



中华人民共和国国家标准

GB/T 15343—94

滑石化学分析方法

Methods for chemical analysis of talc

1994-12-22 发布

1995-08-01 实施

国家技术监督局 发布

中华人民共和国国家标准

GB/T 15343—94

滑石化学分析方法

Methods for chemical analysis of talc

1 主题内容与适用范围

本标准规定了滑石化学组成的分析方法。

本标准适用于测定滑石块及滑石粉的化学组成。

2 引用标准

GB 15341 滑石

GB 15342 滑石粉

3 总则

3.1 除水分测定外,试样应在 105~110℃干燥 2 h,并置干燥器中冷却至室温后,方可称样。

3.2 试样称量除有特殊规定外,应精确至 0.1 mg。本方法中所指恒重,系指两次称量之差不大于 0.3 mg。

3.3 本方法中所指水,系指蒸馏水或以其他方法处理的无离子水。所用溶液除特殊指明外,均系水溶液。

3.4 溶液的浓度为摩尔浓度或 1 L 溶液中含溶质的质量(g/L)。如(1+1)、(1+2)、(m+n)等系指溶质体积与水体积之比。

3.5 本方法所用试剂,应为分析纯或优级纯试剂;用于标定的试剂,除另有说明外,应为基准试剂。所用的酸或氨水,凡未注浓度者,均为浓酸或浓氨水。

3.6 除烧失量的测定外,其他各项测定应同时进行空白试验,并对所测结果加以校正。

3.7 除特殊规定外,分析结果(%)的数值,修约至第二位小数。

4 试样

4.1 试样的采取

4.1.1 滑石块试样的采取按 GB 15341 进行。

4.1.2 滑石粉试样的采取按 GB 15342 进行。

4.2 试样的制备

按 GB 15341、GB 15342 采制、送往实验室的样品(过 180 μm 筛)不得少于 1 kg,用四分法或缩分器缩减至 100 g,研磨至样品通过 75 μm 筛时,筛余量不超过 5%。再用四分法或缩分器缩减至 25 g,然后研磨至全部通过 75 μm 筛,以磁铁吸除破碎样品时带入的铁屑,充分拌匀,备用。

5 分析方法

5.1 烧失量的测定

国家技术监督局 1994-12-22 批准

1995-08-01 实施

5.1.1 方法提要

试样中所含的结晶水、碳酸盐、有机物及其他易挥发性物质,经高温灼烧分解逸出,根据试样灼烧前后质量差,计算烧失量的百分含量。

5.1.2 分析步骤

称取约 1 g 试样,精确至 0.0001 g,放入已恒重的瓷坩埚中,将盖斜置于坩埚上。将坩埚放入高温炉,自低温逐渐升至 1 000℃并保温 1 h,取出坩埚,置于干燥器中冷却至室温,称量,反复灼烧直至恒重。

5.1.3 结果计算

烧失量的百分含量(X_1)按式(1)计算:

$$X_1 = \frac{m_1 - m_2}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中: m_1 ——灼烧前坩埚及试样的质量, g;

m_2 ——灼烧后坩埚及试样的质量, g;

m ——试样的质量, g。

5.1.4 允许差

平行测定结果的允许差见表 1。

表 1

烧失量, %	允许差, %
<8.00	0.25
≥8.00	0.30

若平行测定结果之差在允许范围内,取其算术平均值为测定结果。否则,应重新测定。

5.2 二氧化硅的测定

5.2.1 动物胶凝聚重量法——滤液钼蓝比色法(A 法)

5.2.1.1 方法提要

试样经碳酸钠熔融,在盐酸介质中用动物胶溶液使硅酸凝聚析出,经过滤、灼烧,氢氟酸处理,硅以四氯化硅形式逸出。然后以钼蓝比色法测定滤液中残余的二氧化硅。

5.2.1.2 试剂与仪器

- a. 无水碳酸钠;
- b. 盐酸;
- c. 盐酸(1+1;2+98);
- d. 硝酸银溶液(10 g/L):将 1 g 硝酸银溶于 50 mL 水中,加 15 滴硝酸(1+1),用水稀释至 100 mL;
- e. 动物胶溶液(10 g/L):将 1 g 明胶溶于 100 mL 约 70℃的水中(用时配制);
- f. 氢氟酸;
- g. 硫酸(1+1):将 1 体积的硫酸缓缓加于同体积的水中,混匀;
- h. 硫酸(1+4);
- i. 过硫酸铵溶液(100 g/L):称取 10 g 过硫酸铵于塑料杯中,加适量水溶解后稀释至 100 mL;
- j. 钼酸铵溶液(50 g/L):称取 5 g 钼酸铵于塑料杯中,加适量水溶解后,用水稀释至 100 mL;
- k. 焦硫酸钾;
- l. 抗坏血酸溶液(50 g/L):用时配制;

m. 二氧化硅标准溶液(甲)(1 mL 溶液含有 0.2 mg 二氧化硅):准确称取 0.100 0 g 已在 1 000℃灼烧 1 h 的二氧化硅(基准或光谱纯试剂)于铂坩埚中,加 2 g 无水碳酸钠,混匀。再覆盖 1 g 无水碳酸钠,盖好坩埚盖,高温熔融 5~10 min,冷却后用热水将熔块浸出于盛有约 300 mL 热水的烧杯中,待全

都溶解后,冷至室温,移入 500 mL 容量瓶中,用水稀释至标线,混匀,然后移入干燥的塑料瓶中贮存;

n. 二氧化硅标准溶液(乙)(1 mg 溶液含有 0.02 mg 二氧化硅);准确移取 10.00 mL 二氧化硅标准溶液(甲)于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至标线,混匀(用时配制);

p. 恒温水浴;

q. 分光光度计。

5.2.1.3 工作曲线的绘制

准确量取 0.00, 1.00, 2.00, 3.00, 4.00, 5.00, 6.00 mL 二氧化硅标准溶液(乙),分别放入 100 mL 容量瓶中,加水约至 50 mL,加 0.5 mL 盐酸(1+1),加 5 mL 钼酸铵溶液(50 g/L),混匀。按表 2 不同室温放置不同时间。然后,加 5 mL 硫酸(1+1),混匀,加 5 mL 抗坏血酸溶液(50 g/L),混匀,用水稀释至标线,混匀。此系列标准溶液中各含有 0.00, 0.02, 0.04, 0.06, 0.08, 0.10, 0.12 mg 二氧化硅。

放置 10~20 min 后,在分光光度计上,于波长 680 nm 处,用 10 mm 比色皿,以水作参比测定溶液的吸光度。然后以测得的吸光度为纵坐标,比色溶液的浓度为横坐标,绘制工作曲线。

