pH 试纸检验),充分摇动 5 min,加入 10 mL  $\alpha, \alpha'$ -联喹啉溶液和 20 mL 戊醇,再充分摇动 2 min,静置分层,将水相放到另一分液漏斗中并加入 2 mL 抗坏血酸溶液,2 mL  $\alpha, \alpha'$ -联喹啉溶液和 20 mL 戊醇,充分摇动 2 min,静置,分层,弃去水相,将两次萃取的有机相收集于 100 mL 烧杯中,各加入 2 g 无水硫酸钠,充分搅拌除去微量水分,过滤,用戊醇洗涤 2 次,每次用 2 mL,洗液和滤液一并收集于 50 mL 容量瓶中,加戊醇至刻度,摇匀。

在 540 nm 波长下用 3 cm 吸收池,以水为参比将分光光度计的吸光度调整为零,测量吸光度。

从标准溶液的吸光度中减去试剂空白溶液的吸光度,以铜含量为横坐标,对应的吸光度为纵坐标,绘制工作曲线。

### 3.10.4.2 测定

移取 50.0 mL 试验溶液 B,置于分液漏斗中,加入约 50 mL 水,以下操作按照 3.10.4.1 所述,自“……用氢氧化钠溶液调节 pH 约 3……”开始,直到测量其吸光度。同时做空白试验。

用试验溶液的吸光度减去空白试验溶液的吸光度,从工作曲线上查出相应的铜的质量。

### 3.10.5 结果计算

铜含量以铜(Cu)的质量分数  $w_{10}$  计,数值以 % 表示,按下列公式(10)计算:

$$w_{10} = \frac{m_1}{m \times 50/250 \times 1000} \times 100 = \frac{0.5 m_1}{m} \dots\dots\dots(10)$$

式中:

$m_1$ ——从工作曲线上查出的铜的质量的数值,单位为毫克(mg);

$m$ ——试验溶液 B 中含试料的质量的数值,单位为克(g)。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果,平行测定结果的绝对差值不大于 0.000 4%。

## 3.11 重金属含量的测定

### 3.11.1 方法提要

在微酸性介质中,重金属的离子与  $S^{2-}$  反应,生成褐色沉淀悬浮于溶液中成为悬浮液,和标准比色液比较。

### 3.11.2 试剂

3.11.2.1 抗坏血酸;

3.11.2.2 盐酸溶液:1+1;

3.11.2.3 冰乙酸溶液:1+16;

3.11.2.4 氨水溶液:1+1;

3.11.2.5 饱和硫化氢溶液:现用现配;

3.11.2.6 铅标准溶液:1 mL 溶液含铅(Pb)0.01 mg;

按 HG/T 3696.2 配制后准确稀释 100 倍。

3.11.2.7 酚酞指示液:10 g/L 乙醇溶液。

### 3.11.3 仪器

3.11.3.1 比色管:50 mL。

### 3.11.4 分析步骤

称取(1.00±0.01) g 试样,置于烧杯中,用少量水润湿,盖上表面皿,缓缓加入盐酸溶液至试样全部溶解,加热至沸,冷却(必要时过滤),全部移入比色管中,加 20 mL 水和 1 滴酚酞指示液,用氨水溶液中和至微红色,加 0.5 mL 冰乙酸溶液和 0.5 g 抗坏血酸,加入 10 mL 饱和硫化氢溶液,摇匀。在暗处放置 10 min,其颜色不得深于标准。

标准是用移液管移取与标准值相对应的铅标准溶液,除不加试样外,与试样同时同样处理。

### 3.12 砷含量的测定

#### 3.12.1 方法提要

试样经处理后,用碘化钾、氯化亚锡将高价砷还原为三价砷,然后由与金属锌和酸反应生成的新生态氢作用生成砷化氢,砷化氢与溴化汞试纸反应形成砷斑,与标准砷斑进行比较,确定试样中的砷含量。

#### 3.12.2 试剂和材料

3.12.2.1 无砷锌粒;

3.12.2.2 盐酸溶液:1+1;

3.12.2.3 碘化钾溶液:150 g/L;

3.12.2.4 氯化亚锡溶液:400 g/L;

3.12.2.5 砷标准溶液:1 mL 溶液含砷(As)0.001 mg;

按 HG/T 3696.2 配制后准确稀释 1 000 倍。

3.12.2.6 乙酸铅棉花;

3.12.2.7 溴化汞试纸。

#### 3.12.3 仪器

3.12.3.1 定砷器。

#### 3.12.4 分析步骤

称取(1.00±0.01) g 试样,置于测砷瓶中,加 30 mL 水溶解。加 10 mL 盐酸溶液,摇匀。加 2 mL 碘化钾溶液,1 mL 氯化亚锡溶液,摇匀,放置 15 min。加 3 g 无砷锌粒,立即将装置装好,置于(25~40)℃暗处放置(1~1.5) h。溴化汞试纸所呈棕黄色不得深于标准。

