

第一章 原料的控制分析

第一节 铝矿石的分析

一、本方法的适用范围 本方法适用于山东地区所产水硬铝石及在生产中所使用的混有硅渣的混矿石或高压溶出赤泥的快速分析。

二、试样的采取及处理 根据堆量大小，采取不同取样点(见图1)。每点至少取量0.25公斤，取来之样品，在平台上用堆山混合法混合均匀，将试样用四分法一直缩分到所采样品四分之一，先用粗碎机磨碎，再用四分法缩分至四分之一(剩余的部份供分析水份用)，然后用平磨机磨细至全部通过120#筛空，在 $105\sim 120^{\circ}\text{C}$ 的烘箱内烘45分钟，冷却后盛于称量瓶中，以备分析。

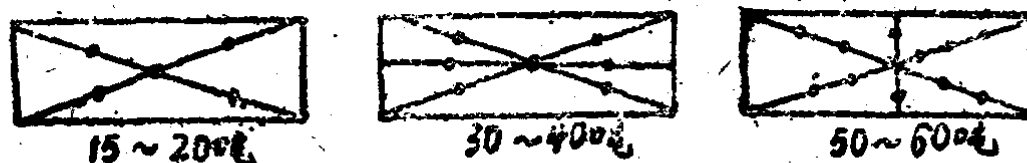


图1 铝矿取样点示意图(图中点为取样点)

按照以上固定点用手锤击破大块，使每个点所取重量为0.25公斤，混合后，再送去处理。

三、分析项目 水份、灼减、 SiO_2 、 Fe_2O_3 、 Al_2O_3 、 CaO 、 Na_2O 、 TiO_2 。

1. 水份的测定

方法概要 在 120°C 的烘箱中将矿石的附着水烘去。

操作步驟 称取粗碎后的試样 100克 (准确称量为±0.2克), 置于鋁或銅制的干燥盘中(干燥盘的规格: 长12厘米, 宽8厘米, 緣高1.7厘米), 于120°C的烘箱中烘1小时, 然后取出, 于空气中冷却至室温, 然后称量, 并按下式計算水份的含量。

$$\text{水份}\% = \frac{\text{干燥后重量的損失(克)}}{\text{試料重(克)}} \times 100$$

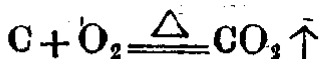
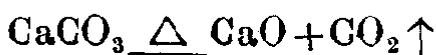
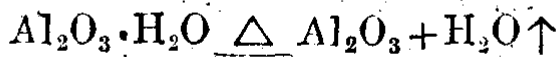
注意事項 1) 称量要准确; 2) 試样的粒度不得大于5立方毫米; 3) 严格控制温度。

允許誤差 为測定結果的10%以下。

2. 灼減的測定

方法概要 在900~1100°C灼烧1小时, 将其中的結晶水, 碳酸盐中的CO₂和有机物等全部揮发掉。

其反应式:



操作步驟 称取試样1克(准确称量±0.0005克), 于已恒重的瓷坩堝中(或鉑金坩堝中), 先在电炉上灼烧20分钟, 然后于900~1000°C的茂福炉中灼烧1小时。取出置于真空干燥器中冷却至室温, 称其重量。依下式計算灼減量:

$$\text{灼減}\% = \frac{\text{灼烧后重量的損失(克)}}{\text{試料重(克)}} \times 100$$

注意事項 1) 必須把坩堝灼烧至恒温; 2) 試样份数多时,

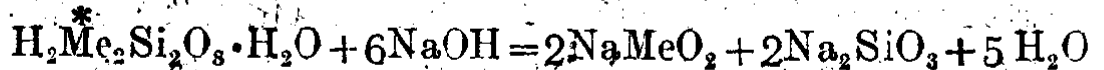
应随称随从干燥器中取出，以防吸水而使结果偏高；3)灼烧时的温度应逐渐升高，以免挥发物蒸发过激带去试样。