表 2

室温, °C	放置时间, min
10~20	30
20~30	15~20
30~35	10~15

5.2.1.4 分析步骤

称取约 0.5 g(精确至 0.000 1 g)试样于铂坩埚中,加 3 g 无水碳酸钠,混匀,再加 1 g 无水碳酸钠覆盖其上,盖好坩埚盖。置高温炉中(或喷灯上)逐渐升温至 950~1 000°C,熔融 30 min。取出,旋转坩埚,使熔融物均匀地附着于坩埚内壁,冷却。以热水将熔块浸取于 150~250 mL 瓷蒸发皿中,盖上表面皿,从皿中徐徐加入 40 mL 盐酸(1+1),待反应停止后,取下表面皿,用盐酸(1+1)洗净坩埚及盖,洗液合并于瓷蒸发皿中,用水冲洗表面皿及瓷蒸发皿边缘处。置蒸发皿于沸水浴上将溶液蒸发至湿盐状,取下稍冷,加 20 mL 盐酸并搅拌均匀,在 70~80°C 水浴中保温 5 min,缓缓加入 10 mL 动物胶溶液(10 g/L),充分搅拌并保温 10~15 min,取下,加 30 mL 热水,搅拌使盐类溶解,稍冷,用中速定量滤纸过滤,用温热的盐酸(2+98)洗涤瓷皿及沉淀 6~8 次,滤液及洗液盛接于 300 mL 烧杯中。用小片滤纸擦净瓷皿,用温水洗涤沉淀至无氯离子[用硝酸银溶液(10 g/L)检验]。

将沉淀连同滤纸一起放入铂坩埚中,干燥,灰化,在 1 000°C 灼烧 1 h,取出,置干燥器中冷至室温,称量。反复灼烧直至恒重。

用少量水湿润沉淀,加 2~3 滴硫酸(1+1),5~8 mL 氢氟酸,加热蒸发至近干后,取下稍冷,再加 3 mL 氢氟酸,加热蒸发至三氧化硫白烟逸尽,在 1 000°C 灼烧 10~15 min。取下,置干燥器中冷至室温,称量。反复灼烧直至恒重。将坩埚内残渣用 0.5 g 焦硫酸钾熔融,冷却,熔融物用热水溶解后合并于烧杯中。

为破坏动物胶,加入 10 mL 硝酸并煮沸 30 min,直至氮的氧化物气味消失。然后将溶液冷至室温并移至 250 mL 容量瓶中,用水稀释至标线,混匀。此为试样溶液(A),可用于测定铁、铝、钛、钙、镁和残留在溶液中的二氧化硅。

分取 10.00 mL 试样溶液(A)于 100 mL 烧杯中,加 5 mL 过硫酸铵溶液(100 g/L),加盖表面皿,加热至沸并保持 2 min(不可蒸干),取下稍冷,用水冲洗表面皿,将溶液移入 100 mL 容量瓶中,加水至约 50 mL。以下操作步骤同工作曲线的绘制。

5.2.1.5 结果计算

二氧化硅的百分含量(X_2)按式(2)计算:

$$X_2 = \frac{m_1 - m_2}{m} \times 100 + \frac{c \times n}{m \times 10^3} \times 100 \quad \dots\dots\dots(2)$$

式中： m_1 ——灼烧后未经氢氟酸处理的沉淀及坩埚的质量，g；
 m_2 ——用氢氟酸处理并经灼烧后残渣及坩埚的质量，g；
 c ——由工作曲线上查得的 100 mL 比色溶液中二氧化硅的含量，mg；
 n ——试样溶液的总体积与所分取试样溶液的体积之比；
 m ——试样的质量，g。

5.2.1.6 允许差

平行测定结果的允许差见表 3。

表 3

二氧化硅含量，%	允许差，%
<50	0.40
≥50	0.50

若平行测定结果之差在允许范围内，取其算术平均值为测定结果。否则，应重新测定。

5.2.2 聚环氧乙烷凝聚重量法——滤液钼蓝比色法(B 法)

5.2.2.1 方法提要

试样经碳酸钠熔融，在盐酸介质中用聚环氧乙烷凝聚析出硅酸，经过滤、灰化、灼烧、氢氟酸处理，硅以四氟化硅形式逸出。用钼蓝比色法测定滤液中残余的二氧化硅。

5.2.2.2 试剂与仪器

- 无水碳酸钠；
- 盐酸；
- 盐酸(1+1；2+98)；
- 聚环氧乙烷溶液(2.5 g/L)：称取 0.25 g 聚环氧乙烷于烧杯中，加 100 mL 水，浸泡一段时间后，搅拌使其溶解。加 2~3 滴盐酸(1+1)，贮存于塑料瓶中；
- 氢氟酸；
- 硫酸(1+1；1+4)；
- 钼酸铵溶液(50 g/L)；
- 抗坏血酸溶液(50 g/L)。用时配制；
- 二氧化硅标准溶液：配制方法同本标准 5.2.1.2；
- 水浴；
- 分光光度计。

5.2.2.3 工作曲线的绘制

同本标准 5.2.1.3。

5.2.2.4 分析步骤

称取 0.5 g(精确至 0.000 1 g)试样于铂坩埚中，加 3 g 无水碳酸钠，混匀，再覆盖 1 g 无水碳酸钠，盖好坩埚盖，置于高温炉中(或喷灯上)，逐渐升温到 950~1 000℃并保持 20~30 min，取出，旋转坩埚，使熔融物均匀地附着于坩埚内壁，冷却。以热水将熔块浸取于 150~250 mL 瓷蒸发皿中，盖上表面皿，从皿口徐徐加入 40 mL 盐酸(1+1)，待反应停止后，取下表面皿，用盐酸(1+1)洗净坩埚及盖，洗液合并于瓷蒸发皿中，用水冲洗表面皿及蒸发皿边缘处。将蒸发皿置于沸水浴上，加热蒸发至硅酸凝胶完全析出(体积约 10 mL)，加 15 mL 盐酸，在搅拌下加 5 mL 聚环氧乙烷溶液(2.5 g/L)，放置 5 min，用中速滤纸过滤，用热盐酸(2+98)洗涤沉淀 8~10 次，再用热水洗至无氯离子(用硝酸银溶液检验)，滤液及洗液盛接于 250 mL 容量瓶中。

将沉淀连同滤纸一起放入铂坩埚中，干燥，灰化，在 1 000℃灼烧 1 h，取出，置干燥器中冷至室温，称量。反复灼烧直至恒重。

用少量水湿润沉淀,加 2~3 滴硫酸(1+1),5~8 mL 氢氟酸。加热蒸发至近干后,取下稍冷,再加 3 mL 氢氟酸,加热蒸发至三氧化硫白烟逸尽,在 1 000℃灼烧 10~15 min,取下,置干燥器中冷至室温,称量。如此反复灼烧,直至恒重。

