



中华人民共和国国家标准

GB/T 1549—94

钠钙硅铝硼玻璃化学分析方法

Methods of chemical analysis of soda-
lime-alumina and borosilicate glass

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

钠钙硅铝硼玻璃化学分析方法

Methods of chemical analysis of
soda-lime-alumina and borosilicate glass

GB/T 1549—94

代替 GB 1549—79
GB 7558—87

1 主题内容与适用范围

本标准规定了钠钙硅铝硼玻璃的化学分析方法。

本标准适用于钠钙硅铝硼玻璃如中碱玻璃、无碱玻璃及类似组成玻璃的化学分析。

2 引用标准

GB 1347 钠钙硅玻璃化学分析方法

3 一般规定

3.1 对同一测定对象,有些规定了不同的测定方法,可根据实际情况任选一种。有争议时,以 I 法为仲裁法。

3.2 化学分析用的天平应准确至 0.000 1 g;天平与砝码应定期进行检定。“恒重”系指连续两次称重之差不大于 0.000 2 g。

3.3 分析用的滴定管、容量瓶、移液管应进行校正;所用仪器、设备应定期检定。

3.4 分析试样应于 105~110℃烘箱中烘干不少于 1 h,在干燥器中冷却至室温后称量。

3.5 分析用水应为蒸馏水或去离子水;所用试剂应为分析纯或优级纯;用于标定的试剂除另有说明外,应为基准试剂。标准溶液应定期标定。在进行分析时应作空白试验。

4 试样制备

试样经清洗、烘干、炸碎、缩分、研磨至通过 80 μm 孔径筛,贮于称量瓶中备用。制备过程应避免引入杂质。

5 分析方法

5.1 二氧化硅的测定

5.1.1 重量法——分光光度法 (I 法)

5.1.1.1 方法提要

试料用碳酸钠熔融,以盐酸浸出后蒸干,再用盐酸溶解,过滤并将沉淀灼烧,然后用氢氟酸处理,其前后的质量差即为沉淀的二氧化硅量。用硅钼蓝分光光度法测定滤液中残余的二氧化硅量。两者相加得二氧化硅的含量。

5.1.1.2 试剂与仪器

a. 无水碳酸钠:固体;

b. 氢氟酸:40%;

国家技术监督局 1994-12-22 批准

1995-08-01 实施

中华人民共和国国家标准

钠钙硅铝硼玻璃化学分析方法

Methods of chemical analysis of
soda-lime-alumina and borosilicate glass

GB/T 1549—94

代替 GB 1549—79
GB 7558—87

1 主题内容与适用范围

本标准规定了钠钙硅铝硼玻璃的化学分析方法。

本标准适用于钠钙硅铝硼玻璃如中碱玻璃、无碱玻璃及类似组成玻璃的化学分析。

2 引用标准

GB 1347 钠钙硅玻璃化学分析方法

3 一般规定

3.1 对同一测定对象,有些规定了不同的测定方法,可根据实际情况任选一种。有争议时,以 I 法为仲裁法。

3.2 化学分析用的天平应准确至 0.000 1 g;天平与砝码应定期进行检定。“恒重”系指连续两次称重之差不大于 0.000 2 g。

3.3 分析用的滴定管、容量瓶、移液管应进行校正;所用仪器、设备应定期检定。

3.4 分析试样应于 105~110℃烘箱中烘干不少于 1 h,在干燥器中冷却至室温后称量。

3.5 分析用水应为蒸馏水或去离子水;所用试剂应为分析纯或优级纯;用于标定的试剂除另有说明外,应为基准试剂。标准溶液应定期标定。在进行分析时应作空白试验。

4 试样制备

试样经清洗、烘干、炸碎、缩分、研磨至通过 80 μm 孔径筛,贮于称量瓶中备用。制备过程应避免引入杂质。

5 分析方法

5.1 二氧化硅的测定

5.1.1 重量法——分光光度法 (I 法)

5.1.1.1 方法提要

试料用碳酸钠熔融,以盐酸浸出后蒸干,再用盐酸溶解,过滤并将沉淀灼烧,然后用氢氟酸处理,其前后的质量差即为沉淀的二氧化硅量。用硅钼蓝分光光度法测定滤液中残余的二氧化硅量。两者相加得二氧化硅的含量。

5.1.1.2 试剂与仪器

a. 无水碳酸钠:固体;

b. 氢氟酸:40%;

$$X_1 = \left(\frac{m_1 - m_2}{m} + \frac{V \times c \times 10}{m \times 1\,000} \right) \times 100 \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中： m_1 ——灼烧后未经氢氟酸处理的沉淀及坩埚质量，g；

m_2 ——经氢氟酸处理灼烧后的残渣及坩埚质量，g；

V ——试料比色溶液的体积，mL；

c ——工作曲线上查得试料比色溶液中二氧化硅的浓度，mg/mL；

m ——试料的质量，g。

所得结果应表示至二位小数。

5.1.2 氟硅酸钾容量法（Ⅱ法）

5.1.2.1 方法提要

试料经碱熔融，加入硝酸生成游离硅酸，与过量的钾、氟离子作用，定量生成氟硅酸钾沉淀。沉淀在热水中水解，生成氢氟酸，用氢氧化钠标准滴定溶液滴定，求得二氧化硅的含量。

5.1.2.2 试剂

a. 氢氧化钾：固体；

b. 氯化钾：固体；

c. 邻苯二甲酸氢钾：固体；

d. 乙醇：95%；

e. 硝酸：密度 1.42g/mL；

f. 硝酸：1+1；

g. 氯化钾溶液：50 g/L；

h. 氯化钾乙醇溶液：50 g 氯化钾溶于 500 mL 水中，加入 500 mL 乙醇，摇匀；

i. 氟化钾溶液：15 g 氟化钾置于塑料杯中，加入 80 mL 水和 20 mL 硝酸(5.1.2.2e)使其溶解，加氯化钾至饱和。放置过夜，过滤到塑料瓶中；

j. 氢氧化钠标准滴定溶液： $c(\text{NaOH})=0.15 \text{ mol/L}$ 。

30 g 氢氧化钠置于 500 mL 塑料杯中，加入 200~300 mL 水溶解，移入 5 L 下口瓶中，用水稀释至约 5 L，摇匀。加入 2.5~3 g 氯化钡，摇匀。放置数小时后再加入 2~3 g 硫酸钠，摇匀。瓶盖装上钠石灰管。静置过夜，待标定；

氢氧化钠标准滴定溶液的标定：

称取约 0.7 g 邻苯二甲酸氢钾，精确至 0.000 1g，置于 300 mL 烧杯中，加入 150 mL 经煮沸，冷却、中和过的水，搅拌使其溶解，加入 15 滴酚酞指示剂，用氢氧化钠标准滴定溶液滴定至微红色。