标准是用移液管移取与标准指标值相对应的砷标准溶液,除不加试样外,与试样同时同样处理。

### 3.13 钡含量的测定

#### 3.13.1 方法提要

在 pH5~6 的试液中,加入铬酸钾,生成铬酸钡沉淀,与标准比较。

#### 3.13.2 试剂

3.13.2.1 无水乙酸钠;

3.13.2.2 盐酸溶液:1+4;

3.13.2.3 冰乙酸溶液:1+5;

3.13.2.4 铬酸钾溶液:100 g/L;

3.13.2.5 氨水溶液:1+1;

3.13.2.6 钡标准溶液:1 mL 溶液含钡(Ba)0.1 mg。

按 HG/T 3696.2 配制后准确稀释 10 倍。

#### 3.13.3 仪器

3.13.3.1 比色管:50 mL。

#### 3.13.4 分析步骤

称取(1.00±0.01) g 试样,置于烧杯中,加 10 mL 水,盖上表面皿,缓缓加入 10 mL 盐酸溶液,使其全部溶解,加热煮沸 1 min,滴加氨水溶液至 pH 约为 8(用 pH 试纸试验),再加热至沸,冷却,用慢速滤纸过滤于比色管中,用少量水洗涤,加 2 g 无水乙酸钠,1 mL 乙酸溶液,1 mL 铬酸钾溶液,加水至刻度,放置 15 min 进行比浊,试样所呈浊度不得深于标准比浊溶液。

标准比浊溶液是移取与标准指标值相对应的钡标准溶液,加 3 mL 盐酸溶液,以下操作与试样同时同样处理。

### 3.14 105℃下挥发物含量的测定

#### 3.14.1 分析步骤

称取约 2 g 试样,精确至 0.000 2 g,置于已于(105±5)℃下恒重的称量瓶中,移入恒温干燥箱内,



在(105±5)℃下干燥至恒重。

### 3.14.2 结果计算

105℃下挥发物含量以质量分数  $w_{11}$  计,数值以%表示,按下列公式(11)计算:

$$w_{11} = \frac{m_1 - m_2}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots(11)$$

式中:

$m_1$ ——干燥前称量瓶和试料的质量的数值,单位为克(g);

$m_2$ ——干燥后称量瓶和试料的质量的数值,单位为克(g);

$m$ ——试料的质量的数值,单位为克(g)。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果,平行测定结果的绝对差值不大于0.04%。

### 3.15 灼烧减量的测定

#### 3.15.1 仪器

3.15.1.1 高温炉:能控制温度在(875±25)℃。

#### 3.15.2 分析步骤

称取约0.5 g试样,精确至0.000 2 g,置于预先于(875±25)℃下灼烧至恒重的瓷坩埚中,于(875±25)℃下灼烧至恒重。

#### 3.15.3 结果计算

灼烧减量以质量分数  $w_{12}$  计,数值以%表示,按下列公式(12)计算:

$$w_{12} = \frac{m_1 - m_2}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots(12)$$

式中:

$m_1$ ——灼烧前坩埚和试料的质量的数值,单位为克(g);

$m_2$ ——灼烧后坩埚和试料的质量的数值,单位为克(g);

$m$ ——试料的质量的数值,单位为克(g)。

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

### 3.16 盐酸不溶物含量的测定

#### 3.16.1 方法提要

用盐酸溶解试样,过滤酸不溶物,灼烧,称量。

#### 3.16.2 试剂

3.16.2.1 体积分数为95%乙醇;

3.16.2.2 盐酸溶液:1+1;

3.16.2.3 硝酸银溶液:10 g/L。

#### 3.16.3 仪器

3.16.3.1 高温炉:能控制温度在(875±25)℃。

#### 3.16.4 分析步骤

称取约2 g试样,精确至0.000 2 g,置于烧杯中,加少量水润湿,活性碳酸钙样品要先加入4 mL乙醇润湿。滴加10 mL盐酸溶液,加热至沸,趁热用中速定量滤纸过滤,用热水洗涤至滤液中无氯离子(用硝酸银溶液检验)。将滤纸连同不溶物一并移入已于(875±25)℃下恒重的瓷坩埚内,低温灰化后移入高温炉内,在(875±25)℃下灼烧至恒重。

#### 3.16.5 结果计算

盐酸不溶物含量以质量分数  $w_{13}$  计,数值以%表示,按下列公式(13)计算:

$$w_{13} = \frac{m_1 - m_2}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots(13)$$