将坩埚内残渣用 0.5 g 焦硫酸钾熔融,冷后用热水溶解并合并于滤液中,冷却,用水稀释至标线,混匀。

准确分取 10.00 mL 上述溶液于 100 mL 容量瓶中,以下操作步骤同工作曲线的绘制。

5.2.2.5 结果计算

同本标准 5.2.1.5。

5.2.3 氟硅酸钾容量法(C 法)

5.2.3.1 方法提要

在有过量的氟、钾离子存在的强酸性溶液中,使硅酸形成氟硅酸钾(K_2SiF_6)沉淀。经过滤、洗涤及中和沉淀与滤纸上的残余酸后,加沸水使氟硅酸钾沉淀水解,生成定量的氢氟酸,然后以酚酞为指示剂,用氢氧化钠标准溶液进行滴定。

5.2.3.2 试剂

- a. 氢氧化钠:粒状;
- b. 硝酸;
- c. 盐酸;
- d. 盐酸(1+5);
- e. 氯化钾:研细后贮存备用;
- f. 氟化钾溶液(150 g/L):将 15 g 氟化钾($KF \cdot 2H_2O$)置于塑料杯中,加 50 mL 水溶解,加入 20 mL 硝酸,以水稀释至 100 mL,在搅拌下加氯化钾至饱和,放置 30 min,用快速滤纸过滤于塑料瓶中;
- g. 氯化钾溶液(50 g/L);
- h. 氯化钾-乙醇溶液(50 g/L):将 5 g 氯化钾溶于 50 mL 水中,加 50 mL 95% 的乙醇,混匀;
- i. 酚酞指示剂溶液(10 g/L):将 1 g 酚酞溶于 100 mL 95% 的乙醇中,用氢氧化钠溶液调至中性;
- j. 氢氧化钠标准溶液 [$c(NaOH) = 0.15 \text{ mol/L}$]:将 60 g 氢氧化钠溶于 10 L 水中,充分混匀,贮存于带胶塞(装有钠石灰干燥管)的塑料桶中或硬质玻璃瓶内。

标定方法:称取约 0.8 g(精确至 0.000 1 g)苯二钾酸氢钾于 400 mL 烧杯中,加入约 150 mL 新煮沸过的冷水(该冷水用氢氧化钠标准溶液中和至酚酞呈微红色),使其溶解。然后加入 6~7 滴酚酞指示剂,以氢氧化钠标准溶液滴定至微红色。

氢氧化钠标准溶液的摩尔浓度(c)按式(3)计算:

$$c = \frac{m \times 1\,000}{204.21 \times V} \quad \dots\dots\dots (3)$$

氢氧化钠标准溶液对二氧化硅的滴定度(T_{SiO_2})按式(4)计算,其值修约至四位小数:

$$T_{SiO_2} = c \times 15.02 \quad \dots\dots\dots (4)$$

式中: m ——苯二钾酸氢钾的质量, g;

204.21——苯二钾酸氢钾的分子量;

V ——滴定时消耗氢氧化钠标准溶液的体积, mL;

15.02——1/4 二氧化硅分子量;

T_{SiO_2} ——1 mL 氢氧化钠标准溶液相当于二氧化硅的质量, mg。

5.2.3.3 分析步骤

称取约 0.5 g(精确至 0.000 1 g)试样于银坩埚中,加数滴无水乙醇,8 g 氢氧化钠,盖上坩埚盖(应留

有较大空隙),放入高温炉中,从低温升起在 700~750℃熔融 1 h(中间取出坩埚摇动一次),取出冷却。将坩埚及盖放入盛有 150 mL 热水的烧杯中,待熔融物完全溶解,立即取出坩埚及盖并用热水冲洗。在搅拌下,一次加入 30 mL 盐酸、1 mL 硝酸。将坩埚及盖用盐酸(1+5)洗净,洗液合并于烧杯中。将烧杯置电炉上加热至微沸并保持 5~10 min。取下,待溶液冷至室温后,移入 250 mL 容量瓶中,用水稀释至标线,混匀。此为试样溶液(B)。保存该溶液供硅、铁、铝、钛、钙、镁等元素的测定。

分取 25.00 mL 试样溶液(B)于 300 mL 塑料烧杯中,加入 10~15 mL 硝酸,置塑料杯于冷水中冷却,加 10 mL 氟化钾溶液(150 g/L),于塑料棒搅拌下,加入氯化钾至饱和,置冷水中冷却并放置 20 min,用中速滤纸过滤,以氯化钾溶液(50 g/L)洗涤塑料杯与沉淀 3 次。将沉淀连同滤纸一起置于原塑料杯中,沿杯壁加入 10 mL 氯化钾-乙醇溶液(50 g/L)及 10 滴酚酞指示剂溶液(10 g/L),用氢氧化钠标准溶液($c(\text{NaOH})=0.15 \text{ mol/L}$)中和未洗净的酸,仔细搅动滤纸并随之擦洗杯壁,直至溶液呈红色不消失为止。然后加入 200 mL 沸水(已用氢氧化钠标准溶液中和至酚酞呈微红色),以 0.15 mol/L 氢氧化钠标准溶液滴定至微红色。

5.2.3.4 结果计算

二氧化硅的百分含量(X_3)按式(5)计算:

$$X_3 = \frac{T_{\text{SiO}_2} \times V \times n}{m \times 1\,000} \times 100 \quad \dots\dots\dots(5)$$

式中: T_{SiO_2} ——1 mL 氢氧化钠标准溶液相当于二氧化硅的质量,mg;

V ——滴定时消耗氢氧化钠标准溶液的体积,mL;

n ——试样溶液的总体积与所分取试样溶液的体积之比;

m ——试样的质量,g。

5.2.3.5 允许差

同本标准 5.2.1.6。

5.3 三氧化二铁的测定

5.3.1 邻菲罗啉比色法(A 法)

5.3.1.1 方法提要

用抗坏血酸将三价铁还原为二价铁,在 $\text{pH}>2.5$ 时,二价铁与邻菲罗啉生成桔红色络合物,用分光光度计于 510 nm 处测定其吸光度。

5.3.1.2 试剂与仪器

- a. 氢氧化铵(1+1);
- b. 盐酸(1+1);
- c. 对硝基酚指示剂(50 g/L);
- d. 盐酸羟胺溶液(50 g/L);
- e. 邻菲罗啉溶液(1 g/L):将 0.1 g 邻菲罗啉溶液溶解于 10 mL 乙醇中,加 90 mL 水混匀;
- f. 酒石酸溶液(100 g/L);
- g. 三氧化二铁标准溶液(1 mL 溶液含有 0.05 mg 三氧化二铁):准确称取 0.100 0 g 三氧化二铁(高纯试剂,预先在 950~1 000℃灼烧 1 h)于 300 mL 烧杯中,加入 50 mL 水,30 mL 盐酸(1+1)、2 mL 硝酸,低温加热至微沸,待完全溶解后,冷至室温,移入 2 000 mL 容量瓶中,加水稀释至标线,摇匀;
- h. 分光光度计。