氢氧化钠标准滴定溶液的实际浓度 $c(\text{mol/L})$ 按式(2)计算：

$$c = \frac{m}{V \times 0.204\,2} \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中： m ——邻苯二甲酸氢钾的质量，g；

V ——消耗氢氧化钠标准滴定溶液的体积，mL；

0.204 2——与 1.00 mL 氢氧化钠标准滴定溶液 [$c(\text{NaOH})=1.000 \text{ mol/L}$] 相当的，以克表示的邻苯二甲酸氢钾的质量。

k. 酚酞指示剂：10 g/L 乙醇溶液(中和至微红色)。

5.1.2.3 分析步骤

称取约 0.1 g 试样，精确至 0.000 1 g，置于镍坩埚中。加入 2 g 左右氢氧化钾，盖上坩埚盖并稍留缝隙，置低温电炉上熔融，摇动坩埚，继续升高温度熔融 15 min，旋转坩埚，使熔融物均匀地附着于坩埚内壁，冷却。用热水浸取熔融物于 300 mL 塑料杯中，盖上表面皿，一次加入 15 mL 硝酸(5.1.2.2e)，再用

少量硝酸(5.1.2.2f)和水洗净坩埚,控制溶液体积在 60 mL 左右,冷却至室温(最好冷至 15~25℃)。在搅拌下加入氯化钾(5.1.2.2b)至过饱和,加入 10 mL 氯化钾溶液,用塑料棒搅拌,放置 7~10 min。用塑料(或涂蜡的玻璃)漏斗以快速定性滤纸过滤,用氯化钾溶液(5.1.2.2g)洗涤塑料杯 2~3 次,再洗涤滤纸 2 次。将滤纸和沉淀置于原塑料杯中,加入 10 mL 氯化钾乙醇溶液(5.1.2.2h)及 1 mL 酚酞指示剂,用氢氧化钠标准滴定溶液中和残余酸,仔细搅拌滤纸,擦洗杯壁,直至试液呈现微红色不消失。加入约 250 mL 中和过的沸水,立即以氢氧化钠标准滴定溶液滴定至微红色。

二氧化硅的百分含量(X_1)按式(3)计算:

$$X_1 = \frac{V \times c \times 0.015\ 02 \times 100}{m} = \frac{V \times c \times 1.502}{m} \dots\dots\dots(3)$$

式中: V ——消耗氢氧化钠标准滴定溶液的体积, mL;

c ——氢氧化钠标准滴定溶液的实际浓度, mol/L;

m ——试料的质量, g;

0.015 02——与 1.00 mL 氢氧化钠标准滴定溶液 [$c(\text{NaOH})=1.000\text{ mol/L}$] 相当的,以克表示的二氧化硅的质量。

所得结果应表示至二位小数。

5.2 三氧化二硼的测定

5.2.1 方法提要

试料经碱熔融和酸中和后,溶液中的硼均转变为硼酸盐,加入碳酸钙,使硼形成更易溶于水的硼酸钙与其他杂质元素分离。加入甘露醇,使硼酸定量地转变为离解度较强的醇硼酸,以酚酞为指示剂,用氢氧化钠标准滴定溶液滴定。

5.2.2 试剂

- a. 氢氧化钠:固体;
- b. 碳酸钙:固体;
- c. 甘露醇:固体;
- d. 盐酸:1+1;
- e. 氢氧化钠标准滴定溶液: $c(\text{NaOH})=0.15\text{ mol/L}$,采用 5.1.2.2j;
- f. 甲基红指示剂:2 g/L 乙醇溶液;
- g. 酚酞指示剂:采用 5.1.2.2k。

5.2.3 分析步骤

称取约 0.5 g 试样,精确至 0.000 1g,置于镍坩埚中。加入氢氧化钠 3~4 g,盖上坩埚盖,置电炉上加热,待熔化后,摇动坩埚,再熔融约 20 min,旋转坩埚,使熔融物均匀地附着于坩埚内壁,冷却。用热水浸取熔块于 250 mL 烧杯中,滴加盐酸中和,加入 1~2 滴甲基红指示剂,继续滴加盐酸至溶液呈红色。再过量 1~2 滴。缓慢加入碳酸钙至红色消失,加盖表面皿,置低温电炉上微沸 10 min。趁热用快速定性滤纸过滤,用热水洗涤烧杯及沉淀 9~10 次,将滤液及洗液承接于 250 mL 烧杯中。

滴加盐酸使滤液刚呈红色,置电炉上微沸,浓缩至体积约 100 mL,取下,迅速冷却。用氢氧化钠标准滴定溶液中和至溶液刚变黄色(不记读数)。加入约 1 g 甘露醇,10 滴酚酞指示剂,用氢氧化钠标准滴定溶液滴定至溶液呈微红色,再加 1 g 甘露醇,若红色消失,继续用氢氧化钠标准滴定溶液滴定,如此反复,直至加入甘露醇后试液红色不消失为终点。

三氧化二硼的百分含量(X_2)按式(4)计算:

$$X_2 = \frac{V \times c \times 0.034\ 81 \times 100}{m} = \frac{V \times c \times 3.481}{m} \dots\dots\dots(4)$$

式中: V ——消耗氢氧化钠标准滴定溶液的体积, mL;

c ——氢氧化钠标准滴定溶液的实际浓度, mol/L;

m ——试料的质量, g;

0.034 81——与 1.00 mL 氢氧化钠标准滴定溶液 [$c(\text{NaOH})=1.000 \text{ mol/L}$] 相当的, 以克表示的三氧化二硼的质量。

所得结果应表示至二位小数。

5.3 总铁的测定

5.3.1 化学还原分光光度法(I 法)

5.3.1.1 方法提要

试料经硫酸和氢氟酸溶解后, 调节溶液 pH 值, 用盐酸羟胺将铁(Ⅲ)还原为铁(Ⅱ), 邻菲罗啉显色分光光度法测定总铁含量。

5.3.1.2 试剂与仪器

- a. 氢氟酸: 40%;
- b. 硫酸: 1+1;
- c. 盐酸: 1+1;
- d. 氨水: 1+1;
- e. 酒石酸溶液: 100 g/L;
- f. 盐酸羟胺溶液: 100 g/L;
- g. 邻菲罗啉($\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$)溶液: 1 g/L, 贮于棕色瓶中, 避光保存;
- h. 三氧化二铁标准溶液: 称取 $0.100 0 \pm 0.000 1 \text{ g}$ 预先经 400°C 灼烧半小时的三氧化二铁于烧杯中, 加入 20 mL 盐酸, 加热溶解, 冷却。移入 1 L 容量瓶中, 用水稀释至标线, 摇匀。此溶液 0.1 mg/mL ;
- i. 三氧化二铁稀标准溶液: 取 50.00 mL 三氧化二铁标准溶液, 于 100 mL 容量瓶中, 用水稀释至标线, 摇匀。此溶液 0.05 mg/mL ;
- j. 对硝基酚指示剂: 采用 5.1.1.2o;
- k. 分光光度计。