允许误差 为测定结果的10%以下。

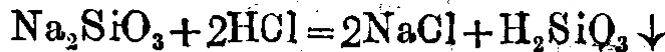
3. 二氧化硅的测定

方法概要 硅在铝矿石中呈不溶性状态存在，为使其变为可溶性的硅酸盐，以NaOH或KOH作熔剂而熔融，然后用盐酸使硅酸盐变为硅酸，加入NH₄Cl使H₂SiO₃凝結析出，滤出后灼烧称量。

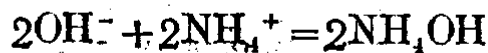
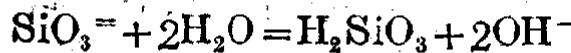
熔融反应式：



加盐酸的反应式：



加氯化铵的反应式：



灼烧时的反应式：



所需试剂 NaOH：粒状；HCl：比重1.19；2:98；NH₄Cl：固体。

操作步骤 称取烘干研细之试样0.531克(±0.0005)，于容量为30毫升的镍坩埚中，加入蒸馏水，使试样湿润后，加入2.5~3克NaOH，盖好盖子，在电炉上用石棉纸将坩埚围

* 上式中的Me代表任何三价金属。

好。試樣在 $400\sim 500^{\circ}\text{C}$ 的情況下使其完全熔融好(約需時間20分鐘)，然後取出，將坩堝旋轉，使內熔物均勻地附着在坩堝壁上，再小心將坩堝浸入冷水中，但不應使水進入坩堝中，待內熔物冷卻後，從坩堝縫中吹入少許溫水，置於電熱板低溫處將熔塊溶解。然後再移入100毫升的燒杯中，用 HCl (1:1) 將坩堝洗滌2~3次，再用2:98的稀鹽酸將坩堝洗淨，全部溶液不應超過50毫升，在不斷振蕩的情況下加入濃鹽酸至鹽類完全溶解，溶液澄清後；將燒杯置於電熱板上蒸發至鹽類析出，移於低溫處(約 120°C)繼續蒸發至內溶物將近干固(鹽類松散)，但仍為黃色，加入約1克氯化銨及濃鹽酸5~7毫升，用玻璃棒將杯壁上之鹽類擦下，蓋上表皿，置於水浴上保溫20分鐘左右，取下用熱的鹽酸(2:98)沖洗杯壁及表皿，總體積約30毫升，隨即攪拌至鹽類完全溶解，即可用定性濾紙過濾，濾液受於250毫升的容量瓶中。將沉淀用鹽酸(2:98)洗滌6~7次，再用熱水($70\sim 80^{\circ}\text{C}$)洗滌至無氯離子(用硝酸銀檢查)，(將濾液及洗液一併保存，供其他成分分析用)將沉淀及濾紙同移入瓷坩堝中，放在電爐上使濾紙完全灰化後，再移於 $850\sim 900^{\circ}\text{C}$ 的茂福爐中灼燒40分鐘，然後取出於干燥器中冷卻至室溫，小心地將 SiO_2 掃出稱量。按下式計算 SiO_2 的含量：

$$\text{SiO}_2\% = \frac{\text{總重(克)} - \text{濾紙灰份}^*(\text{克})}{\text{試樣重(克)}} \times 100$$

注意事項 1) 熔融前不宜加水過多；2) 熔融時的電爐溫度應逐步升高；3) 蒸發時溫度不宜太高，以免溶液濺出；4)

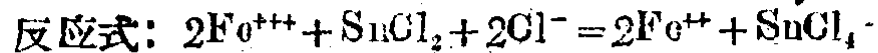
* 每一批濾紙使用前要進行一次試灼燒(10張)，以求得一張濾紙的平均灰份量。

灰化时不能产生火焰；5)蒸发时不宜温度太高，否则易使结果偏高。

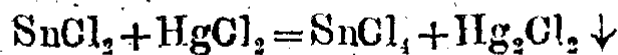
允许误差 $< \pm 0.5\%$ 。

4. Fe_2O_3 的测定

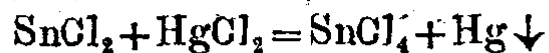
方法概要 取分离硅酸后的滤液一部份，其中铁是 Fe^{+++} ，用 SnCl_2 还原成 Fe^{++} 后，以 HgCl_2 去掉过量的 SnCl_2 ，冷却后在硫酸中以二苯胺磺酸钠为指示剂，用 $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ 标准液滴定。