5.3.1.3 工作曲线的绘制

准确分取 0.00,1.00,3.00,5.00,7.00 mL 三氧化二铁标准溶液(分别含有 0.00,0.05,0.15,0.25,0.35 mg 三氧化二铁),分别放入 100 mL 容量瓶中,用水稀释至约 50 mL,加 4 mL 酒石酸溶液(100 g/L),1~2 滴对硝基酚指示剂(5 g/L),滴加氢氧化铵溶液(1+1)至溶液呈黄色,随即滴加盐酸(1+1)至溶液由黄色刚变无色,加 4 mL 盐酸羟胺溶液(50 g/L),10 mL 邻菲罗啉溶液(1 g/L),用水稀

释至标线,混匀。放置 20 min,在分光光度计上,于波长 680 nm 处,用 10 mm 比色皿,以水作参比,测定溶液的吸光度。然后,以测得的吸光度为纵坐标,比色溶液的浓度为横坐标,绘制工作曲线。

5.3.1.4 分析步骤

准确分取 10.00 mL 按本标准 5.2.1.4 制备的试样溶液(A)或按本标准 5.2.3.3 制备的试样溶液(B)于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至约 50 mL,以下操作步骤同工作曲线的绘制。

5.3.1.5 结果计算

三氧化二铁的百分含量(X_4)按式(6)计算:

$$X_4 = \frac{c \times n}{m \times 1000} \times 100 \quad \dots\dots\dots(6)$$

式中: c ——由工作曲线上查得的 100 mL 比色溶液中三氧化二铁的含量,mg;

n ——试样溶液的总体积与所分取试样溶液的体积之比;

m ——试样的质量,g。

5.3.1.6 允许差

平行测定结果的允许差见表 4。

表 4

三氧化二铁含量, %	允许差, %
<0.5	0.05
≥0.5	0.10

若平行测定结果之差在允许范围内,取其算术平均值为测定结果,否则应重新测定。

5.3.2 EDTA 络合滴定法(B 法)

5.3.2.1 方法提要

在 pH1.8~2.0 及 60~70℃ 的溶液中,以磺基水杨酸钠为指示剂,用 EDTA 标准溶液滴定。

5.3.2.2 试剂

- a. 氢氧化铵溶液(1+1);
- b. 盐酸(1+1);
- c. 磺基水杨酸钠指示剂溶液(100 g/L);
- d. 精密试纸:pH0.5~5.0;
- e. 钙黄绿素-甲基百里香酚蓝-酚酞混合指示剂(简称 CMP):称取 1.000 0 g 钙黄绿素,1.000 0 g 甲基百里香酚蓝,0.200 0 g 酚酞与 50 g 在 105~110℃ 干燥 1 h 的硝酸钾研细混匀,保存于磨口瓶中;
- f. 氢氧化钾溶液(200 g/L):将 20 g 氢氧化钾用水溶解后稀释至 100 mL,贮存于塑料瓶中;
- g. 碳酸钙标准溶液:称取 0.6 g(精确至 0.000 1 g)已在 105~110℃ 干燥 2 h 的碳酸钙(高纯试剂),置于 400 mL 烧杯中,加入约 100 mL 水。盖上表面皿,沿杯口滴加盐酸(1+1)至碳酸钙全部溶解后,加热煮沸 3~5 min。取下冷至室温,移至 250 mL 容量瓶中,用水稀释至标线,混匀;
- h. 乙二胺四乙酸二钠(简称 EDTA)标准溶液[$c(\text{EDTA})=0.015 \text{ mol/L}$]:称取 56 g EDTA 于 1 000 mL 烧杯中,加 600 mL 水,加热溶解,冷却,过滤,用水稀至 1 000 mL。

标定方法:准确分取 25.00 mL 碳酸钙标准溶液于 400 mL 烧杯中,用水稀释至约 200 mL,加入适量 CMP 混合指示剂,在搅拌下滴加氢氧化钾溶液(200 g/L)至出现绿色荧光后再过量 1~2 mL,用 EDTA 标准溶液滴定至绿色荧光消失呈现红色。

EDTA 标准溶液对碳酸钙、三氧化二铁、三氧化二铝、氧化钙、氧化镁的滴定度按式(7)~式(11)计算,其值修约至四位小数:

$$T_{\text{CaCO}_3} = \frac{C \times V_1}{V_2} \quad \dots\dots\dots(7)$$

$$T_{\text{Fe}_2\text{O}_3} = \frac{C \times V_1}{V_2} \times \frac{M_{\text{Fe}_2\text{O}_3}}{2M_{\text{CaCO}_3}} = \frac{C \times V_1}{V_2} \times 0.7977 \quad \dots\dots\dots(8)$$

$$T_{\text{Al}_2\text{O}_3} = \frac{C \times V_1}{V_2} \times \frac{M_{\text{Al}_2\text{O}_3}}{2M_{\text{CaCO}_3}} = \frac{C \times V_1}{V_2} \times 0.5094 \quad \dots\dots\dots(9)$$

$$T_{\text{CaO}} = \frac{C \times V_1}{V_2} \times \frac{M_{\text{CaO}}}{M_{\text{CaCO}_3}} = \frac{C \times V_1}{V_2} \times 0.5603 \quad \dots\dots\dots(10)$$

$$T_{\text{MgO}} = \frac{C \times V_1}{V_2} \times \frac{M_{\text{MgO}}}{M_{\text{CaCO}_3}} = \frac{C \times V_1}{V_2} \times 0.4028 \quad \dots\dots\dots(11)$$

式中: T_{CaCO_3} ——1.00 mL EDTA 标准溶液相当于碳酸钙的质量, mg;

$T_{\text{Fe}_2\text{O}_3}$ ——1.00 mL EDTA 标准溶液相当于三氧化二铁的质量, mg;

$T_{\text{Al}_2\text{O}_3}$ ——1.00 mL EDTA 标准溶液相当于三氧化二铝的质量, mg;

T_{CaO} ——1.00 mL EDTA 标准溶液相当于氧化钙的质量, mg;

T_{MgO} ——1.00 mL EDTA 标准溶液相当于氧化镁的质量, mg;

C ——1.00 mL 碳酸钙标准溶液含有碳酸钙的质量, mg;