5.3.1.3 三氧化二铁工作曲线的绘制

于一组 100 mL 容量瓶中, 加入 50 mL 水, 分别加入 0.00, 1.00, 2.00, 4.00, 6.00, 8.00 mL 三氧化二铁稀标准溶液, 加入 5 mL 酒石酸溶液和 1~2 滴对硝基酚指示剂, 滴加氨水至溶液呈现黄色, 随即滴加盐酸至溶液刚变无色。此时 pH 值近似为 5。加入 2 mL 盐酸羟胺溶液、100 mL 邻菲罗啉溶液, 用水稀释至标线。摇匀。放置 20 min 后, 于分光光度计上, 用 10 mm 比色皿, 以试剂空白作参比, 在波长 510 nm 处测定标准比色溶液的吸光度。按测得的吸光度与标准比色溶液浓度的关系绘制工作曲线。

5.3.1.4 分析步骤

称取约 0.5 g 试样, 精确至 $0.000 1 \text{ g}$, 置于铂皿中。用少量水润湿, 加入 1~2 mL 硫酸和 10 mL 氢氟酸, 置电炉上低温加热蒸发至近干, 升高温度直至三氧化硫白烟驱尽, 冷却。加入 4~5 mL 盐酸和 10~15 mL 水, 置电炉上低温加热至残渣完全溶解, 冷却后, 移入 250 mL 容量瓶中, 用水稀释至标线, 摇匀。此为试液(A)。供测定三氧化二铁、二氧化钛、三氧化二铝、氧化钙和氧化镁之用。

取试液(A) 25.00 mL, 于已加入约 30 mL 水的 100 mL 容量瓶中, 加入 5 mL 酒石酸溶液……以下按 5.3.1.3 条步骤进行。从工作曲线上查得试料比色溶液中三氧化二铁的浓度。

总铁(以三氧化二铁表示)的百分含量(X_3)按式(5)计算:

$$X_3 = \frac{V \times c \times 10 \times 100}{m \times 1\,000} = \frac{V \times c}{m} \dots\dots\dots (5)$$

式中: V ——试料比色溶液的体积, mL;

c ——工作曲线上查得试料比色溶液中三氧化二铁的浓度, mg/mL;

m ——试料的质量, g。

所得结果应表示至二位小数。

5.3.2 光化学还原分光光度法(Ⅱ法)

5.3.2.1 方法提要

试料经硫酸和氢氟酸溶解后,加入缓冲溶液和邻菲罗啉显色剂,置光化学测铁反应箱内还原显色,分光光度法测定总铁含量。

5.3.2.2 试剂与仪器

- a. 氢氟酸:40%;
- b. 硫酸:1+1;
- c. 盐酸:1+1;
- d. 柠檬酸三钠溶液:100 g/L;
- e. 乙酸-乙酸钠缓冲溶液:270 g 乙酸钠($\text{CH}_3\text{COONa} \cdot 3\text{H}_2\text{O}$)溶于 500 mL 水中,加冰乙酸 60 mL,用水稀释至 1 L,摇匀,此溶液 pH $\approx$ 5;
- f. 邻菲罗啉溶液:采用 5.3.1.2g;
- g. 三氧化二铁标准溶液:采用 5.3.1.2h;
- h. 三氧化二铁稀标准溶液:采用 5.3.1.2i;
- i. 光化学测铁反应箱:电压 220 V,光源 250 W 特制钨灯;
- j. 分光光度计。

5.3.2.3 三氧化二铁工作曲线的绘制

于一组 100 mL 容量瓶中,加入约 50 mL 水,分别加入 0.00,1.00,2.00,4.00,6.00,8.00 mL 三氧化二铁稀标准溶液,加入 5 mL 柠檬酸三钠溶液和 5 mL 乙酸-乙酸钠缓冲溶液。此时溶液 pH $\approx$ 5。加入 10 mL 邻菲罗啉溶液,用水稀释至标线,摇匀。置光化学测铁反应箱中照光 20~25 min,取出冷却至室温。于分光光度计上,用 10 mm 比色皿,以试剂空白作参比,在波长 510 nm 处测定标准比色溶液的吸光度。按测得的吸光度与标准比色溶液浓度的关系绘制工作曲线。

5.3.2.4 分析步骤

称取约 0.5 g 试样,精确至 0.000 1 g,置于铂皿中……以下按 5.3.1.4 条步骤进行。此为试液(A)。供测定三氧化二铁、二氧化钛、三氧化二铝、氧化钙和氧化镁之用。

取试液(A)25.00 mL,于已加入约 30 mL 水的 100 mL 容量瓶中,加入 5 mL 柠檬酸三钠溶液……以下按 5.3.2.3 条步骤进行。从工作曲线上查得试料比色溶液中三氧化二铁的浓度。

总铁(以三氧化二铁表示)的百分含量(X_3)按 5.3.1.4 条公式计算。

5.4 二氧化钛的测定

5.4.1 方法提要

在盐酸酸性溶液中,用抗坏血酸消除铁(Ⅲ)的干扰,以二安替比林甲烷为显色剂,分光光度法测定二氧化钛含量。

5.4.2 试剂与仪器

- a. 硫酸:1+1;
- b. 盐酸:1+1;
- c. 抗坏血酸溶液:10 g/L,用时现配;
- d. 二安替比林甲烷溶液:3 g 二安替比林甲烷溶于 100 mL $c(\text{HCl})=1$ mol/L 盐酸中,过滤后使用;
- e. 二氧化钛标准溶液:称取 0.100 0 $\pm$ 0.000 1 g 预先经 800~950℃灼烧 1 h 的二氧化钛,置于铂

坩埚中,加入约 3 g 焦硫酸钾,先在低温电炉上熔化,再移至喷灯上熔融至透明状态,冷却。用 20 mL 热硫酸浸取熔块于预先盛有 80 mL 硫酸的烧杯中,加热溶解,冷却。移入 1 L 容量瓶中,用水稀释至标线,摇匀。此溶液 0.1 mg/mL;

f. 二氧化钛稀标准溶液:取 50.00 mL 二氧化钛标准溶液于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至标线,摇匀。此溶液 0.05 mg/mL;

g. 分光光度计。

5.4.3 二氧化钛工作曲线的绘制

于一组 100 mL 容量瓶中,分别加入 0.00,1.00,2.00,4.00,6.00,8.00 mL 二氧化钛稀标准溶液,加入 10 mL 盐酸,10 mL 抗坏血酸溶液、20 mL 二安替比林甲烷溶液,用水稀释至标线,摇匀。放置 40 min 后,于分光光度计上,用 10 mm 比色皿,以试剂空白作参比。在波长 420 nm 处测定标准比色溶液的吸光度,按测得的吸光度与标准比色溶液浓度的关系绘制工作曲线。