过量的 SnCl_2 和 HgCl_2 反应生成白色沉淀：



若 SnCl_2 过量太多，在热溶液中生成金属汞，颜色呈黑色：

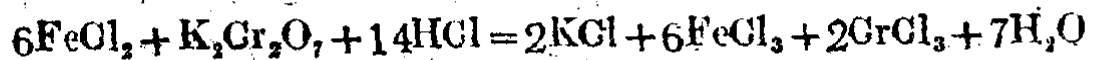


金属汞的生成会影响 $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ 滴定时的终点——颜色难看，而且与 $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ 起氧化还原反应，使结果升高。

加 H_3PO_4 是使黄色的 Fe^{+++} 消失颜色。



滴定时的反应式：



所需试剂 HCl ：比重1.19及1:1； SnCl_2 ：15%； H_2SO_4 + H_3PO_4 混合液：30%； HgCl_2 饱和溶液；二苯胺磺酸钠指示剂：0.2%；

$\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ 标准液：0.0133N

操作步骤 将分离硅酸后的滤液，用水稀释至标线，混合均匀后，用移液管移取50毫升于250毫升的烧杯中，加浓盐酸2~3毫升，加热至沸腾，在振荡的情况下徐徐滴加

SnCl₂，至溶液变成无色，再过量1~2滴，用流水迅速冷却，然后一次注入HgCl₂溶液3毫升，搅拌放置2~3分钟，再加H₂SO₄+H₃PO₄混合液10毫升及二苯胺磺酸钠指示剂8滴，用0.0133N的K₂Cr₂O₇标准液滴至呈显半分钟不消失的紫色，即为最后终点。按下式计算Fe₂O₃的含量：

$$\text{Fe}_2\text{O}_3\% = \frac{V \times 0.0133 \times 0.07984 \times 5}{0.531} \times 100 = \frac{0.531 \times V}{0.531} = V$$

式中：V = 滴定时所用K₂Cr₂O₇的毫升数。

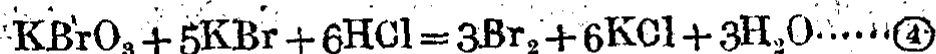
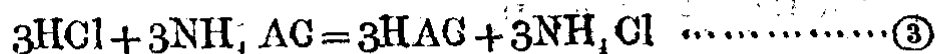
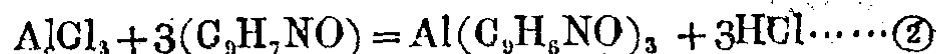
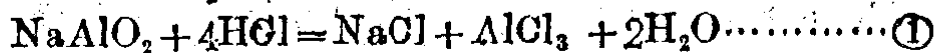
注意事项 1) 加入二氯化锡时要慢，并过量不宜太多；
2) 加入二氯化汞后一定要静止2~3分钟，使其充分反应，才能进行下一步操作；3) 冷却时间不宜过长，以防止Fe²⁺在空气中氧化；4) 加入二氯化汞后如不生成白色绢丝状时，必须反工。

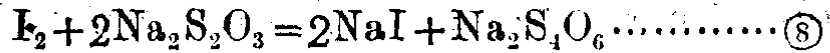
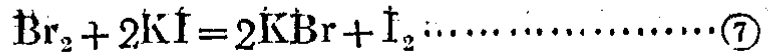
允许误差 < ±0.4%。

5. Al₂O₃的测定

方法概要 取分离砷酸后的滤液一部分，用NaOH及Na₂CO₃混合液使其铁铝分离，然后使铝酸钠溶液变为酸性，加醋酸铵使为醋酸酸性，加入8-羟基喹啉，使呈8-羟基喹啉铝沉淀，用盐酸将沉淀溶解后，以溴酸盐法滴定。

其反应式如下：





上式中，①—③为沉淀反应，④—⑧为滴定反应。

所需试剂 碱液10%NaOH溶液，工业用但需经过检验，按测定氧化铝相同条件，加入8-羟基喹啉后不生成沉淀即可应用；如生成沉淀时，可按氧化铝分析方法出含量，以备矿石中氧化铝的含量再减去碱液的含量用；碱粉： (Na_2CO_3) 工业用即可，但须经检验不含铝者；HCl：比重1.19、1:1和1:40；8-羟基喹啉溶液：2.5%；KI 10%溶液；淀粉指示剂：0.5%溶液； KBrO_3 标准溶液：0.2N； $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 标准溶液0.1N； $\text{CH}_3\text{COO}\cdot\text{NH}_4$ 20%。

操作步骤 分取定铁溶液的同时，用同一移液管分取溶液50毫升，放入已盛有40毫升碱液及4克碱粉的300毫升烧杯中，然后，加热煮沸3分钟，取下冷却至室温，将溶液全部移入250毫升的容量瓶中，以水稀释至标线，混合均匀，用干漏斗及干脱脂棉过滤，滤液受于干烧杯中，将所得第一部份溶液弃去。然后取滤液100毫升，于250毫升的烧杯中在搅拌的情况下徐徐加入HCl(1:1)至溶液中的氢氧化铝开始生成沉淀，再小心滴加至沉淀完全溶解，再过量5滴。将溶液煮沸2分钟后，移置低温处，用水冲洗表皿及杯壁，加8-羟基喹啉15毫升（此时温度应为70~80°C，试液中每0.01克 Al_2O_3 加试剂4毫升），一面搅拌一面缓缓加入醋酸铵溶液，至沉淀开始生成后，再加过量20毫升，在70°C左右保温10分钟，等沉淀下沉后，并呈过量8-羟基喹啉黄色时（8-羟基喹啉不足时，可酌情补加），用脱脂棉或定性滤纸过滤，沉淀用温水洗涤7~8次，然后将脱脂棉或定性滤纸连同沉淀一同移入已

加好煮沸HCl(1:1) 100毫升的原烧杯中，搅拌使沉淀完全溶解，冷却至室温。一面搅拌一面由滴管中滴加0.2N的KBrO₃标准液至过量约3毫升(溶液呈橙色)，随即加入碘化钾溶液5毫升，搅拌，用0.1N的Na₂S₂O₃标准液滴定至溶液变为淡黄色后，加入淀粉溶液2毫升，再继续滴至蓝色消失，即为终点。按下式计算Al₂O₃的含量：

$$Al_2O_3\% = 10 \times V_1 \times N_1 - 10 \times V_2 \times N_2$$

式中：V₁——滴定所用KBrO₃标准液毫升数；

N₁——KBrO₃标准液之浓度，用N表示；

V₂——滴定所耗Na₂S₂O₃的毫升数；

N₂——Na₂S₂O₃的浓度。用N表示。

注意事项 1) 沉淀前调整酸度时，酸度不能过大，因为酸度过大会影响铝沉淀的生成；2) 碘化钾溶液应随用随配；3) 滴定时最好快一点。滴入溴酸钾后，应立即加入碘化钾，因为溴容易跑掉；4) 加入碘化钾后如不出现褐沉淀，则不能用KBrO₃再滴。

允许误差 < ±0.7%。

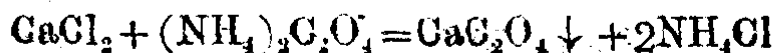
6. CaO的测定

方法概要 试样加酸抽出，将残渣滤去，滤液变成硷性(混有硅渣的矿石，取分离硅酸后的滤液使其变为硷性)，加草酸铵使呈草酸钙沉淀，然后用KMnO₄在H₂SO₄酸性中滴定。

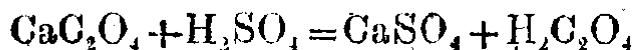
溶解反应式：



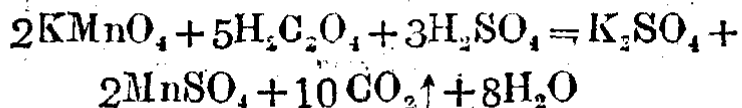
沉淀反应式：



沉淀溶解反应式:



滴定反应式:



所需试剂 HCl: 比重1.19; HNO₃: 比重1.42; NH₄OH: 1:1及2%; (NH₄)₂C₂O₄: 饱和溶液; H₂SO₄: 1:3; H₂C₂O₄: 10%; 甲基红指示剂: 0.2%酒精溶液; KMnO₄ 标准液: 0.1137N。

操作步骤

① 原矿中之CaO的测定:

称取试样2.125克(±0.001克),于250毫升的烧杯中加水湿润,盖以表皿,加浓盐酸25毫升,放在电炉上加热15分钟,再加浓 HNO₃ 1~2毫升,继续加热15分钟后取下,用水洗涤表皿及杯壁。用定性滤纸过滤,用温水洗涤6~7次,滤液及洗液受于300毫升的烧杯中,加入甲基红指示剂1~2滴,徐徐加入 NH₄OH (1:1) 至指示剂变为微红色,加入草酸10毫升,将溶液加热至沸,加入热草酸铵溶液20毫升,并滴加 NH₄OH 至呈黄色。继续煮沸2~3分钟,于低温处保温1小时以上,然后沉淀用细密定性滤纸过滤,以温 NH₄OH(0.2%) 洗涤沉淀和烧杯6~7次,用温水(约60~75°C)洗涤至无 C₂O₄²⁻(用KMnO₄检查)。沉淀和滤纸放入已事先加好20毫升1:3硫酸及120毫升沸水的原烧杯中,使沉淀溶解,立刻用 KMnO₄ 滴定至呈显淡红色30秒钟不消失为终点。按下式计算 CaO 的含量:

$$\text{CaO}\% = \frac{0.1137 \times V \times 0.02804}{2.125} \times 100 = V \times 0.15$$

式中： V——滴定所用KMnO₄毫升数。

② 混有矽渣的混矿石中CaO的测定：分取定铁溶液的同时，用同一移液管取溶液100毫升于300毫升的烧杯中，加温至约50°C，滴加甲基红指示剂4~5滴，用1:1的NH₄OH中和至溶液呈微碱性。再加H₂C₂O₄至溶液变为酸性后，再加过量的10毫升，随即将溶液煮沸，一面搅拌一面加入热(NH₄)₂C₂O₄溶液约30毫升，再滴加NH₄OH至呈微碱性，加热煮沸1~2分钟，然后移于低温处，保温1小时以上，用定性滤纸过滤，沉淀用温水洗涤至无C₂O₄²⁻离子为止，将带有沉淀的滤纸移于已加好120毫升沸水及20毫升1:3硫酸的原烧杯中，搅拌至沉淀溶解后，将滤纸展于杯壁上，用0.1137N之KMnO₄标准液滴至溶液呈微红色时，将滤纸浸入溶液中，再逐滴加入KMnO₄至30秒钟内不消失红色(此时温度不低于80°C)即为终点。按下式计算CaO的含量：

$$\text{CaO}\% = \frac{0.1137 \times V \times 0.02804 \times 100}{0.531} = V \times 1.5$$

式中： V——所耗KMnO₄毫升数。

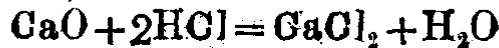
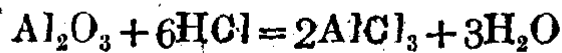
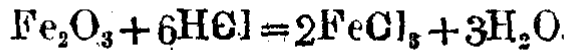
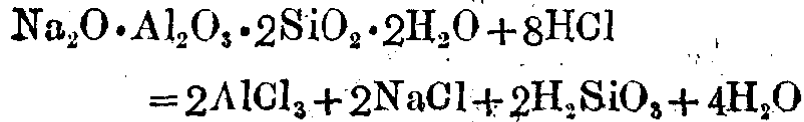
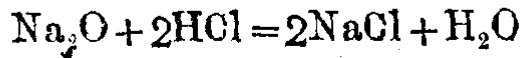
注意事项 1)用NH₄OH中和时，碱性不能太强；2)滴定前后的温度应保持在80~95°C之间；3)洗涤水温度不能过高；4)洗涤时必须将C₂O₄²⁻完全洗净为止。

允许误差 < ±0.3%。

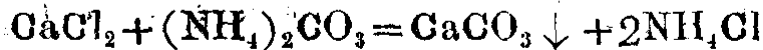
7. 氧化钠的测定

方法概要 用盐酸分解试样，加NH₄OH及(NH₄)₂CO₃将Si、Fe、Al、Ca等分离后，分取滤液的一部份，蒸发干固，驱逐铵盐，最后使呈Na₂SO₄，灼烧称量。

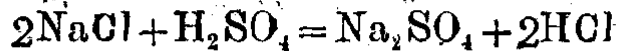
反应式： 加盐酸的反应式：



加入 NH_4OH 及 $(\text{NH}_4)_2\text{CO}_3$ 的反应式:



加硫酸的反应式:



灼烧时的反应式:



所需试剂 盐酸: 1:2; H_2SO_4 : 1:1; $(\text{NH}_4)_2\text{CO}_3$: 10%;
 NH_4OH : 1:1; 溴麝香草酚蓝指示剂: 0.5%。

操作步骤 称取烘干研细之试样 2.182 克 (准确称量士 0.0005 克), 于 300 毫升的烧杯中, 加入盐酸(1:2) 30 毫升, 盖上表皿, 在电热板上加热抽出 15 分钟, 取下冲洗杯壁及表皿, 并用水稀释至 150 毫升左右, 加热煮沸, 滴加溴麝香草酚蓝指示剂 4~5 滴, 并徐徐加入 NH_4OH 至指示剂变为蓝色, 溶液至呈明显氨味, 继续加热煮沸 1~2 分钟, 取下以冷水冲洗杯壁及表皿, 等溶液冷至为 80°C 左右时, 加入 $(\text{NH}_4)_2\text{CO}_3$ 溶液 30 毫升, 充分搅拌冷却至室温, 将溶液及沉淀全部倒入

250毫升的容量瓶中，用水稀释至标线，振荡均匀后，用干漏斗及脱脂棉过滤，滤液受于干烧杯中，将所得第一部份滤液弃去，用移液管移取滤液50毫升于带柄的瓷蒸发皿中（容量为125毫升），在电热板上蒸发至体积约为10毫升左右时，加入 $H_2SO_4(1:1)$ 10毫升，继续蒸发至冒烟，置于电炉上将过量的 H_2SO_4 及铵盐驱逐净（但应注意电炉的温度不应过高，以免铵盐驱逐过快，造成钠盐的损失及仪器的损坏。电炉的温度最好为 $450^\circ C$ ），然后将电炉关闭，使温度降低，等蒸发皿冷却后取下，用少量温水冲洗皿壁，加溴麝香草酚蓝指示剂1~2滴，再加 NH_4OH 使呈碱性后，加入 $(NH_4)_2CO_3$ 5毫升，放在电热板上保温2~3分钟，然后用半张滤纸过滤，以热水（ $70\sim 80^\circ C$ ）洗涤5~6次，滤液及洗液受于已恒重的30毫升瓷坩埚中，置于电热板上使溶液蒸发至近5毫升左右，将小滤纸放入其内（以免蒸发过激，损失溶液），干固后移入茂福炉中，在 $700^\circ C$ 左右灼烧20分钟，取出置于干燥器中冷却至室温，称量。按下式计算 Na_2O 的含量：

$$Na_2O\% = \frac{W \times 0.4364 \times 5 \times 100}{2.182} = W \times 100$$

式中： W—— Na_2SO_4 重量。

注意事项 1)抽出要完全，用 NH_4OH 中和不宜过量太多；2)蒸发时的温度不能过高；3)灼烧时的温度要严格掌握；4)用小滤纸的原因，是为了节约滤纸，没有其它意义。

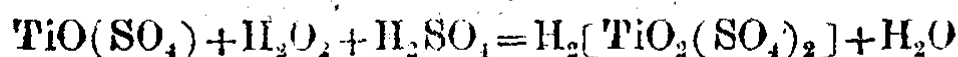
允许误差 $< \pm 0.3\%$ 。

说明：此法仅适用于混有砂渣的混矿石的分析，铝矿石（原矿）中的氧化钠的测定，不用此法。

8. TiO_2 的测定

方法概要 取分离砷酸后之滤液，加入双氧水，使生成四价钛的黄色络合物，用比色法测定。

反应式：



加入磷酸可使 Fe^{+++} 的黄色去掉，加 H_2SO_4 可减少砷金属的影响，但这两种试剂加多了会使Ti的颜色削弱，如在100毫升的溶液中含有0.04毫克钒；10毫克钼；3毫克钛；6毫克镍；25毫克铁时，则对钛的比色分析无影响，可以不必分离。

所需试剂 $\text{H}_2\text{SO}_4 + \text{H}_3\text{PO}_4$ 混合液； H_2O_2 ：3%；四价钛标准液。

操作步骤 分取定铁溶液的同时，用同一移液管分取溶液50毫升，于100毫升的容量瓶中，用移液管加入 $\text{H}_2\text{SO}_4 + \text{H}_3\text{PO}_4$ 混合液15毫升及5%的双氧水5毫升，加水稀释至标线，混合均匀。与此同时另取50毫升于100毫升的容量瓶中，加入同上量相等的 $\text{H}_2\text{SO}_4 + \text{H}_3\text{PO}_4$ 混合液及双氧水，并加入稀释后的 TiO_2 标准液20毫升，用水稀释至标线，混合均匀。等试液及标准液发色后，用杜式比色计，进行比色测定。操作时，将标准液置于比色计之左边杯中，被检液置于右边杯中，旋转左边螺旋，使液柱高至15~20毫米处，然后旋转右边螺旋至从目镜观察两边颜色相等时，记下两边液层之高度。按下式计算 TiO_2 的含量：

$$\text{TiO}_2\% = \frac{H \times C \times 5 \times 100}{H_1 \times 0.531}$$

式中：H——20毫升标准液中含 TiO_2 量 克；

C——标准液之高度 毫米；

H₁——被检液之高度 毫米。

允許誤差 为測定結果的10%以下。

第二节 石灰石及石灰的分析

一、本方法的适用范围 本方法适用于氧化铝生产配料用之石灰石或石灰。

二、試样的采取及处理 按生产情况在規定地方取樣，以同于矿石的处理方法將試样处理。

三、分析項目 SiO₂及酸不溶物；混合氧化物；氧化鈣。

1. SiO₂及酸不溶物的測定

方法概要 用HCl將試料溶解，加NH₄Cl使H₂SiO₃凝析，过滤后灼烧称量。

所需試剂 HCl：比重1.19及2:98；NH₄Cl：CP固体；AgNO₃：2% HNO₃酸性溶液。

操作步驟 称烘干研細的試样(石灰石或石灰)0.531克于100毫升烧杯中，加NH₄Cl 0.5克搅匀后，加HCl(比重1.19) 5~8毫升，置于电炉上加热至試料溶解后移于水浴中保温30分钟，取下，用热的HCl(2:98)洗杯壁后搅拌至盐类溶解(約30毫升)，用定量滤紙过滤，用HCl(2:98)洗滌5~6次用热水洗至无氯离子(用AgNO₃检查)，滤液受于300毫升烧杯中，将滤紙及沉淀放入20毫升的磁坩堝中，置于电炉上灰化后移于茂福炉中(900~1000°C)灼烧30分钟，取出放于干燥器中冷却至室温，将沉淀扫出于天平的表皿上称量，按下式計算SiO₂及酸不溶物。

$$\text{SiO}_2\text{及酸不溶物}\% = \frac{\text{沉淀重量} \times 100}{0.531}$$

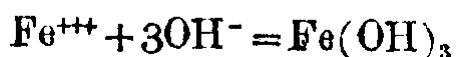
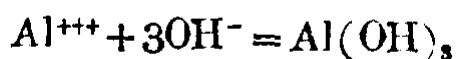
注意事項 1) 加HCl时要慢慢加入，以免CO₂逸出时带走試样；2) 称量沉淀时要小心扫出。

允許誤差 ±0.1% (相对誤差)。

2. 混合氧化物的測定

方法概要 将分离H₂SiO₃后的溶液用NH₄OH将Al⁺⁺⁺Fe⁺⁺⁺沉淀、过滤、灼烧后，計算R₂O₃的量。

反应式：



所需試剂 NH₄Cl飽和液；NH₄OH：1:1；HNO₃：比重1.42；NH₄NO₃：2%；AgNO₃：2% HNO₃酸性；溴麝香草酚藍指示剂：0.2%酒精液。

操作步骤 往分离H₂SiO₃后的溶液中加入HNO₃ 3~4滴，加热煮沸1~2分钟，然后加入氯化铵10毫升，用水稀释至200毫升，置于电热板上加热至接近沸騰，加溴麝香草酚藍指示剂3滴，徐徐加入NH₄OH至指示剂变为蓝色煮沸1分钟，取下，等溶液澄清后，用定量滤紙过滤，用2% NH₄NO₃溶液洗至无氯根(用AgNO₃检查)，滤液受于250毫升容量瓶中，将沉淀同滤紙一并放入20毫升磁坩堝中，放在电炉上灰化后，移入茂福炉中(900~1000°C)灼烧1小时，取出放入干燥器中冷却至室温，将沉淀扫出称量。按下式計算R₂O₃的含量：

$$\text{混合氧化物}\% = \frac{\text{沉淀重量}}{0.531} \times 100$$

允許誤差 $\pm 0.1\%$ 。

3. 氧化鈣的測定：同于礦石中CaO的測定。

允許誤差 絕對誤差 $\pm 0.7\%$ 。

第三節 鹼粉的分析

一、本方法適用範圍 本方法適用於氧化鋁生產配料所用的鹼粉。

二、試樣的採取及處理 按生產的需要取得試樣，經縮分後供作分析。

三、分析項目： Na_2O 。

Na_2O 的測定

方法概要 用過量標準HCl把試樣溶解，用NaOH回滴過量的HCl，按HCl的實耗量計算 Na_2O 的含量。

反應式：



所需試劑 HCl: 0.5N; NaOH: 0.5N; 酚酞指示劑: 1%。

操作步驟 稱取混勻之試樣0.5克(±0.0010克)，放入已有25毫升0.5NHCl的鴨嘴燒杯中，加水至體積為150毫升左右，放在電爐上加熱煮沸3分鐘，取下加指示劑3滴，用NaOH滴定至微紅色即為終點。按下式計算 Na_2O 的%：

$$\text{Na}_2\text{O} \% = \frac{(25-V) \times 0.031 \times 0.5}{0.5} \times 100 = (25-V) \times 0.031 \times 100$$

式中： V——滴定時用去NaOH的毫升數。

允許誤差 $\pm 0.50\%$ 。

第四节 煤焦的分析

一、本方法的适用范围 本方法适用于技术监督科所取煤焦检查样品的工业分析。

二、分析项目 水份(分析水份 W_a)、灰份挥发份、硫份、固定碳、发热量。

三、对分析试样的要求 供分析的试样须经空气干燥,并粉碎至全部通过每平方公分中有735~900筛孔的筛子,如试样未经空气干燥,需测定外在水份(WBH)时,须特别声明。

四、分析结果所有成分的百分含量,均对分析试样而言,并非绝对干燥试样而言,如需换算为绝对干燥试样的百分含量,须特别声明。

1. 水份的测定(水份 W_a)

称取第三条所规定的样品 2 克(± 0.0005),置于已知重量的称量瓶中(高35~30毫米、直径35~40毫米)放在电烘箱中打开盖,于 $110^\circ(\pm 5)$ 下烘 1 小时,取出将盖轻轻盖好,置于干燥器中,冷却至室温,取出称量,按其所失之重量,依下式计算水份之百分含量:

$$W_a\% = \frac{P}{H} \times 100$$

式中: W_a ——分析样品中的水份;
 P ——烘干时损失的重量(克);
 H ——试样称取重量(克)。

2. 灰份的测定(快速分析不适于泥煤分析)

称取试样 1 克(± 0.0002),平铺于直径45毫米的磁坩埚盖中,在温度为 850°C 的茂福炉口处加热 10 分钟,然后以每分钟 1 厘米的速度将坩埚盖向茂福炉内推动,至炉中高温