V_1 ——分取碳酸钙标准溶液的体积, mL;

V_2 ——标定时消耗 EDTA 标准溶液的体积, mL;

$M_{\text{Fe}_2\text{O}_3}$ ——三氧化二铁的分子量;

$M_{\text{Al}_2\text{O}_3}$ ——三氧化二铝的分子量;

M_{CaO} ——氧化钙的分子量;

M_{MgO} ——氧化镁的分子量;

M_{CaCO_3} ——碳酸钙的分子量。

5.3.2.3 分析步骤

准确分取 50.00 mL 按本标准 5.2.1.4 制备的试样溶液(A)或按本标准 5.2.3.3 制备的试样溶液(B)于 300 mL 烧杯中,加水稀释至约 100 mL,用氢氧化铵溶液(1+1)调节溶液 pH1.8~2.0,(用精密 pH 试纸检验)。将溶液加热至 70℃,加 10 滴磺基水杨酸钠指示剂溶液(100 g/L),用 EDTA 标准溶液 [$c(\text{EDTA})=0.015 \text{ mol/L}$]缓慢滴定至亮黄色(铁含量少时为无色),终点时的温度应不低于 60℃。

5.3.2.4 结果计算

三氧化二铁的百分含量(X_5)按式(12)计算:

$$X_5 = \frac{T_{\text{Fe}_2\text{O}_3} \times V \times n}{m \times 1000} \times 100 \quad \dots\dots\dots(12)$$

式中: $T_{\text{Fe}_2\text{O}_3}$ ——1.00 mL EDTA 标准溶液相当于三氧化二铁的质量, mg;

V ——滴定时消耗 EDTA 标准溶液的体积, mL;

n ——试样溶液的总体积与所分取试样溶液的体积之比;

m ——试样的质量, g。

5.3.2.5 允许差

平行测定结果的允许差见表 5。

表 5

三氧化二铁含量, %	允许差, %
<2.0	0.20
≥2.0	0.25

若平行测定结果之差在允许范围内,取其算术平均值为测定结果。否则,应重新测定。

5.4 三氧化二铝的测定

5.4.1 铜盐回滴法(A法)

5.4.1.1 方法提要

在滴定铁后的溶液中,加入对铝、钛过量的 EDTA 标准溶液,于 pH3.8~4.0,以 PAN 为指示剂,用硫酸铜标准溶液回滴过量的 EDTA。

5.4.1.2 试剂

- a. 氢氧化铵溶液(1+1);
- b. 乙酸-乙酸钠缓冲溶液(pH4.3):将 42.3 g 无水乙酸钠溶解于水中,加 80 mL 冰乙酸,然后加水稀释至 1 000 mL,混匀;
- c. 1-(2-吡啶偶氮)-2-萘酚(简称 PAN)指示剂溶液(2 g/L):将 0.2 g PAN 溶解于 100 mL 乙醇中;
- d. 硫酸铜标准溶液[$c(\text{CuSO}_4)=0.015 \text{ mol/L}$]:将 3.7 g 硫酸铜($\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$)溶解于水中,加 4~5 滴硫酸(1+1),用水稀释至 1 000 mL,混匀;
- e. 乙二胺四乙酸二钠(简称 EDTA)标准溶液[$c(\text{EDTA})=0.015 \text{ mol/L}$]配制及标定方法见本标准 5.3.2.2;

f. EDTA 标准溶液与硫酸铜标准溶液体积比的测定:从滴定管中缓慢放出 10.00~15.00 mL 0.015 mol/L EDTA 标准溶液于 400 mL 烧杯中,用水稀释至约 200 mL,加 15 mL 乙酸-乙酸钠缓冲溶液(pH4.3),然后加热至沸,取下,稍冷,加 4~5 滴 PAN 指示剂溶液,以硫酸铜标准溶液滴定至亮紫色。

EDTA 标准溶液与硫酸铜标准溶液的体积之比(K)按式(13)计算:

$$K = \frac{V_1}{V_2} \quad \dots\dots\dots(13)$$

式中: K ——1.00 mL 硫酸铜标准溶液相当于 EDTA 标准溶液的体积, mL;

V_1 ——EDTA 标准溶液的体积, mL;

V_2 ——滴定时消耗硫酸铜标准溶液的体积, mL。

5.4.1.3 分析步骤

在按本标准 5.3.2.3 滴定铁后的溶液中,准确加入 10.00~20.00 mL 0.015 mol/L EDTA 标准溶液,然后用水稀释至约 200 mL。将溶液加热至 70~80℃后,以氢氧化铵溶液(1+1)调节溶液 pH3.5~4.0,加 15 mL 乙酸-乙酸钠缓冲溶液(pH4.3),煮沸 2~3 min,取下稍冷,加 4~5 滴 PAN 指示剂溶液,以硫酸铜标准溶液滴定至亮紫色。

5.4.1.4 结果计算

三氧化二铝的百分含量(X_6)按式(14)计算:

$$X_6 = \frac{T_{\text{Al}_2\text{O}_3} \times (V_1 - KV_2) \times n}{m \times 1\,000} \times 100 - 0.64X_8 \quad \dots\dots\dots(14)$$

式中: $T_{\text{Al}_2\text{O}_3}$ ——1.00 mL EDTA 标准溶液相当于三氧化二铝的质量, mg;

V_1 ——加入 EDTA 标准溶液的体积, mL;

V_2 ——滴定时消耗硫酸铜标准溶液的体积, mL;

K ——1.00 mL 硫酸铜标准溶液相当于 EDTA 标准溶液的体积, mL;

n ——试样溶液的总体积与所分取试样溶液的体积之比;

m ——试样的质量, g;

0.64——二氧化钛对三氧化二铝的换算系数;

X_8 ——按本标准 5.5 条测得的二氧化钛的百分含量。

5.4.1.5 允许差

平行测定结果的允许差见表 6。

表 6

三氧化二铝含量, %	允许差, %
<2.0	0.20
≥2.0	0.25

若平行测定结果之差在允许范围内, 取其算术平均值为测定结果。否则, 应重新测定。

5.4.2 总量差减法(B)法

5.4.2.1 方法提要

加入对铁、铝、钛过量的 EDTA 标准溶液, 调节 pH=4, 煮沸, 以铜盐溶液回滴过量的 EDTA, 测得铁、铝、钛总量, 然后减去比色法测得的铁、钛含量(分别换算成三氧化二铝), 即为三氧化二铝的含量。