5.4.4 分析步骤

取试液(A)25.00 mL 于 100 mL 容量瓶中,加入 10 mL 盐酸……以下按 5.4.3 条步骤进行。从工作曲线上查得试料比色溶液中二氧化钛的浓度。

二氧化钛的百分含量(X_4)按式(6)计算:

$$X_4 = \frac{V \times c \times 10 \times 100}{m \times 1\,000} = \frac{V \times c}{m} \dots\dots\dots (6)$$

式中: V ——试料比色溶液的体积, mL;

c ——标准曲线上查得试料比色溶液中二氧化钛的浓度, mg/mL;

m ——试料的质量, g。

所得结果应表示至二位小数。

5.5 三氧化二铝的测定

5.5.1 乙酸锌反滴定法(I 法)

5.5.1.1 方法提要

在微酸性溶液中,铝、铁和钛与过量乙二胺四乙酸二钠(EDTA)经加热定量生成稳定的配合物,然后以二甲酚橙为指示剂,用乙酸锌标准滴定溶液回滴过量的 EDTA,得铝、铁、钛含量,差减后得三氧化二铝含量。

5.5.1.2 试剂

a. 氨水:1+1;

b. 盐酸:1+1;

c. 硫酸:1+4;

d. 六次甲基四胺溶液:200 g/L;

e. 氨水-氯化铵缓冲溶液:337.5 g 氯化铵溶于水中,加 2 850 mL 氨水(比重 0.90),用水稀释至 5 L,摇匀。此溶液 pH≈10;

f. 氧化锌基准溶液:称取经 500~600℃灼烧半小时的氧化锌 1.000 0±0.000 1g,置于 250 mL 烧杯中,加约 100 mL 水,加热,滴加盐酸使其溶解,冷却。移入 1 L 容量瓶中,用水稀释至标线,摇匀。此溶液 1 mg/mL;

g. EDTA 标准滴定溶液: $c(\text{EDTA})=0.015 \text{ mol/L}$,56 g 乙二胺四乙酸二钠(EDTA)置于烧杯中,加水加热溶解,冷却。移入 10 L 下口瓶中,用水稀释至 10 L,摇匀。待标定;

EDTA 标准滴定溶液的标定:取 25.00 mL 氧化锌基准溶液于 250 mL 烧杯中,加约 100 mL 水、10 mL 氨水-氯化铵缓冲溶液,加入适量的铬黑 T 指示剂,用 EDTA 标准滴定溶液滴定至溶液由紫红色变成纯蓝色为终点;

EDTA 标准滴定溶液的实际浓度 $c(\text{mol/L})$ 按式(7)计算:

$$c = \frac{m}{V \times 0.08138} \quad \dots\dots\dots(7)$$

式中: m ——所取氧化锌基准溶液中氧化锌的质量, g;

V ——标定时消耗 EDTA 标准滴定溶液的体积, mL;

0.08138——与 1.00 mL EDTA 标准滴定溶液 [$c(\text{EDTA}) = 1.000 \text{ mol/L}$] 相当的, 以克表示的氧化锌的质量。

h. 乙酸锌标准滴定溶液: $c[\text{Zn}(\text{CH}_3\text{COO})_2] = 0.015 \text{ mol/L}$ 。33 g 乙酸锌 $[\text{Zn}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}]$, 溶于水中, 加入 20 mL 乙酸(36%)或 7 mL 冰乙酸, 移入 10 L 下口瓶中, 用水稀释至 10 L, 摇匀;

乙酸锌标准滴定溶液与 EDTA 标准滴定溶液体积比的测定: 取 10.00 mL EDTA 标准滴定溶液于 250 mL 烧杯中, 加约 100 mL 水、5~7 mL 六次甲基四胺溶液和 2 滴二甲酚橙指示剂, 用乙酸锌标准滴定溶液滴定至溶液由黄色变成稳定的玫瑰红色为终点;

乙酸锌标准滴定溶液与 EDTA 标准滴定溶液的体积比按式(8)计算:

$$K = \frac{10}{V} \quad \dots\dots\dots(8)$$

式中: K ——每毫升乙酸锌标准滴定溶液相当于 EDTA 标准滴定溶液的体积, mL;

V ——滴定时消耗乙酸锌标准滴定溶液的体积, mL。

i. 铬黑 T 指示剂: 0.1 g 铬黑 T 与 10 g 氯化钾在玛瑙研钵中研磨混匀, 装入磨口瓶于干燥器内贮存;

j. 二甲酚橙指示剂: 5 g/L。贮于棕色滴瓶中。

5.5.1.3 分析步骤

取试液(A) 25.00 mL 于 250 mL 烧杯中, 加入 EDTA 标准滴定溶液 20.00 mL¹⁾, 加约 100 mL 水, 加热至 60℃以上, 取下, 用氨水和硫酸调节溶液 pH 值 3.5~4.0, 然后, 加热至微沸, 保持 2~3 min, 取下, 冷却至室温。加 5~7 mL 六次甲基四胺溶液和 2 滴二甲酚橙指示剂, 滴加硫酸至溶液刚变黄色, 用醋酸锌标准滴定溶液滴定至溶液由黄色变成稳定的玫瑰红色为终点。

注: 1) 中碱玻璃只加入 14.00 mL。

三氧化二铝的百分含量(X_5)按式(9)计算:

$$X_5 = \frac{(V - V_1 K) \times c \times 0.05098 \times 10 \times 100}{m} - X_3 \times 0.6384 - X_4 \times 0.6380 \quad \dots\dots\dots(9)$$

式中: V ——滴定前加入过量 EDTA 标准滴定溶液的体积, mL;

V_1 ——滴定时消耗乙酸锌标准滴定溶液的体积, mL;

c ——EDTA 标准滴定溶液的实际浓度, mol/L;

K ——每毫升乙酸锌标准滴定溶液相当于 EDTA 标准滴定溶液的体积, mL;

m ——试料的质量, g;

X_3 ——三氧化二铁的百分含量;

X_4 ——二氧化钛的百分含量;

0.6384——三氧化二铁对三氧化二铝的换算系数;

0.6380——二氧化钛对三氧化二铝的换算系数;

0.05098——与 1.00 mL EDTA 标准滴定溶液 [$c(\text{EDTA}) = 1.000 \text{ mol/L}$] 相当的, 以克表示的三氧化二铝的质量。

所得结果应表示至二位小数。

5.5.2 硫酸铜反滴定法(Ⅱ法)

5.5.2.1 方法提要

在微酸性溶液中,铝、铁和钛与过量 EDTA 经加热定量生成稳定的配合物,然后以 PAN 为指示剂,用硫酸铜标准滴定溶液回滴过量的 EDTA。得铝、铁、钛含量,差减后得三氧化二铝含量。

5.5.2.2 试剂

a. 氨水:1+1;

b. 硫酸:1+1;

c. 乙酸-乙酸钠缓冲溶液:280 g 乙酸钠(或无水乙酸钠 82 g)溶于水,加冰乙酸 220 mL,用水稀释至 1 L,摇匀。此溶液 pH≈4.2;

d. EDTA 标准滴定溶液: $c(\text{EDTA})=0.015 \text{ mol/L}$,采用 4.5.1.2g;

e. 硫酸铜标准滴定溶液: $c(\text{CuSO}_4)=0.015 \text{ mol/L}$,38 g 硫酸铜($\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$)溶于水,加 8 mL 硫酸,转入 10 L 下口瓶中,用水稀释至 10 L,摇匀;

硫酸铜标准滴定溶液与 EDTA 标准滴定溶液体积比的测定:取 10.00 mL EDTA 标准滴定溶液于 250 mL 烧杯中,加约 150 mL 水、15 mL 乙酸-乙酸钠缓冲溶液,煮沸。用少量水吹洗杯壁,使溶液温度为 80~90℃,加入 10 滴 PAN 指示剂,趁热用硫酸铜标准滴定溶液滴定至溶液由黄色变成稳定的紫色为终点;

硫酸铜标准滴定溶液与 EDTA 标准滴定溶液的体积比按式(10)计算:

$$K = \frac{10}{V} \quad \dots\dots\dots (10)$$

式中:K——每毫升硫酸铜标准滴定溶液相当于 EDTA 标准滴定溶液的体积,mL;

V——滴定时消耗硫酸铜标准滴定溶液的体积,mL。

f. PAN 指示剂:1 g/L 乙醇溶液。

5.5.2.3 分析步骤

取试液(A)25.00 mL 于 250 mL 烧杯中,加入 20.00 mL¹⁾ EDTA 标准滴定溶液,加约 100 mL 水,加热至 60℃以上,用氨水调节溶液 pH3~3.5,然后加入 15 mL 乙酸-乙酸钠缓冲溶液加热至微沸 2~5 min,取下,用少量水吹洗杯壁,使溶液温度为 80~90℃,加入 10 滴 PAN 指示剂,立即用硫酸铜标准滴定溶液滴定至溶液由黄色变成稳定的紫色为终点。

注:1) 中碱玻璃只加入 14.00 mL。

三氧化二铝的百分含量(X_5)按式(11)计算:

$$X_5 = \frac{(V - V_1 K) \times c \times 0.05098 \times 10 \times 100}{m} - X_3 \times 0.6384 - X_4 \times 0.6380 \quad \dots\dots\dots (11)$$

式中:V——滴定前加入过量 EDTA 标准滴定溶液的体积,mL;

V_1 ——滴定时消耗硫酸铜标准滴定溶液的体积,mL;

c——EDTA 标准滴定溶液的实际浓度,mol/L;

K——每毫升硫酸铜标准滴定溶液相当于 EDTA 标准滴定溶液的体积,mL;

m——试料的质量,g;

X_3 ——三氧化二铁的百分含量;

X_4 ——二氧化钛的百分含量;

0.6384——三氧化二铁对三氧化二铝的换算系数;

0.6380——二氧化钛对三氧化二铝的换算系数;

0.05098——与 1.00 mL EDTA 标准滴定溶液 [$c(\text{EDTA})=1.000 \text{ mol/L}$] 相当的,以克表示的三氧化二

铝的质量。

所得结果应表示至二位小数。

5.6 氧化钙的测定

5.6.1 方法提要

在 $\text{pH} \geq 12$ 时,钙能与 EDTA 定量生成稳定的配合物。镁不干扰测定,铁、铝、钛用三乙醇胺掩蔽。用钙黄绿素混合指示剂。EDTA 标准滴定溶液滴定。

5.6.2 试剂

- 三乙醇胺:1+1;
- 氢氧化钾溶液:200 g/L,贮于塑料瓶中;
- 0.015 mol/L EDTA 标准滴定溶液:采用 4.5.1.2g;
- 钙黄绿素混合指示剂:称取 0.20 g 钙黄绿素,0.13 g 百里酚酞络合剂和 20 g 硝酸钾于玛瑙研钵中研磨混匀,装入磨口瓶,贮于干燥器中。

5.6.3 分析步骤

取试液(A)25.00 mL 于 250 mL 烧杯中,加入 2 mL 三乙醇胺,加水至约 150 mL。滴加氢氧化钾溶液使 pH 约为 12,再过量 2 mL。加入适量钙黄绿素混合指示剂,用 EDTA 标准滴定溶液滴定至溶液由带绿色荧光的灰蓝色变成稳定的红色为终点。

氧化钙的百分含量(X_6)按式(12)计算:

$$X_6 = \frac{V \times c \times 0.05608 \times 10 \times 100}{m} = \frac{V \times c \times 56.08}{m} \dots\dots\dots(12)$$

式中: V ——滴定时消耗 EDTA 标准滴定溶液的体积, mL;

c ——EDTA 标准滴定溶液的实际浓度, mol/L;

m ——试料的质量, g;

0.05608——与 1.00 mL EDTA 标准滴定溶液 [$c(\text{EDTA}) = 1.000 \text{ mol/L}$] 相当的,以克表示的氧化钙的质量。

所得结果应表示至二位小数。

5.7 氧化镁的测定

5.7.1 方法提要

在 pH10 时,镁和钙能与 EDTA 定量生成稳定的配合物,铁、铝、钛用三乙醇胺掩蔽。用酸性铬蓝 K-萘酚绿 B 混合指示剂,EDTA 标准滴定溶液滴定,得钙、镁含量,差减后得氧化镁含量。

5.7.2 试剂

- 三乙醇胺:1+1;
- 氨水:1+1;
- 氨水-氯化铵缓冲溶液:采用 5.5.1.2e;
- 0.015 mol/L EDTA 标准滴定溶液:采用 5.5.1.2g;
- 酸性铬蓝 K-萘酚绿 B(1:3)混合指示剂:混合指示剂与硝酸钾按 1:50 在玛瑙研钵中研磨混匀,装入棕色磨口瓶,贮于干燥器中。