5.4.2.2 试剂

同本标准 5.4.1.2。

5.4.2.3 分析步骤

准确分取 50.00 mL 按本标准 5.2.1.4 制备的试样溶液(A)或按本标准 5.2.3.3 制备的试样溶液(B), 放入 400 mL 烧杯中, 加入 10.00~20.00 mL 0.015 mol/L EDTA 标准溶液, 然后用水稀释至约 200 mL, 以下操作步骤同本标准 5.4.1.3。

5.4.2.4 结果计算

三氧化二铝的百分含量(X_7)按式(15)计算:

$$X_7 = \frac{T_{\text{Al}_2\text{O}_3} \times (V_1 - KV_2) \times n}{m \times 1000} \times 100 - 0.64X_4 - 0.64X_8 \quad \dots\dots\dots(15)$$

式中: $T_{\text{Al}_2\text{O}_3}$ ——1.00 mL EDTA 标准溶液相当于三氧化二铝的质量, mg;

V_1 ——加入 EDTA 标准溶液的体积, mL;

V_2 ——滴定时消耗硫酸铜标准溶液的体积, mL;

K ——1.00 mL 硫酸铜标准溶液相当于 EDTA 标准溶液的体积, mL;

n ——试样溶液的总体积与所分取试样溶液的体积之比;

m ——试样的质量, g;

0.64——二氧化二铁、二氧化钛分别对三氧化二铝的换算系数;

X_4 ——按本标准 5.3.1 测得的三氧化铁的百分含量;

X_8 ——按本标准 5.5 条测得的二氧化钛的百分含量。

5.4.2.5 允许差

同本标准 5.4.1.5。

5.5 二氧化钛的测定

5.5.1 二安替比林甲烷法(A 法)

5.5.1.1 方法提要

在 $c(\text{HCl})=0.5\sim 1\text{ mol/L}$ 盐酸溶液中, TiO^{2+} 与二安替比林甲烷生成黄色络合物, 以分光光度计于波长 420 nm 处测定溶液的吸光度。

加抗坏血酸以消除 Fe^{3+} 的干扰; 加入乙醇消除经氢氧化钠-银坩埚熔样后在显色时的沉淀现象。

5.5.1.2 试剂与仪器

- a. 盐酸(1+2);
- b. 抗坏血酸溶液(10 g/L): 将 1 g 抗坏血酸溶解于 100 mL 水中, 过滤后使用(用时配制);
- c. 二安替比林甲烷溶液(30 g/L): 将 15 g 二安替比林甲烷溶解于 500 mL 盐酸(1+1)中, 过滤后使用;
- d. 二氧化钛标准溶液(甲)(1 mL 溶液含有 0.1 mg 二氧化钛): 准确称取 0.1 000 g 二氧化钛(高纯试剂或光谱纯, 已于 950~1 000℃ 灼烧 10 min)于铂坩埚中, 加入 2 g 焦硫酸钾。在喷灯上逐渐升温熔融至透明, 冷却, 用硫酸(1+9)浸出, 并加热至 50~60℃, 将熔块完全溶解后, 冷至室温, 移入 1 000 mL 容量瓶中, 以硫酸(1+9)稀释至标线, 混匀;
- e. 二氧化钛标准溶液(乙)(1 mL 溶液含有 0.02 mg 二氧化钛): 分取 100 mL 二氧化钛标准溶液(甲), 放入 500 mL 容量瓶中, 用硫酸(1+9)稀释至标线, 混匀;
- f. 分光光度计。

5.5.1.3 工作曲线的绘制

分别向 100 mL 容量瓶中放入 0.00, 1.00, 3.00, 5.00, 7.00, 9.00 mL 二氧化钛标准溶液(乙)(分别含有 0.00, 0.02, 0.06, 0.10, 0.14, 0.18 mg 二氧化钛), 依次加入 10 mL 盐酸(1+2)、10 mL 抗坏血酸溶液、5 mL 95% 的乙醇、20 mL 二安替比林甲烷溶液, 然后用水稀释至标线, 混匀。放置 40 min 后, 使用分光光度计, 10 mm 比色皿, 以水作参比, 于波长 420 nm 处测定溶液的吸光度。然后, 以测得的吸光度为纵坐标, 比色溶液的浓度为横坐标, 绘制工作曲线。

5.5.1.4 分析步骤

准确分取 25.00 mL 按本标准 5.2.1.4 制备的试样溶液(A)或按本标准 5.2.3.3 制备的试样溶液(B)放入 100 mL 容量瓶中, 加入 10 mL 盐酸(1+2)、10 mL 抗坏血酸溶液, 放置 5 min, 再加 5 mL 乙醇、20 mL 二安替比林甲烷溶液。以下操作步骤同工作曲线的绘制。

5.5.1.5 结果计算

二氧化钛的百分含量(X_s)按式(16)计算:

$$X_s = \frac{c \times n}{m \times 1\,000} \times 100 \quad \dots\dots\dots(16)$$

式中: c ——在工作曲线上查得的 100 mL 被测定溶液中二氧化钛的含量, mg;

n ——试样溶液的总体积与分取试样溶液的体积之比;

m ——试样的质量, g。

5.5.1.6 允许差

平行测定结果的允许差见表 7。

表 7

二氧化钛含量, %	允许差, %
<0.50	0.05
≥0.50	0.10

若平行测定结果之差在允许范围内, 取其算术平均值为测定结果。否则, 应重新测定。

5.5.2 过氧化氢比色法(B法)

5.5.2.1 方法提要

钛离子与过氧化氢在酸性介质中生成黄色络合物,以磷酸作掩蔽剂消除三价铁的干扰,以分光光度计于波长 420 nm 处测其溶液的吸光度。

5.5.2.2 试剂

- a. 硫酸(1+1;1+9);
- b. 磷酸(1+1);
- c. 过氧化氢溶液(1+9);
- d. 二氧化钛标准溶液(甲):配制方法同本标准 5.5.1.2;
- e. 二氧化钛标准溶液(乙):配制方法同本标准 5.5.1.2。

5.5.2.3 工作曲线的绘制

分别向 100 mL 容量瓶中加入 0.00, 1.00, 5.00, 10.00, 15.00, 20.00 mL 二氧化钛标准溶液(乙)(分别含有 0.00, 0.02, 0.10, 0.20, 0.30, 0.40 mg 二氧化钛),分别用水稀释至 50 mL,加 10 mL 硫酸(1+1)、2 mL 磷酸(1+1)和 5 mL 过氧化氢溶液(1+9),用水稀释至标线,混匀。使用分光光度计,3 cm 比色皿,以水作参比,于波长 420 nm 处测定溶液的吸光度。然后,以测得的吸光度为纵坐标,比色溶液的浓度为横坐标,绘制工作曲线。