5.7.3 分析步骤

取试液(A)25.00 mL 于 250 mL 烧杯中,加入 3 mL 三乙醇胺。加水至约 150 mL,用氨水调至 pH 约为 10,再加 10 mL 氨水-氯化铵缓冲溶液及适量酸性铬蓝 K-萘酚绿 B 混合指示剂,用 EDTA 标准滴定溶液滴定至溶液由紫红色变成蓝绿色为终点。

氧化镁的百分含量(X_7)按式(13)计算:

$$X_7 = \frac{(V_2 - V_1) \times c \times 0.04030 \times 10 \times 100}{m} = \frac{(V_2 - V_1) \times c \times 40.30}{m} \dots\dots\dots (13)$$

式中: V_1 ——滴定钙时消耗 EDTA 标准滴定溶液的体积, mL;

V_2 ——滴定钙镁含量时消耗 EDTA 标准滴定溶液的体积, mL;

c ——EDTA 标准滴定溶液的实际浓度, mol/L;

m ——试料的质量, g;

0.04030——与 1.00 mL EDTA 标准滴定溶液 [$c(\text{EDTA}) = 1.000 \text{ mol/L}$] 相当的, 以克表示的氧化镁的质量。

所得结果应表示至二位小数。

5.8 氧化钠和氧化钾的测定

5.8.1 原子吸收光谱法(I 法)

5.8.1.1 方法提要

试料经高氯酸和氢氟酸溶解后, 在盐酸酸性溶液中加入氯化钾或氯化钠抑制干扰剂, 在原子吸收分光光度计上, 空气-乙炔火焰, 用内插法分别测定钠和钾。

5.8.1.2 试剂与仪器

a. 高氯酸: 70%;

b. 氢氟酸: 40%;

c. 盐酸: 1+1;

d. 氯化钠溶液: 18.9 g 氯化钠(高纯 99.99%)溶于水, 移入 1 L 容量瓶中, 用水稀释至标线, 摇匀。贮于塑料瓶中。此溶液 10 mg/mL 氧化钠;

e. 氯化钾溶液: 15.9 g 氯化钾(高纯 99.99%)溶于水, 移入 1 L 容量瓶中, 用水稀释至标线, 摇匀。贮于塑料瓶中。此溶液 10 mg/mL 氧化钾;

f. 氧化钠标准储备溶液: 称取 $1.8859 \pm 0.0001 \text{ g}$ 预先经 $500 \sim 600^\circ\text{C}$ 灼烧半小时的氯化钠(高纯 99.99%)溶于水, 移入 1 L 容量瓶中, 用水稀释至标线, 摇匀。贮于塑料瓶中, 此溶液 1 mg/mL;

g. 氧化钠标准溶液: 取 25.00 mL 氧化钠标准储备溶液于 500 mL 容量瓶中, 用水稀释至标线, 摇匀。贮于塑料瓶中。此溶液 0.05 mg/mL;

h. 氧化钾标准储备溶液: 称取 $1.5829 \pm 0.0001 \text{ g}$ 预先经 $500 \sim 600^\circ\text{C}$ 灼烧半小时的氯化钾(高纯 99.99%)溶于水, 移入 1 L 容量瓶中, 用水稀释至标线, 摇匀。贮于塑料瓶中。此溶液 1 mg/mL;

i. 氧化钾标准溶液: 取 25.00 mL 氧化钾标准储备溶液于 500 mL 容量瓶中, 用水稀释至标线, 摇匀。贮于塑料瓶中。此溶液 0.05 mg/mL;

j. 氧化钠参考标准系列溶液: 于一组 100 mL 容量瓶中, 加入 50 mL 水和 4 mL 盐酸, 分别加入 0.00, 0.50, 1.00, 2.00, 3.00, 4.00, 5.00, 6.00, 7.00, 8.00, 9.00, 10.00, 11.00, 12.00 mL 氧化钠标准溶液, 再加入 10.00 mL 氯化钾溶液, 用水稀释至标线, 摇匀。移入塑料瓶中;

k. 氧化钾参考标准系列溶液: 于一组 100 mL 容量瓶中, 加入 50 mL 水和 4 mL 盐酸, 分别加入 0.00, 0.50, 1.00, 2.00, 3.00, 4.00, 5.00, 6.00 mL 氧化钾标准溶液, 再加入 10.00 mL 氯化钠溶液, 用水稀释至标线, 摇匀。移入塑料瓶中;

l. 原子吸收分光光度计。

5.8.1.3 分析步骤

称取约 0.1 g 试样, 精确至 0.0001 g , 置于铂皿中。用少量水润湿, 加入 2~3 mL 高氯酸和 3~4 mL 氢氟酸, 置低温电炉上加热分解, 蒸发至高氯酸白烟冒尽。冷却后, 加入 10~15 mL 水和 4 mL 盐酸, 缓慢加热至残渣全部溶解, 冷却至室温。移入 100 mL 容量瓶中, 用水稀释至标线。摇匀。此试液(B)。

若为无碱玻璃, 则取试液(B) 25.00 mL 于两只已加入 50 mL 水和 3 mL 盐酸的 100 mL 容量瓶中,

向其中一只容量瓶加入 10.00 mL 氯化钾溶液,用水稀释至标线,摇匀。此溶液供测定氧化钠;向另一只容量瓶加入 10.00 mL 氯化钠溶液,用水稀释至标线,摇匀。此溶液供测定氧化钾。

若为中碱玻璃,则取试液(B)10.00 mL 于已加入 100 mL 水和 9.6 mL 盐酸的 250 mL 容量瓶中,再加入 25.00 mL 氯化钾溶液,用水稀释至标线,摇匀。此溶液供测定氧化钠;吸取试液(B)25.00 mL 于已加入 50 mL 水和 3 mL 盐酸的 100 mL 容量瓶中,再加入 10.00 mL 氯化钠溶液,用水稀释至标线,摇匀。此溶液供测定氧化钾。

将仪器调至最佳工作状态,用空气-乙炔火焰,钠灯在 589.0 nm 或 589.6 nm 处,钾灯在 766.5 nm 处,以试剂空白作参比,用内插法测定试液和两个对照的参考标准溶液钠或钾的吸光度。

试液中氧化钠或氧化钾的浓度(c_x)按式(14)计算:

$$c_x = c_{\text{标}1} + \frac{c_{\text{标}2} - c_{\text{标}1}}{A_{\text{标}2} - A_{\text{标}1}} (A_{\text{样}} - A_{\text{标}1}) \quad \dots\dots\dots (14)$$

式中: $c_{\text{标}1}$ 、 $c_{\text{标}2}$ ——参考标准溶液的浓度,mg/mL;

$A_{\text{标}1}$ 、 $A_{\text{标}2}$ ——分别为 $c_{\text{标}1}$ 、 $c_{\text{标}2}$ 的吸光度;