5.5.2.4 分析步骤

准确分取 25.00 mL 按本标准 5.2.1.4 制备的试样溶液(A)或按本标准 5.2.3.3 制备的试样溶液(B)放入 100 mL 烧杯中,加 10 mL 硫酸(1+1),于通风橱内加热蒸发至产生三氧化硫白烟,取下冷却,加约 20 mL 水,用少量水冲洗杯壁,加热溶液至澄清,冷至室温,移入 100 mL 容量瓶中〔如使用试样溶液(B)时析出硅酸,则用中速滤纸过滤,适量热水洗涤〕。加 2 mL 磷酸(1+1)、5 mL 过氧化氢溶液(1+9),用水稀释至标线,混匀。以下分析步骤同工作曲线的绘制。

5.5.2.5 结果计算

同本标准 5.5.1.5。

5.5.2.6 允许差

同本标准 5.5.1.6。

5.6 氧化钙和氧化镁的测定

5.6.1 分离 R_2O_3 -EDTA 络合滴定法(A 法)

5.6.1.1 方法提要

用六次甲基四胺分离三氧化二物,在 pH13 使用钙指示剂和 pH10 使用酸性铬蓝 K-萘酚绿 B 混合指示剂,用 EDTA 标准溶液分别滴定钙和钙、镁含量。

5.6.1.2 试剂

- a. 盐酸(1+1);
- b. 氢氧化铵(1+1);
- c. 氢氧化钾溶液(200 g/L):称取 20 g 氢氧化钾于塑料杯中,加水溶解并稀释至 100 mL;
- d. 六次甲基四胺溶液(200 g/L);
- e. 盐酸羟胺溶液(50 g/L);
- f. 三乙醇胺溶液(1+1);
- g. 钙指示剂:将 1 g 钙指示剂与 50 g 已在 105~110℃干燥过的氯化钠研磨均匀,保存于棕色磨口瓶中;
- h. 酸性铬蓝 K-萘酚绿 B 混合指示剂(简写 K-B 混合指示剂):称取 1 g 酸性铬蓝 K($C_{16}H_7(OH)_3(NaSO_3)_2N$)与 2.5 g 萘酚绿 B 和 50 g 已在 105~110℃干燥过的硝酸钾混合研细,贮存于棕色磨口瓶中;
- i. EDTA 标准溶液($c(EDTA)=0.015$ mol/L):配制及标定方法同本标准 5.3.2.2;
- j. 氢氧化铵-氯化铵缓冲溶液(pH=10):将 67.6 g 氯化铵溶于 200 mL 水中,加 570 mL 氨水,用

水稀释至 1 000 mL。

5.6.1.3 分析步骤

准确分取两份 25.00 mL 按本标准 5.2.1.4 制备的试样溶液(A)或按本标准 5.2.3.3 制备的试样溶液(B),分别放入 300 mL 烧杯中,滴加氢氧化钾溶液(200 g/L)至出现沉淀,再加盐酸(1+1)至沉淀消失(此时 pH=4),加 10 mL 六次甲基四胺溶液(200 g/L),加热煮沸,取下稍冷,用快速定性滤纸过滤,以热水洗涤 8~10 次,滤液及洗液盛接于 400 mL 烧杯中,滴加 4~5 滴盐酸羟胺溶液(50 g/L),5~6 滴三乙醇胺溶液(1+1),用水稀释至约 200 mL。

氧化钙的测定:于其中一杯滤液中滴加氢氧化钾溶液(200 g/L)至溶液 pH=12~13,过量 2 mL,加入适量钙指示剂,用 0.015 mol/L EDTA 标准溶液滴定至纯蓝色为终点。

氧化钙、氧化镁含量的测定:于另一杯滤液中滴加氢氧化铵溶液(1+1)至溶液 pH 约为 10,加入 10 mL 氢氧化铵-氯化铵缓冲溶液和适量酸性铬蓝 K-萘酚绿 B 混合指示剂,用 0.015 mol/L EDTA 标准溶液滴定,溶液由酒红色突变为蓝色为终点。

5.6.1.4 结果计算

氧化钙的百分含量(X_9)按式(17)计算,氧化镁的百分含量(X_{10})按式(18)计算:

$$X_9 = \frac{T_{\text{CaO}} \times V_1 \times n}{m \times 1\,000} \times 100 \quad \dots\dots\dots(17)$$

$$X_{10} = \frac{T_{\text{MgO}} \times (V_2 - V_1) \times n}{m \times 1\,000} \times 100 \quad \dots\dots\dots(18)$$

式中: T_{CaO} ——1.00 mL EDTA 标准溶液相当于氧化钙的质量,mg;

T_{MgO} ——1.00 mL EDTA 标准溶液相当于氧化镁的质量,mg;

V_1 ——滴定钙所消耗 EDTA 标准溶液的体积,mL;

V_2 ——滴定钙、镁含量所消耗 EDTA 标准溶液的体积,mL;

n ——试样溶液的总体积与所分取试样溶液的体积之比;

m ——试样的质量,g。

5.6.1.5 允许差

平行测定结果的允许差见表 8。

表 8

氧化钙含量, %	允许差, %	氧化镁含量, %	允许差, %
<3.00	0.25	<25.00	0.30
≥3.00	0.30	≥25.00	0.35

若平行测定结果之差在允许范围内,取其算术平均值为测定结果。否则,应重新测定。

5.6.2 不分离 R_2O_3 -EDTA 络合滴定法(B 法)

5.6.2.1 方法提要

在 pH13 以上的强碱性溶液中,以三乙醇胺为掩蔽剂,用 CMP 混合指示剂,以 EDTA 标准溶液直接滴定钙。

在 pH10 的溶液中,以酒石酸钾钠、三乙醇胺为掩蔽剂,用 K-B 混合指示剂,以 EDTA 标准溶液滴定钙、镁总量。

预先在酸性溶液中加入适量氟化钾,以抑制硅酸的干扰。

5.6.2.2 试剂

- 三乙醇胺(1+2);
- 氢氧化钾溶液(200 g/L);

- c. CMP 混合指示剂:配制方法同本标准 5.3.2.2;
- d. 氟化钾溶液(20 g/L):将 2 g 氟化钾($\text{KF} \cdot 2\text{H}_2\text{O}$)溶于 100 mL 水中,贮存在塑料瓶中;
- e. 氢氧化铵溶液(1+1);
- f. 氢氧化铵-氯化铵缓冲溶液($\text{pH}=10$):配制方法同本标准 5.6.1.2;
- g. 酒石酸钾钠溶液(100 g/L);
- h. K-B 混合指示剂:配制方法同本标准 5.6.1.2;
- i. EDTA 标准溶液 [$c(\text{EDTA})=0.015 \text{ mol/L}$]:配制及标定方法同本标准 5.3.2.2。

5.6.2.3 分析步骤

5.6.2.3.1 氧化钙的分析步骤

准确分取 25.00 mL 按本标准 5.2.1.4 制备的试样溶液(A),放入 400 mL 烧杯中,用水稀释至约 250 mL。加 5 mL 三乙醇胺(1+2)及适量 CMP 混合指示剂。在搅拌下加入氢氧化钾溶液(200 g/L),至出现绿色荧光后再过量 5~8 mL(此时溶液的 pH 在 13 以上),用 0.015 mol/L 的 EDTA 标准溶液滴定至绿色荧光消失并呈现红色。

或准确分取 25.00 mL 按本标准 5.2.3.3 制备的试样溶液(B),放入 400 mL 烧杯中,加入 15 mL 氟化钾溶液(20 g/L),搅拌并放置 2 min 以上,然后用水稀释至约 250 mL。加 5 mL 三乙醇胺(1+2)及适量 CMP 混合指示剂,在搅拌下加入氢氧化钾溶液(200 g/L),至出现绿色荧光后再过量 5~8 mL,用 0.015 mol/L EDTA 标准溶液滴定至绿色荧光消失并呈现红色。

5.6.2.3.2 氧化镁的分析步骤

准确分取 25.00 mL 按本标准 5.2.1.4 制备的试样溶液(A),放入 400 mL 烧杯中,用水稀释至约 250 mL。加 1 mL 酒石酸钾钠溶液(100 g/L)、5 mL 三乙醇胺溶液(1+1),搅拌,然后加入 20 mL 氢氧化铵-氯化铵缓冲溶液($\text{pH}=10$)及适量 K-B 混合指示剂,以 0.015 mol/L EDTA 标准溶液滴定,近终点时应缓慢滴定至纯蓝色。

或准确分取 25.00 mL 按本标准 5.2.3.3 制备的试样溶液(B),放入 400 mL 烧杯中,加入 15 mL 氟化钾溶液(20 g/L),搅拌并放置 2 min 以上,加水稀释至约 250 mL,加 1 mL 酒石酸钾钠溶液(100 g/L)、5 mL 三乙醇胺溶液(1+2),搅拌,然后加入 20 mL 氢氧化铵-氯化铵缓冲溶液($\text{pH}=10$)及适量 K-B 混合指示剂,以 0.015 mol/L EDTA 标准溶液滴定,近终点时应缓慢滴定至纯蓝色。

5.6.2.4 结果计算

同本标准 5.6.1.4。

5.6.2.5 允许差

同本标准 5.6.1.5。

5.7 氧化钾和氧化钠的测定(火焰光度法)

5.7.1 方法提要

试样用氢氟酸-硫酸分解并除去硅酸后,残渣用热水浸取。以氨水和碳酸铵分离铁、铝、钙、镁。滤液中的钾、钠以火焰光度法测定。

当试样溶液经火焰光度计的雾化装置化为细雾、送入喷灯的火焰中时,钾、钠原子被火焰的热能所激发,产生特征谱线,其谱线强度与元素含量在一定范围内呈直线关系,因此可采用相应的滤色片分离出被测元素的特征谱线。该特征谱线投射在光电池上,所产生的光电流可用检流计测量,从而测得钾、钠的含量。

5.7.2 试剂与仪器

- a. 乙醇(95%);
- b. 氢氟酸;
- c. 硫酸(1+1);
- d. 甲基红指示剂溶液(2 g/L):将 0.2 g 甲基红溶解于 100 mL 乙醇中;

e. 氢氧化铵溶液(1+1);

f. 碳酸铵溶液(50 g/L):用时配制;

g. 盐酸(1+1);

h. 氧化钾、氧化钠混合标准溶液(1 mL 溶液含有 0.1 mg 氧化钾、0.1 mg 氧化钠):准确称取 0.158 4 g 氯化钾和 0.188 6 g 氯化钠(光谱纯,已在 130~140℃干燥 2 h),置于烧杯中,加水溶解后,移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至标线,混匀;

i. 火焰光度计。

5.7.3 工作曲线的绘制

分别向 100 mL 容量瓶中注入 0.00,1.00,2.00,3.00,4.00,5.00 mL 氧化钾、氧化钠混合标准溶液(分别含有 0.00,0.10,0.20,0.30,0.40,0.50 mg 氧化钾和氧化钠),用水稀释至标线,混匀。然后分别于火焰光度计上按仪器使用规程进行测定,根据测得的读数与溶液浓度的关系,分别绘制氧化钾、氧化钠的工作曲线。

5.7.4 分析步骤

称取 0.3~0.4 g(精确至 0.000 1 g)试样于铂(或金)皿中,加入数滴乙醇使试样湿润,加约 1 mL 水使试样分散,加 2 mL 硫酸(1+1)、10 mL 氢氟酸。加热蒸发,近干时摇动铂皿以防溅失,待氢氟酸驱尽后,逐渐升高温度,直至三氧化硫白烟逸尽。取下稍冷,加入约 50 mL 热水,加 1 滴甲基红指示剂溶液(2 g/L),搅拌,用氢氧化铵溶液(1+1)中和至黄色,再加 10 mL 碳酸铵溶液(50 g/L),加热至微沸并保持 20 min,用快速滤纸过滤,以热水洗涤皿及沉淀 5~6 次,滤液及洗液盛于 100 mL 容量瓶中,冷至室温后,滴加盐酸(1+1)至溶液呈微红色,用水稀释至标线,混匀。用火焰光度计按仪器操作规程分别测定氧化钾和氧化钠的发射光谱强度。

5.7.5 结果计算

氧化钾的百分含量(X_{11})按式(19)及氧化钠的百分含量(X_{12})按式(20)计算:

$$X_{11} = \frac{c_1}{m \times 1\,000} \times 100 \quad \dots\dots\dots(19)$$

$$X_{12} = \frac{c_2}{m \times 1\,000} \times 100 \quad \dots\dots\dots(20)$$

式中: c_1 ——在工作曲线上查得 100 mL 被测定溶液中氧化钾的含量,mg;

c_2 ——在工作曲线上查得 100 mL 被测定溶液中氧化钠的含量,mg;

m ——试样的质量,g。

5.7.6 允许差

平行测定结果的允许差见表 9。

表 9

氧化钾含量, %	允许差, %	氧化钠含量, %	允许差, %
<0.10	0.02	<0.10	0.02
≥0.10	0.03	≥0.10	0.03

若平行测定结果之差在允许范围内,取其算术平均值为测定结果。否则,应重新测定。

5.8 盐酸不溶物的测定

5.8.1 方法提要

定量试样与定量盐酸在沸水浴上加热一定时间,将其不溶物过滤,洗涤,称量。

5.8.2 试剂

a. 盐酸(1+3);