$A_{\text{样}}$ ——试液的吸光度。

氧化钠的百分含量(X_8)按式(15)计算:

$$X_8 = \frac{V_1 \times c_1 \times 100}{m \times 1\,000} = \frac{V_1 \times c_1}{m \times 10} \quad \dots\dots\dots (15)$$

氧化钾的百分含量(X_9)按式(16)计算:

$$X_9 = \frac{V_2 \times c_2 \times 100}{m \times 1\,000} = \frac{V_2 \times c_2}{m \times 10} \quad \dots\dots\dots (16)$$

式中: V_1 、 V_2 ——分别为氧化钠、氧化钾试液的总体积。计算无碱玻璃时, V_1 、 $V_2 = 100 \times 4$ mL; 计算中碱玻璃时, $V_1 = 250 \times 10$ mL; $V_2 = 100 \times 4$ mL;

c_1 、 c_2 ——分别为测得的试液中氧化钠、氧化钾的浓度,mg/mL;

m ——试料的质量,g。

所得结果应表示至二位小数。

5.8.2 火焰光度法(Ⅱ法)

5.8.2.1 方法提要

试料经高氯酸和氢氟酸溶解后,在盐酸酸性溶液中,用火焰光度计,内插法测定钠和钾。

5.8.2.2 试剂与仪器

a. 高氯酸:70%;

b. 氢氟酸:40%;

c. 盐酸:1+1;

d. 氧化钠标准储备溶液:称取 $9.429\,3 \pm 0.000\,1$ g 预先经 $500 \sim 600^\circ\text{C}$ 灼烧半小时的氯化钠(高纯 99.99%)溶于水,移入 1 L 容量瓶中,用水稀释至标线,摇匀。贮于塑料瓶中。此溶液 5 mg/mL;

e. 氧化钾标准储备溶液:采用 5.8.1.2h;

f. 氧化钠和氧化钾混合标准溶液,分别取 50.00 mL 氧化钠标准储备溶液和 25.00 mL 氧化钾标准储备溶液于 500 mL 容量瓶中,用水稀释至标线,摇匀。贮于塑料瓶中。此溶液 0.5 mg/mL 氧化钠和 0.05 mg/mL 氧化钾;

g. 氧化钠和氧化钾参考标准系列溶液:于一组 100 mL 容量瓶中,加入 50 mL 水和 4 mL 盐酸,分别加入 0.00, 0.50, 1.00, 2.00, 3.00, 4.00, 5.00, 6.00, 7.00, 8.00, 9.00, 10.00 mL 氧化钠和氧化钾混

合标准溶液,用水稀释至标线,摇匀。移入塑料瓶中。每份溶液中氧化钾和氧化钠的含量之比为1:10;

h. 火焰光度计。

5.8.2.3 分析步骤

称取约0.1 g试样,精确至0.000 1g,置于铂皿中……以下按第5.8.1.3条步骤进行。此为试液(B)。

若为无碱玻璃,则用试液(B)直接测定氧化钠和氧化钾。

若为中碱玻璃,则取试液(B)10.00 mL于已加入50 mL水和3.6 mL盐酸的100 mL容量瓶中,用水稀释至标线,摇匀。此溶液供测定氧化钠和氧化钾,或用试液(B)直接测定氧化钾。

在火焰光度计工作状态稳定后,用内插法测定试液和两个对照的参考标准溶液钠或钾的发射光强度。

试液中氧化钠或氧化钾的浓度(c_x)按式(17)计算:

$$c_x = c_{\text{标}1} + \frac{c_{\text{标}2} - c_{\text{标}1}}{E_{\text{标}2} - E_{\text{标}1}} (E_{\text{样}} - E_{\text{标}1}) \quad \dots\dots\dots (17)$$

式中: $c_{\text{标}1}$ 、 $c_{\text{标}2}$ ——参考标准溶液的浓度,mg/mL;

$E_{\text{标}1}$ 、 $E_{\text{标}2}$ ——分别为 $c_{\text{标}1}$ 、 $c_{\text{标}2}$ 的检流计读数;

$E_{\text{样}}$ ——试液的检流计读数。

氧化钠的百分含量(X_8)按式(18)计算:

$$X_8 = \frac{V_1 \times c_1 \times 100}{m \times 1\,000} = \frac{V_1 \times c_1}{m \times 10} \quad \dots\dots\dots (18)$$

氧化钾的百分含量(X_9)按式(19)计算:

$$X_9 = \frac{V_2 \times c_2 \times 100}{m \times 1\,000} = \frac{V_2 \times c_2}{m \times 10} \quad \dots\dots\dots (19)$$

式中: V_1 、 V_2 ——分别为氧化钠、氧化钾试液的总体积。计算无碱玻璃时, V_1 、 V_2 = 100 mL; 计算中碱玻璃时, V_1 、 V_2 = 100 × 10 mL; 或 V_2 = 100 mL;

c_1 、 c_2 ——分别为测得试液中氧化钠、氧化钾的浓度,mg/mL;

m ——试料的质量,g。

所得结果应表示至二位小数。

5.9 氧化亚铁的测定

5.9.1 容量法(I法)

5.9.1.1 方法提要

在二氧化碳保护下,用硫酸和氢氟酸在常温下分解试样,以二苯胺磺酸钠为指示剂,用重铬酸钾标准滴定溶液滴定。

5.9.1.2 试剂与仪器

a. 氢氟酸:40%;

b. 磷酸:密度1.70 g/mL;

c. 硫酸:1+1;

d. 硼酸溶液:20 g/L;

e. 0.001 500 mol/L 重铬酸钾标准滴定溶液:称取经150℃烘干不少于2 h的重铬酸钾0.441 3 ± 0.000 1 g,置于烧杯中,用水溶解,移入1 L容量瓶中,用水稀释至标线,摇匀;

f. 二苯胺磺酸钠指示剂:1 g/L,贮于棕色滴瓶,用时现配;

g. 二氧化碳发生装置。

5.9.1.3 分析步骤

称取约 0.5 g 试样,精确至 0.000 1 g,置于 250 mL 塑料杯中。用 2~3 mL 水润湿,摇动,用有机玻璃板盖住,从板中央的圆孔把胶管一直插入塑料杯底,由乳胶管通入二氧化碳,约 1 min 后,加入 15 mL 硫酸,盖好,再通约 1 min 二氧化碳,由缝隙加入约 15 mL 氢氟酸,盖好,继续通入 15 min 二氧化碳。在分解期间,摇动塑料杯几次。然后,由缝隙加入刚煮沸、冷却的硼酸溶液约 150 mL。接着加入约 2 mL 磷酸和 4 滴二苯胺磺酸钠指示剂,立即用重铬酸钾标准滴定溶液滴定(用微量滴定管)至试液由无色变为紫红色,半分钟不褪为终点;

氧化亚铁的百分含量(X_{10})按式(20)计算:

$$X_{10} = \frac{V \times c \times 0.4311 \times 100}{m} = \frac{V \times c \times 43.11}{m} \dots\dots\dots (20)$$

式中: V ——滴定时消耗重铬酸钾标准滴定溶液的体积, mL;

c ——重铬酸钾标准滴定溶液的浓度, mol/L;

m ——试料的质量, g;

0.4311——与 1.00 mL 重铬酸钾标准滴定溶液 [$c(\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7) = 1.000 \text{ mol/L}$] 相当的,以克表示的氧化亚铁的质量。

所得结果应表示至三位小数。

5.9.2 快速容量法(I 法)

5.9.2.1 方法提要

用硫酸和氢氟酸在常温下分解试样,以二苯胺磺酸钠为指示剂,用重铬酸钾标准滴定溶液滴定。

5.9.2.2 试剂

采用 5.9.1.2。

5.9.2.3 分析步骤

称取约 0.3 g 试样,精确至 0.000 1 g,置于 250 mL 塑料杯中。用少量水润湿,加入 15 mL 硫酸,搅拌均匀后再加入 5 mL 氢氟酸,充分搅拌半分钟,放置 5~10 min(中间搅拌一次)。加入 150 mL 水和 4 滴二苯胺磺酸钠指示剂,立即用重铬酸钾标准滴定溶液滴定至溶液由无色变为紫红色。半分钟不褪为终点。

氧化亚铁的百分含量(X_{10})按第 5.9.1.3 条公式计算。

5.10 氟的测定

5.10.1 蒸馏-分光光度法(I 法)

5.10.1.1 方法提要

试料经氢氧化钠熔融,用高氯酸蒸馏,氟成氟硅酸馏出。然后利用氟与依来铬青 R-锆的橙红色配合物中的锆生成更稳定的无色配合物。根据褪色反应分光光度法测定氟。

5.10.1.2 试剂与仪器

a. 氢氧化钠:固体;

b. 高氯酸:70%;

c. 高氯酸:1+1;

d. 氢氧化钠溶液:20 g/L,贮于塑料瓶中;

e. 硝酸锆溶液:称取 $0.215 \pm 0.001 \text{ g}$ 硝酸锆 [$\text{Zr}(\text{NO}_3)_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$],用少量水溶解,加入 700 mL 密度 1.19 g/mL 盐酸,用水稀释至 1 L,贮于棕色瓶中,暗处保存;

f. 依来铬青 R(铬青 [$\text{C}_{23}\text{H}_{15}\text{Na}_3\text{O}_9\text{S}$])溶液:1.35 g/L;

g. 酚酞指示剂:采用 5.1.2.2k;

h. 氟标准溶液:称取经 120℃ 烘干不少于 2 h 的氟化钠 0.2210 ± 0.0001 g,置于塑料杯中,加水溶解,移入 1 L 容量瓶,用水稀释至标线,摇匀。立即转入干燥的塑料瓶中,此溶液 0.1 mg/mL;

i. 氟稀标准溶液:取 10.00 mL 氟标准溶液于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至标线,摇匀。立即移入干燥的塑料瓶中。此溶液 0.01 mg/mL;

j. 蒸馏装置(图 1);

k. 分光光度计。

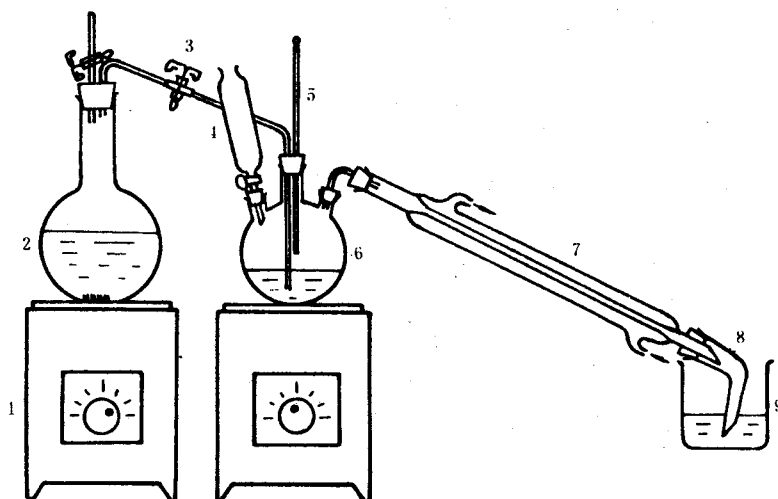


图 1 蒸馏氟装置

1—立式可调电炉(1 kW);2—烧瓶;3—弹簧夹;4—分液漏斗;5—温度计;
6—三口烧瓶;7—冷凝管;8—接液管;9—烧杯

5.10.1.3 氟工作曲线的绘制

于一组 100 mL 容量瓶中,加入约 40 mL 水,分别加入 0.00, 1.00, 2.00, 3.00, 4.00, 5.00 mL 氟稀标准溶液,加入 10.00 mL 氢氧化钠溶液和 1 滴酚酞指示剂,边摇动边滴加高氯酸(5.10.1.2c)至红色刚消失。加入 10.0 mL 硝酸镨溶液和 10.0 mL 依来铬青 R 溶液,用水稀释至标线,摇匀。于分光光度计上,用 30 mm 比色皿,在波长 550 nm 处测定标准比色溶液的吸光度。按测得的吸光度与标准比色溶液浓度的关系绘制工作曲线。

5.10.1.4 分析步骤

称取约 0.1 g 试样,精确至 0.0001 g,置于镍坩埚中,加入约 1.5 g 氢氧化钠,置电炉上加热熔融,使试料分解,冷却后用 20~30 mL 热水浸取熔块于 250 mL 三口烧瓶中,用高氯酸(5.10.1.2c)及少量热水洗净坩埚。将插有温度计及水蒸气导管的瓶塞塞上,接上冷凝管,冷凝管另一端的接液管插入盛有 50~70 mL 水的 500 mL 烧杯中,冷凝管通入冷却水,由三口烧瓶上的分液漏斗加入 20 mL 高氯酸(5.10.1.2b)。加热蒸馏,当温度达到 120~130℃ 时,停止蒸馏。把馏出液移入 500 mL 容量瓶中,用水稀释至标线,摇匀。

取上述馏出液 20.00 mL 于 100 mL 容量瓶中,加入 10.00 mL 氢氧化钠溶液和 1 滴酚酞指示剂……以下按第 5.10.1.3 条步骤进行。从工作曲线上查得试料比色溶液中氟的浓度。

氟的百分含量(X_{F})按式(21)计算: