



中华人民共和国国家标准

GB/T 4734—1996

陶瓷材料及制品化学分析方法

Methods of chemical analysis for
ceramic materials and articles

1996-06-25 发布

1997-01-01 实施

国家技术监督局 发布

目 次

前言 I

1 范围 1

2 引用标准 1

3 一般规定 1

4 试剂、标准溶液的配制和标定..... 1

5 方法提要 5

6 仪器、设备..... 6

7 试样的制备 6

8 分析步骤 7

9 分析结果允许差..... 14

前 言

本标准是根据《轻工业部一九九四年制定、修订国家标准、行业标准计划》的安排及对标龄长的标准进行清理整顿的要求,对 GB 4734—84《日用陶瓷铝硅酸盐化学分析方法》和 GB 4735—84《日用陶瓷高硅材料及其制品的化学分析方法》实行合并和修订。

在此次合并和修订过程中,文本严格按 GB/T 1.1—1993《标准化工作导则 第1单元:标准的起草与表述规则 第1部分:标准编写的基本规定》进行编写,标准名称改为《陶瓷材料及制品化学分析方法》,技术内容在下列章节中有所改变:

——8.2,取消了盐酸一次脱水与硅钼蓝光度联用法,增加了聚环氧乙烷凝聚与硅钼蓝光度联用法中的除硼过程;

——8.6,碱熔时直接用过滤二氧化硅之滤液测定氧化钙和氧化镁含量;

——8.7,钾、钠元素测试液由酸溶液改为水溶液,标准曲线的绘制也相应改变。

本标准从生效之日起,同时代替 GB 4734—84 和 GB 4735—84。

本标准由中华人民共和国轻工总会提出。

本标准由全国陶瓷标准化中心技术归口。

本标准起草单位:中国轻工总会陶瓷研究所。

本标准主要起草人:李硕、李锋、洪斌。

中华人民共和国国家标准

陶瓷材料及制品化学分析方法

Methods of chemical analysis for
ceramic materials and articles

GB/T 4734—1996

代替 GB 4734—84
GB 4735—84

1 范围

本标准规定了陶瓷材料及制品中二氧化硅、三氧化二铝、三氧化二铁、二氧化钛、氧化镁、氧化钙、氧化钾、氧化钠、一氧化锰、五氧化二磷、三氧化硫、灼烧减量的化学分析方法。

本标准适用于陶瓷材料及制品的化学成分分析。

2 引用标准

下列标准所包含的条文,通过在本标准中引用而构成本标准的条文,本标准出版时,所示版本均为有效。所有标准都会被修订,使用本标准的各方应探讨使用下列标准最新版本的可能性。

GB 6682—92 实验室用水规格和实验方法

GB 9721—88 化学试剂 分子吸收分光光度法通则(紫外和可见光部分)

GB/T 12810—91 实验室玻璃仪器、玻璃量器的容量标准和使用方法

3 一般规定

3.1 本标准所用的水应符合 GB 6682—92 中三级水的规格。

3.2 本标准所用试剂应为分析纯或分析纯以上纯度,标准溶液的配制和标定所需试剂为基准试剂或优级纯。

3.3 本标准所用玻璃仪器应符合 GB/T 12810 的规定。

3.4 本标准规定的二氧化硅、三氧化二铝、三氧化二铁、二氧化钛、氧化钙、氧化镁、氧化钾、氧化钠和灼烧减量九项列入常规全分析项目,当需测定其他项目时,须特别指明。

3.5 如所测样品中含有其他干扰元素,须先将干扰元素排除。

3.6 分析过程中的恒重(为处理前后两次之间的质量差)不大于 0.2 mg。

3.7 分析时须进行平行试验,并同时进行空白实验,以试剂空白值对分析结果进行校正。

4 试剂、标准溶液的配制和标定

4.1 无水碳酸钠。

4.2 焦硫酸钾。

4.3 氟化钠。

4.4 硼砂(四硼酸钠)。

4.5 高碘酸钾:固体。

4.6 混合熔剂 A:取无水碳酸钠与硼砂各一份混匀。

4.7 混合熔剂 B:3 份碳酸钠与 2 份氧化镁混合,研细。

国家技术监督局 1996-06-25 批准

1997-01-01 实施

- 4.8 盐酸(密度 1.19 g/cm^3)。
- 4.9 盐酸(1+1):取盐酸(密度 1.19 g/cm^3)1 体积与水 1 体积混匀。
- 4.10 盐酸(1+5):取盐酸(密度 1.19 g/cm^3)1 体积与水 5 体积混匀。
- 4.11 盐酸(1+11):取盐酸(密度 1.19 g/cm^3)1 体积与水 11 体积混匀。
- 4.12 盐酸(1+19):取盐酸(密度 1.19 g/cm^3)1 体积与水 19 体积混匀。
- 4.13 硫酸(密度 1.84 g/cm^3)。
- 4.14 硫酸(1+1):取硫酸(密度 1.84 g/cm^3)1 体积与水 1 体积混匀。
- 4.15 硫酸(1+9):取硫酸(密度 1.84 g/cm^3)1 体积与水 9 体积混匀。
- 4.16 硫酸(1+19):取硫酸(密度 1.84 g/cm^3)1 体积与水 19 体积混匀。
- 4.17 硝酸(密度 1.42 g/cm^3)。
- 4.18 硝酸(1+1):取硝酸(密度 1.42 g/cm^3)1 体积与水 1 体积混匀。
- 4.19 硝酸(1+3):取硝酸(密度 1.42 g/cm^3)1 体积与水 3 体积混匀。
- 4.20 氢氟酸(密度 1.14 g/cm^3)。
- 4.21 氨水(1+1):取氨水(密度 0.90 g/cm^3)1 体积与水 1 体积混匀。
- 4.22 氨水(1+9):取氨水(密度 0.90 g/cm^3)1 体积与水 9 体积混匀。
- 4.23 氢氧化钠溶液(10%):取氢氧化钠 10 g,溶于 100 mL 水中。
- 4.24 硼酸溶液(2%):取硼酸 2 g,溶于 100 mL 水中。
- 4.25 酒石酸溶液(10%):取酒石酸 10 g,溶于 100 mL 水中。
- 4.26 钼酸铵溶液(8%):取钼酸铵 8 g,溶于 100 mL 水中。
- 4.27 抗坏血酸溶液(1%):取抗坏血酸 0.2 g,溶于 20 mL 水中,用时配制。
- 4.28 抗坏血酸溶液(5%):取抗坏血酸 1 g,溶于 20 mL 水中,用时配制。
- 4.29 乙醇(95%)。
- 4.30 氟化钾溶液(2%):取氟化钾 2 g,溶于 100 mL 水中。
- 4.31 聚环氧乙烷溶液(0.05%):将 0.1 g 聚环氧乙烷溶于 200 mL 水中,加(1+1)盐酸 2~3 滴,保存于塑料瓶中。
- 4.32 冰乙酸(密度 1.05 g/cm^3)。
- 4.33 乙酸-乙酸钠缓冲溶液($\text{pH} \approx 5.5$):称取乙酸钠($\text{CH}_3\text{COONa} \cdot 3\text{H}_2\text{O}$)250 g,溶于 1 L 水中,加冰乙酸直到 $\text{pH} \approx 5.5$ (用精密 pH 试纸或 pH 计测)。
- 4.34 乙酸-乙酸钠缓冲溶液($\text{pH} \approx 3$):称取乙酸钠($\text{CH}_3\text{COONa} \cdot 3\text{H}_2\text{O}$)27 g,加入 630 mL 水溶解,加冰乙酸 170 mL,搅匀后滴加冰乙酸调节 $\text{pH} \approx 3$ (用精密 pH 试纸或 pH 计测)。
- 4.35 三氯甲烷(99.5%)。
- 4.36 铜铁试剂(6%):称取 6 g 铜铁试剂,溶于 100 mL 水中,过滤,该溶液用时配制。
- 4.37 柠檬酸溶液(1 mol/L):称取 84 g 柠檬酸($\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_7 \cdot \text{H}_2\text{O}$),溶于 400 mL 水中。
- 4.38 邻菲罗啉溶液(0.4%):将 0.4 g 邻菲罗啉($\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$)溶于 20 mL 无水乙醇中,加水稀释至 100 mL,着色时重新配制。
- 4.39 高氯酸(密度 1.75 g/cm^3)。
- 4.40 二安替比林甲烷溶液(6%):取二安替比林甲烷($\text{C}_{23}\text{H}_{24}\text{N}_4\text{O}_2$)6 g,溶于 100 mL (1+5)盐酸中,过滤。
- 4.41 三乙醇胺溶液(1+2):取三乙醇胺(密度 1.12 g/cm^3)1 体积与水 2 体积混匀。
- 4.42 氨-氯化铵缓冲溶液($\text{pH} \approx 10$):称取 54.0 g 氯化铵,溶于水,加 350 mL 氨水,稀释至 1 000 mL,保存于塑料瓶中。
- 4.43 氢氧化钾溶液(4 mol/L):称取氢氧化钾 224 g,溶于 1 L 水中。
- 4.44 氯化锶溶液(20%):称取优级纯氯化锶($\text{SrCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$)20 g,溶于 100 mL 水中,保存于塑料瓶

中。

- 4.45 磷酸(1+1):取磷酸(密度 1.70 g/cm^3)1 体积与水 1 体积混匀。
- 4.46 钼酸铵溶液(5%):称取钼酸铵 5 g,溶于 100 mL 水中。
- 4.47 钒酸铵溶液(0.125%):称取钒酸铵 0.25 g,溶于 50 mL 温水中,加入浓硝酸 30 mL,待溶解后稀释至 200 mL。
- 4.48 氯化钡溶液(10%):称取氯化钡 10 g,溶于 100 mL 水中。
- 4.49 硝酸银溶液(1%):称取硝酸银 1 g,溶于 100 mL 水中。
- 4.50 碳酸钠洗液(2%):称取碳酸钠 2 g,溶于 100 mL 水中。
- 4.51 二氧化硅标准贮存液(0.5 mg/mL)的配制:称取在 1000°C 灼烧 2 h 的二氧化硅(99.99%) 0.5000 g ,精确至 0.0001 g ,置于铂坩锅中,加无水碳酸钠 5 g,搅拌均匀。于 1000°C 熔融 10 min,冷却后放入 500 mL 烧杯中,用沸水浸出,冷却后移入 1 L 容量瓶中,稀释至刻度,摇匀,置于塑料瓶中保存。
- 4.52 二氧化硅标准溶液(0.01 mg/mL)的配制:用移液管准确移取标准贮存液(4.51) 10.0 mL 于 500 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度。
- 4.53 三氧化二铝标准溶液(1 mg/mL)的配制:称取纯铝丝(99.99%) 0.5292 g [铝丝须预先处理:先用(1+9)盐酸洗去氧化膜,再用水洗,然后依次用乙醇、乙醚洗,风干],置于 30 mL 烧杯中,加(1+1)盐酸 50 mL 及浓硝酸 10 滴,加热溶解后用水稀释至 1000 mL,此溶液相当于三氧化二铝 1 mg/mL 。
- 4.54 EDTA 标准溶液(0.02 mol/L)的配制:称取 37.5 g 乙二胺四乙酸二钠,先用少量水溶解,再用水稀释到 5000 mL。

标定:取三氧化二铝标准溶液(4.53)2 份(10.0 mL)分别于两个 25.0 mL 三角瓶中,各加 EDTA 标准溶液(0.02 mol/L)25 mL,加沸水 50 mL,甲基橙指示剂溶液 1 滴,用(1+9)氢氧化铵调至微橙色,再用(1+19)盐酸调微橙色,再过量 2 滴,加乙酸-乙酸钠缓冲溶液($\text{pH} \approx 5.5$) 10 mL ,加热煮沸 7~10 min,取下,用流水冷却至室温,加二甲酚橙指示剂溶液 5 滴,用 0.02 mol/L 乙酸锌标准溶液滴定至溶液由黄色突变为微红色。

$$T_{\text{Al}_2\text{O}_3} = \frac{V_1 c}{V_2 - V_3 K} \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中: $T_{\text{Al}_2\text{O}_3}$ ——EDTA 标准溶液对三氧化二铝的滴定度, mg/mL ;

V_1 ——分取铝标准溶液的体积, mL ;

V_2 ——加入 EDTA 标准溶液的体积, mL ;

V_3 ——回滴过量 EDTA 标准溶液消耗乙酸锌标准溶液体积, mL ;

c ——铝标准溶液的浓度, mg/mL ;

K ——1 mL 乙酸锌标准溶液相当于 EDTA 标准溶液的毫升数(即对滴时的体积比)。

- 4.55 乙酸锌标准溶液(0.02 mol/L)的配制:称取 22 g 乙酸锌,溶于少量水中,加冰乙酸 50 mL,用水稀释至 5000 mL。

标定乙酸锌标准溶液与 EDTA 标准溶液对滴时的体积比(K 值):分取两份各为 25.0 mL 的 EDTA 标准溶液(0.02 mol/L)于两个 250 mL 的三角瓶中,各加沸水 50 mL,乙酸-乙酸钠缓冲溶液 10 mL,二甲酚橙指示剂溶液 5 滴,并用乙酸锌标准溶液(0.02 mol/L)滴定至溶液由黄色变为微红色。

EDTA 标准溶液与乙酸锌标准溶液对滴时的体积比 K 值可由式(2)求出:

$$K = \frac{V}{V_1} \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中: V ——分取 EDTA 标准溶液的体积, mL ;

V_1 ——消耗乙酸锌标准溶液的体积, mL 。

- 4.56 三氧化二铁标准溶液(0.1 mg/mL)的配制:称取经 400°C 灼烧的三氧化二铁(光谱纯) 0.1000 g 于烧杯中,加入(1+1)盐酸 30 mL,浓硝酸 5 mL,于水浴上溶解之后,移入 1 L 容量瓶中,加水稀释至刻

度,摇匀。此液每毫升含三氧化二铁 0.1 mg。

4.57 二氧化钛标准溶液(10 $\mu\text{g/mL}$)的配制:称取于 800℃灼烧 1 h 的纯二氧化钛 0.100 0 g 于铂坩埚中,加焦硫酸钾 3 g,先低温,然后移至 700℃高温炉中熔融至透明。冷却后将铂坩埚移入 300 mL 烧杯中,加(1+9)硫酸 50 mL,加热使熔块溶解,铂坩埚用(1+9)硫酸洗净取出,溶液冷却后移入 1 L 容量瓶中,用(1+9)硫酸稀释至刻度,摇匀。此液作为标准贮存液(100 $\mu\text{gTiO}_2/\text{mL}$)。从标准贮存液中取 10.0 mL 移入 100 mL 容量瓶中,用(1+19)硫酸准确稀释至刻度,作为二氧化钛标准溶液(10 $\mu\text{gTiO}_2/\text{mL}$)。

4.58 氧化钙标准溶液(1 mg/mL)的配制:称取经 110℃烘 2 h 的碳酸钙 1.784 8 g,置于 250 mL 烧杯中,滴加(1+1)盐酸溶解,煮沸片刻,冷却至室温,移入 1 L 容量瓶中,加水稀释至刻度,摇匀。此液每毫升含氧化钙 1 mg。

4.59 EDTA 标准溶液(0.01 mol/L)的配制:称取 7.4 g 乙二胺四乙酸二钠,置于 1 L 烧杯中,加水约 500 mL,搅拌至完全溶解后,移入 2 L 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

标定:吸取氧化钙标准溶液(4.58)5 mL,置于 250 mL 烧杯中,加(1+2)三乙醇胺溶液 5 mL,氢氧化钾溶液(4 mol/L)5 mL,补水至 200 mL,加入钙黄绿素-百里酚酞混合指示剂 50 mg,用 EDTA 标准溶液(0.01 mol/L)滴定至荧光绿消失,突变成玫瑰红色即为终点。

EDTA 标准溶液的摩尔浓度 M 及对氧化钙、氧化镁的滴定度 T_{CaO} 、 T_{MgO} 由式(3)、(4)、(5)表示:

$$M = \frac{W}{56.8 V} \quad \dots\dots\dots(3)$$

$$T_{\text{CaO}} = 56.08 M \quad \dots\dots\dots(4)$$

$$T_{\text{MgO}} = 40.30 M \quad \dots\dots\dots(5)$$

式中: M ——EDTA 标准溶液的摩尔浓度, mol/L;

W ——吸取钙标准溶液中含氧化钙的质量, mg;

V ——消耗 EDTA 标准溶液的体积, mL;

56.08——氧化钙的摩尔质量, g/mol;

40.30——氧化镁的摩尔质量, g/mol;

T_{CaO} ——EDTA 标准溶液对氧化钙的滴定度, mg/mL;

T_{MgO} ——EDTA 标准溶液对氧化镁的滴定度, mg/mL。

4.60 氧化钙标准溶液(0.1 mg/mL)的配制:将氧化钙标准溶液(4.58)精确地稀释 10 倍,使其浓度为 1 mL 含氧化钙 0.1 mg。

4.61 氧化镁标准溶液(0.1 mg/mL)的配制:称取经过 950℃灼烧 30 min 的氧化镁 0.100 0 g,于 250 mL 烧杯中,加(1+1)盐酸 10 mL,微热溶解,冷却后移入 1 L 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。此溶液 1 mL 含氧化镁 0.1 mg。

4.62 氧化钾和氧化钠混合贮备标准溶液(K_2O 1 mg/mL + Na_2O 1 mg/mL)的配制:分别称取经 150℃烘干 2 h 的氯化钾 1.583 0 g 和氯化钠 1.886 0 g,置于同一烧杯中加水溶解,移入 1 L 容量瓶中,加水稀释至刻度,摇匀,此溶液每毫升含氧化钾和氧化钠各 1 mg。

4.63 氧化钾和氧化钠混合参比标准溶液(K_2O 0.1 mg/mL + Na_2O 0.1 mg/mL)的配制:用移液管分取 50.0 mL 贮备标准溶液(4.62)于 500 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,此液每毫升含氧化钾和氧化钠各为 0.1 mg。

4.64 一氧化锰标准溶液(0.1 mg/mL)的配制:称取硫酸锰($\text{MnSO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$)0.119 1 g,于水中,待溶解后加入(1+1)硫酸 1 mL,移入 500 mL 容量瓶中,加水稀释至刻度,摇匀,此溶液 1 mL 含有 MnO 0.1 mg。

4.65 五氧化二磷标准溶液(0.1 mg/mL)的配制:称取磷酸二氢钾(KH_2PO_4)0.191 7 g,溶于 300 mL 水中,移入 1 L 容量瓶中,加水稀释至刻度,摇匀。此溶液 1 mL 含五氧化二磷 0.1 mg。

- 4.66 对硝基苯酚指示剂溶液(0.5%):称取硝基苯酚 0.5 g,溶于 100 mL 乙醇中。
- 4.67 二甲酚橙指示剂溶液(0.2%):称取二甲酚橙 0.2 g 溶于 100 mL 水中,贮存于棕色瓶内,保存于阴凉处,贮存时间不超过一个月。如果呈现红色,可用(1+19)盐酸中和至黄色。
- 4.68 钙黄绿素与百里酚酞混合指示剂:称取钙黄绿素 0.1 g,加百里酚酞 0.06 g 和氯化钾 10 g,研细。
- 4.69 甲基百里酚蓝络合指示剂:称取甲基百里酚蓝 0.2 g,加硝酸钾 20 g,研细。
- 4.70 甲基橙指示剂溶液(0.1%):称取甲基橙 0.1 g 溶于 100 mL 水中。
- 4.71 硅胶。

5 方法提要

5.1 灼烧减量

试料经 $1025^{\circ}\text{C} \pm 25^{\circ}\text{C}$ 灼烧,所损失的重量为灼烧减量。

5.2 二氧化硅

5.2.1 聚环氧乙烷凝聚与硅钼蓝光度联用法:试料用碳酸钠(或混合熔剂)熔融,在盐酸介质中,用聚环氧乙烷使硅酸凝聚析出,灼烧沉淀,称量。用氢氟酸使二氧化硅挥发,再灼烧、称量,由其减量求出主二氧化硅含量。分取滤液,用硅钼蓝光度法测出滤液中残留二氧化硅含量,二者之和则为试样的二氧化硅含量。

5.2.2 氢氟酸法:测定灼烧减量后之试料,加入氢氟酸使二氧化硅挥发,再灼烧,称量,由其减量求出二氧化硅含量。

5.3 三氧化二铝

5.3.1 铜铁试剂-三氯甲烷萃取分离,EDTA 络合滴定法:分取分离硅后之滤液(或氢氟酸去硅后,溶解残渣之溶液)调节溶液酸度为 2.5 mol/L ,用铜铁试剂和三氯甲烷萃取分离铁、钛等干扰元素,在过量 EDTA 标准溶液中,以二甲酚橙作指示剂,用乙酸锌返滴过量 EDTA。

5.3.2 氟化物取代,EDTA 络合滴定法:分取分离硅后之滤液(或氢氟酸去硅后,用盐酸溶解残渣之滤液),加入过量的 EDTA,调节 $\text{pH} \approx 4$,使之与铝、钛等离子完全络合,以二甲酚橙为指示剂,以乙酸锌标准溶液回滴过量的 EDTA,再加氟化钠置换出铝、钛络合的 EDTA,然后继续用乙酸锌标准溶液滴定铝、钛含量。

5.4 三氧化二铁

5.4.1 邻菲罗啉光度法:分取碱熔之滤液或酸溶之溶液,用柠檬酸掩蔽共存干扰离子,以抗坏血酸将三价铁还原成二价后,在 $\text{pH} \approx 3$ 的溶液中,加邻菲罗啉使与 Fe^{2+} 共成桔红色络合物,在分光光度计上于 510 nm 处测吸光度。

5.4.2 火焰原子吸收分光光度法:将试料用氢氟酸和高氯酸分解,蒸干后溶于盐酸,用原子吸收分光光度计在 248.3 nm 处测定铁的吸光度。

5.5 二氧化钛

二安替比林甲烷分光光度法:四价钛离子与二安替比林甲烷,在盐酸酸度为 $1.2 \sim 2.5 \text{ mol/L}$ 之间形成稳定的黄色络合物。用抗坏血酸消除铁的干扰,在分光光度计上于波长 390 nm 处测定钛黄色络合物的吸光度。

5.6 氧化钙和氧化镁

5.6.1 EDTA 络合滴定法:分取碱熔之滤液或酸溶之溶液两份,其中一份加三乙醇胺掩蔽铁、铝、钛,在强碱性溶液中,加钙黄绿素与百里酚酞混合指示剂,用 EDTA 标准溶液滴定钙;另一份同样以三乙醇胺作掩蔽剂,在氨性溶液中,加甲基百里酚蓝指示剂,用 EDTA 标准溶液滴定钙、镁含量,用差减法求出氧化镁的含量。

5.6.2 火焰原子吸收分光光度法:将试液在原子吸收分光光度计上,以钙空心阴极灯于波长 422.7 nm 处,镁空心阴极灯,于波长 285.2 nm 处分别测定钙、镁的吸光度。

5.7 氧化钾及氧化钠

火焰光度法:将试液与标准溶液同时在火焰光度计上分别测定其相对辐射强度,以计算氧化钾或氧化钠的含量。

5.8 一氧化锰

试料以硫酸-氢氟酸分解,在磷酸介质中,用高碘酸钾将低价锰氧化成紫红色高锰酸,用分光光度计于波长 530 nm 处测定溶液的吸光度。

5.9 五氧化二磷

试料以硝酸-氢氟酸分解,在硝酸介质中,磷酸与钒酸盐和钼酸盐生成黄色络合物,在分光光度计上于 390 nm 处测定溶液的吸光度。

5.10 三氧化硫

试料用碳酸钠-氧化镁混合熔剂熔融,将硫全部转化成可溶性硫酸盐后,在盐酸介质中,加入氯化钡,使硫生成硫酸钡沉淀,经 800℃ 灼烧,称量,计算三氧化硫百分含量。

6 仪器、设备

6.1 原子吸收分光光度计:铁在波长 248.3 nm 处的灵敏度应高于 0.1 μg/mL (1% 吸收);钙在波长 422.7 nm 处的灵敏度应高于 0.1 μg/mL (1% 吸收),镁在波长 285.2 nm 处的灵敏度应高于 0.1 μg/mL (1% 吸收)。

6.2 火焰光度计:以石油气、液化石油气或煤气为燃气。其灵敏度对氧化钾或氧化钠均应高于每分度 0.05 μg/mL。

6.3 分光光度计:符合 GB 9721 规定。

7 试样的制备

7.1 送检单位应按产品标准中的规定或技术要求抽样,使其对全体具有代表性。

7.2 检验单位应按经验公式(6)分取样品量:

$$Q = kd^2 \quad \dots\dots\dots (6)$$

式中: Q ——处理后具有代表性的最低重量,kg;

k ——特性常数,本标准中定为 0.2;

d ——处理后的最大粒径,mm。

将送检样粉碎、过筛、缩分处理成分析试样,使其不失去原送检样的代表性。

7.3 分析试样最大粒径小于 0.09 mm,最低重量不小于 50 g,分析试样在各组分测定之前,须经过 105~110℃ 干燥 2~3 h。

7.4 碱熔试样的制备

称取试样 0.5 g,精确至 0.000 1 g,置于铂坩埚中,取碳酸钠 4 g (或混合熔剂 3 g),将熔剂的三分之二与试样混匀,剩下的三分之一覆盖于上面,先低温加热,逐渐升高至 1 000℃,熔融 10~15 min,取出冷却后,将熔块用热水浸出于 500 mL 烧杯中,加入盐酸(密度 1.19 g/cm³) 20 mL,盖上表皿,待反应停止后用盐酸(1+1)及热水洗净坩埚、坩埚盖及表皿,将烧杯移至沸水浴上,浓缩至硅酸胶体析出仅带少量液体为止(约 10 mL)。取下,冷却至室温,加入丙三醇 10 mL 以除硼,摇匀,再加入聚环氧乙烷溶液(0.05%) 10 mL,搅匀,放置 5 min,加沸水 10 mL 使盐类溶解,然后使用慢速定量滤纸过滤于 250 mL 容量瓶中,用热盐酸(1+19)洗涤 5~6 次,最后用一小片滤纸及带胶头的玻璃棒擦洗烧杯,使沉淀转移完全。再用热水洗涤沉淀至无氯离子,将沉淀移入已恒重的铂坩埚中,加硫酸(1+1) 1 滴,加盖并留一缝隙,先炭化再灰化至白色,然后放入高温炉内于 950~1 000℃ 灼烧 1 h,移入干燥器中冷却至室温,反复操作至恒重,记为 m_1 。润湿上述沉淀后,加入硫酸(1+1) 5 滴和氢氟酸(密度 1.14 g/cm³) 10 mL,先小火

逐渐升温蒸至开始冒白烟,取下冷却再加硫酸(1+1)3滴,氢氟酸5 mL,蒸至白烟逸尽,移入950~1000℃高温炉中灼烧1 h,移入干燥器中冷却至室温,称量,反复操作直至恒重,记为 m_2 (如果残渣超出10 mg须重新称样返工重做)。用焦硫酸钾1 g在500~600℃熔融残渣,冷却后用几滴盐酸(1+1)和少量水加热溶解,并入滤液,稀释至刻度,此溶液称为试液A。此溶液供残留 SiO_2 、 Al_2O_3 、 Fe_2O_3 、 TiO_2 、 CaO 、 MgO 含量的测定。

7.5 酸溶试样的制备

当 SiO_2 含量在98%以上,可用此法制备试液。

称取试样1 g,精确至0.0001 g,置于铂坩埚中,加水湿润,加入1 mL高氯酸(密度1.75 g/cm³)、10 mL氢氟酸(密度1.14 g/cm³),盖上坩埚盖并使之留有间隙,在不沸腾的情况下加热约15 min,打开坩埚盖用少量水洗二遍(洗液并入坩埚内),在普通电热器上小心蒸发至近干,取下坩埚。稍冷后用少量水冲洗坩埚壁,再加3 mL氢氟酸并蒸发至近干,稍冷后加4滴高氯酸,继续蒸发至干,稍冷后加入盐酸(1+1)10 mL,放在普通电热器上加热分解至溶液澄清。用热水将溶液洗至烧杯内,冷却后移至250 mL容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。此溶液称为试液B,以上溶液供 Al_2O_3 、 Fe_2O_3 、 TiO_2 、 CaO 、 MgO 、 K_2O 、 Na_2O 含量的测定。

8 分析步骤

8.1 灼烧减量

8.1.1 测定:称取试样1 g,精确至0.0001 g,置于已灼烧至恒重的坩埚中,将盖斜置于坩埚上,放入高温炉中,从低温逐渐升温至 $1025 \pm 25^\circ\text{C}$,灼烧1 h,取出坩埚于干燥器中冷却至室温,称量,再灼烧15 min,称量,反复操作直至恒重。

8.1.2 结果表述

灼烧减量的百分含量按式(7)计算:

$$\text{灼烧减量}(\%) = \frac{m_1 - m_2}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots(7)$$

式中: m_1 ——灼烧前坩埚及试料质量,g;

m_2 ——灼烧后坩埚及试料质量,g;

m ——试料质量,g。

所得结果应表示至二位小数。

8.2 二氧化硅

8.2.1 聚环氧乙烷凝聚与硅钼蓝光度联用法

8.2.1.1 主二氧化硅的测定:按7.4条步骤进行。

8.2.1.2 残留二氧化硅的测定:分取滤液A 10.0 mL于塑料烧杯中,加入氟化钾溶液(2%)5 mL,混匀放置10 min,加入硼酸溶液(2%)5 mL,摇匀。加对硝基苯酚指示剂溶液1滴,用氢氧化钠溶液(10%)逐滴中和至黄色,然后用盐酸(1+1)中和至黄色消失,再多加4 mL,加钼酸铵溶液(8%)4 mL和乙醇(95%)8 mL,摇匀。于20~40℃放置15 min,然后加盐酸(1+1)20 mL,酒石酸溶液(10%)5 mL,立即加入抗坏血酸溶液(5%)5 mL,移入100 mL容量瓶中,稀释至刻度,摇匀。放置约1 h,以试剂空白为参比,在分光光度计上,于波长650 nm处,用2 cm比色皿测定吸光度。由标准曲线得出相应二氧化硅浓度,然后由式(9)计算出滤液中残余二氧化硅的含量。

8.2.1.3 标准曲线的绘制:准确分取二氧化硅标准溶液(4.52)(0.01 mg/mL)5.0,7.0,9.0,11.0,13.0,15.0 mL,分别移入6个塑料杯中,然后按8.2.1.2条步骤进行,以试剂空白为参比,测其吸光度,并绘制吸光度- SiO_2 浓度标准曲线。

8.2.1.4 结果表述

主二氧化硅含量按式(8)计算:

$$\text{SiO}_2(\text{主})(\%) = \frac{m_1 - m_2}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots(8)$$

式中: m_1 ——沉淀与坩埚质量, g;

m_2 ——氢氟酸处理后残渣与坩埚质量, g;

m ——试料质量, g。

所得结果应表示至二位小数。

残留二氧化硅含量按式(9)计算:

$$\text{SiO}_2(\text{残})(\%) = \frac{c \times 10^{-3} \times 25}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots(9)$$

式中: c ——从标准曲线查出的二氧化硅的浓度, mg/100 mL;

m ——试料质量, g。

所得结果应表示至二位小数。

二氧化硅总量按式(10)计算:

$$\text{SiO}_2(\text{总})(\%) = \text{SiO}_2(\text{主})(\%) + \text{SiO}_2(\text{残})(\%) \quad \dots\dots\dots(10)$$

所得结果应表示至二位小数。

8.2.2 氢氟酸法

当 SiO_2 含量在 98% 以上, 可采用此法。

8.2.2.1 将 8.1 条中测定灼烧减量后的试料加数滴水湿润, 然后加硫酸(1+1)0.5 mL, 氢氟酸(密度 1.14 g/cm³)10 mL, 盖上坩埚盖, 并稍留有空隙, 在不沸腾的情况下加热约 15 min, 打开坩埚盖并用少量水洗二遍(洗液并入坩埚内), 在普通电热器上小心蒸发至近干, 取下坩埚, 稍冷后用水冲洗坩埚壁, 再加氢氟酸(密度 1.14 g/cm³)3 mL 并蒸发至干, 驱尽三氧化硫后放入高温炉内, 逐渐升高至 950~1 000℃, 灼烧 1 h 后, 取出置于干燥器中冷至室温后称量, 如此反复操作(复烧为 30 min)。

8.2.2.2 结果表述

二氧化硅含量按式(11)计算:

$$\text{SiO}_2(\%) = \frac{m_1 - m_2}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots(11)$$

式中: m_1 ——灼烧后坩埚与试料质量, g;

m_2 ——氢氟酸处理后坩埚质量, g;

m ——试料质量, g。

所得结果应表示至二位小数。

8.3 三氧化二铝

三氧化二铝的测定, 采用铜铁试剂-三氯甲烷萃取分离, EDTA 络合滴定法或氟化物取代, EDTA 络合滴定法。

8.3.1 铜铁试剂-三氯甲烷萃取分离, EDTA 络合滴定法

8.3.1.1 测定: 分取试液 A 或 B 25.0 mL 于 250 mL 分液漏斗中, 加盐酸(1+1)10 mL, 铜铁试剂溶液(6%)5 mL, 三氯甲烷 20 mL, 拧好塞子, 振摇 1 min, 重复操作, 直至三氯甲烷层无色为止。待分层后除去三氯甲烷层, 把水相放入 500 mL 三角瓶中, 用水冲洗分液漏斗及塞子, 加入 EDTA 标准溶液(0.02 mol/L)30 mL(Al_2O_3 含量较高时, 可适当增加 EDTA 标准溶液的毫升数), 加热使溶液保持 50℃ 左右, 加 1 滴甲基橙指示剂溶液(0.1%), 用氨水(1+9)调至橙色, 再用盐酸(1+19)调至微红色, 再过量 2 滴, 加热煮沸 7~10 min, 冷却至室温, 加乙酸-乙酸钠缓冲溶液 10 mL, 二甲酚橙指示剂溶液 5 滴, 用乙酸锌标准溶液(0.02 mol/L)滴定至由黄色突变为微红色, 同时做一空白试验。

8.3.1.2 结果表述

三氧化二铝含量由式(12)计算:

$$\text{Al}_2\text{O}_3(\%) = \frac{(V - V_1)KT_{\text{Al}_2\text{O}_3}}{ma \times 10^3} \times 100 \quad \dots\dots\dots(12)$$

式中: V ——空白试验时所消耗的乙酸锌溶液的体积, mL;

V_1 ——滴定试液时所消耗的乙酸锌溶液的体积, mL;

$T_{\text{Al}_2\text{O}_3}$ ——EDTA 标准溶液对三氧化二铝的滴定度, mg/mL;

K ——1 mL 乙酸锌溶液相当于 EDTA 标准溶液的毫升数(即对滴时的体积比);

m ——试料质量, g;

a ——分取试液的体积与总体积之比。

所得结果应表示至二位小数。

8.3.2 氟化钠取代, EDTA 络合滴定法

8.3.2.1 测定: 分取试液 A 或 B 25.0 mL, 置于 500 mL 三角瓶中, 加入 EDTA 标准溶液(0.02 mol/L)30 mL(Al_2O_3 含量较高时, 可适当增加 EDTA 标准溶液的毫升数), 加热使溶液保持 50℃ 左右, 加入甲基橙指示剂溶液(0.1%)1 滴, 用氨水(1+9)调至溶液变成橙色, 再用盐酸(1+19)调成微红色, 再过量 2 滴, 此时溶液的 pH 约为 3.8~4。煮沸 3~5 min, 流水冷却至室温, 加入乙酸-乙酸钠缓冲溶液(pH $\approx$ 5.5)10 mL, 二甲酚橙指示剂溶液(0.2%)5 滴, 用乙酸锌标准溶液(0.02 mol/L)滴定至由黄色突变为微红色。加入 2 g 氟化钠[加入氟化钠后试液的颜色如不是黄色, 可滴加盐酸(1+19)使其变为黄色], 加热煮沸 5 min, 流水冷却至室温, 补加乙酸-乙酸钠缓冲溶液(pH $\approx$ 5.5)5 mL, 再补加二甲酚橙指示剂溶液(0.2%)1 滴, 继续用乙酸锌标准溶液(0.02 mol/L)滴定至溶液由黄色变为微红色。

8.3.2.2 结果表述

三氧化二铝含量由式(13)计算:

$$\text{Al}_2\text{O}_3(\%) = \frac{VKT_{\text{Al}_2\text{O}_3}}{ma \times 10^3} \times 100 - \text{TiO}_2(\%) \times 0.638 \quad \dots\dots\dots(13)$$

式中: V ——第二次消耗的乙酸锌标准溶液的体积, mL;

$T_{\text{Al}_2\text{O}_3}$ ——EDTA 标准溶液对三氧化二铝的滴定度, mg/mL;

K ——1 mL 乙酸锌标准溶液相当于 EDTA 标准溶液毫升数(即对滴时的体积比);

m ——试料质量, g;

a ——分取试液的体积与总体积之比;

0.638——二氧化钛换算三氧化二铝的系数。

所得结果应表示至二位小数。

8.4 三氧化二铁

三氧化二铁含量的测定, 采用邻菲罗啉光度法或火焰原子吸收分光光度法。

8.4.1 邻菲罗啉光度法

8.4.1.1 测定:分取试液 A 或 B 25.0 mL 于 100 mL 容量瓶中(Fe_2O_3 含量较高时,可少取样,大稀释),加抗坏血酸溶液(1%)3 mL,摇匀,放置 10 min。加柠檬酸溶液(1 mol/L)3 mL、对硝基苯酚指示剂溶液(0.5%)1 滴,滴加氨水(1+1)调至黄色,滴加盐酸(1+1)10 滴,加乙酸-乙酸钠缓冲溶液 5 mL、邻菲罗啉溶液(0.4%)3 mL,用水稀释至刻度。放置 15 min,在分光光度计上以试剂空白作参比,于波长 510 nm 处,用 1 cm 比色皿,测定其吸光度。

8.4.1.2 标准曲线的绘制:取三氧化二铁标准溶液(4.56)50 mL,用水稀释至 500 mL,此溶液每毫升含三氧化二铁 0.01 mg。

取每毫升含三氧化二铁 0.01 mg 的标准溶液 5.0, 10.0, 15.0, 20.0 mL, 分别置于 50 mL 容量瓶中,以下按 8.4.1.1 条步骤进行,以试剂空白为参比,测其吸光度,绘制吸光度- Fe_2O_3 浓度标准曲线。

8.4.1.3 结果表述

三氧化二铁的含量由式(14)计算:

$$\text{Fe}_2\text{O}_3(\%) = \frac{c}{ma \times 10^3} \times 100 \quad \dots\dots\dots(14)$$

式中: c ——在标准曲线上查得的三氧化二铁的浓度, mg/100 mL;

m ——试料质量, g;

a ——分取试液体积与总体积之比。

所得结果应表示至二位小数。

8.4.2 火焰原子吸收分光光度法

8.4.2.1 测定:称取试样 0.5 g, 精确至 0.000 1 g, 于铂皿中, 用水润湿, 加高氯酸(密度 1.75 g/cm³)20 滴, 硝酸(密度 1.42 g/cm³)10 滴, 氢氟酸(密度 1.14 g/cm³)10 mL, 小心加热蒸干, 冷却, 如果一次分解不完全, 可重复一次并加热至白烟冒尽。冷却, 加盐酸(1+1)20 mL, 加适量的水, 加热溶解, 过滤于 250 mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度, 此溶液为试液 C。

分取 25.0 mL 试液 C 于 100 mL 容量瓶中(Fe_2O_3 含量较高时, 可少取样, 大稀释), 保持测定试液为 4% 的盐酸酸度。

在已调试好的原子吸收分光光度计上, 用铁空心阴极灯, 于波长 248.3 nm 处, 用乙炔-空气火焰, 以试剂空白作参比测其吸光度。

8.4.2.2 标准曲线的绘制:吸取三氧化二铁标准溶液(4.56)1.0, 2.0, 3.0, 4.0, 5.0, 6.0, 7.0, 8.0, 9.0, 10.0 mL, 置于 10 个 100 mL 容量瓶中, 各加盐酸(1+1)8 mL, 用水稀释至刻度, 摇匀。在已调试好的原子吸收分光光度计上, 用铁空心阴极灯, 于波长 248.3 nm 处, 用乙炔-空气火焰, 以试剂空白为参比测其吸光度, 绘制吸光度- Fe_2O_3 浓度标准曲线。

8.4.2.3 结果表述

三氧化二铁百分含量由式(15)计算:

$$\text{Fe}_2\text{O}_3(\%) = \frac{cV}{ma \times 10^6} \times 100 \quad \dots\dots\dots(15)$$

式中: c ——从标准曲线上查得试液中三氧化二铁的浓度, $\mu\text{g/mL}$;

V ——试液的体积, mL;

a ——分取试液体积与总体积之比;

m ——试料质量, g。

所得结果应表示至二位小数。

8.5 二氧化钛

8.5.1 分取试液 A 或 B 20.0 mL 于 50 mL 容量瓶中(TiO_2 含量较高时,可少取样,大稀释),加抗坏血酸溶液(5%)2 mL,摇匀,加入盐酸(1+1)7 mL,二安替比林甲烷溶液(6%)8 mL,用水稀释至刻度,摇匀。放置 1 h 后,以试剂空白为参比,在分光光度计上,于波长 390 nm 处,用 2 cm 比色皿,测其吸光度,并在标准曲线上查出相应的二氧化钛的浓度。

8.5.2 标准曲线的绘制:在 8 个 50 mL 容量瓶中,分别加入 1.0,2.0,3.0,4.0,5.0,6.0,7.0,8.0 mL 二氧化钛标准溶液($10 \mu\text{g TiO}_2/\text{mL}$),各用硫酸(1+19)补至 8 mL,加水 10 mL,以下按 8.5.1 条步骤进行,绘制吸光度- TiO_2 浓度标准曲线。

8.5.3 结果表述

二氧化钛百分含量由式(16)表示:

$$\text{TiO}_2(\%) = \frac{c \times 10^6}{ma} \times 100 \quad \dots\dots\dots(16)$$

式中: c ——由标准曲线上查得二氧化钛的浓度, $\mu\text{g}/50 \text{ mL}$;

m ——试料质量, g ;

a ——分取试液的体积与总体积之比。

所得结果应表示至二位小数。

8.6 氧化钙和氧化镁

氧化钙和氧化镁的测定,采用 EDTA 络合滴定法或火焰原子吸收分光光度法。

8.6.1 EDTA 络合滴定法

8.6.1.1 氧化钙的测定:分取试液 A 或 B 25.00 mL 于 250 mL 烧杯中,加甲基橙指示剂溶液(0.1%)1 滴,三乙醇胺溶液(1+2)5 mL,滴加氢氧化钾溶液(4 mol/L)至黄色,再加过量 10 mL,补水至 200 mL,以下按 4.59 条步骤进行,同时做一空白试验。

8.6.1.2 氧化镁的测定:分取试液 A 或 B 25.0 mL,加三乙醇胺溶液(1+2)5 mL,氨-氯化铵缓冲溶液($\text{pH} \approx 10$)25 mL、氨水(1+1)25 mL,补水至 200 mL,加甲基百里酚蓝指示剂 30 mg,用 EDTA 标准溶液(0.01 mol/L)滴定至蓝色消失,突变成浅灰色或无色即为终点。同时做一空白试验。

8.6.1.3 结果表述

氧化钙、氧化镁的百分含量分别由式(17)、(18)计算:

$$\text{CaO}(\%) = \frac{(V_1 - V_2)T_{\text{CaO}}}{ma \times 10^3} \times 100 \quad \dots\dots\dots(17)$$

式中: V_1 ——滴定试液时消耗的 EDTA 标准溶液的体积, mL ;

V_2 ——空白试验消耗的 EDTA 标准溶液的体积, mL ;

T_{CaO} ——EDTA 标准溶液对氧化钙的滴定度, mg/mL ;

m ——试料质量, g ;

a ——分取试液体积与总体积之比。

所得结果应表示至二位小数。

$$\text{MgO}(\%) = \frac{[(V_3 - V_4) - (V_1 - V_2)]T_{\text{MgO}}}{ma \times 10^3} \times 100 \quad \dots\dots\dots(18)$$

式中: V_3 ——测定钙镁含量时,试液消耗 EDTA 标准的体积, mL;

V_4 ——测定钙镁含量时,空白试验消耗的 EDTA 标准溶液的体积, mL;

V_1 、 V_2 ——与式(17)中相同;

T_{MgO} ——EDTA 标准溶液对氧化镁的滴定度, mg/mL;

m ——试料质量, g;

a ——分取试液体积与总体积之比。

所得结果应表示至二位小数。

8.6.2 火焰原子吸收分光光度法

8.6.2.1 测定:分取试液 C(8.4.2.1)25.0 mL 于 100 mL 容量瓶中,准确加入氯化锶溶液(20%) 5 mL,盐酸(1+1)8 mL,用水稀释至刻度,在已调试好的原子吸收分光光度计上,分别用钙空心阴极灯,于波长 422.7 nm 处,用镁空心阴极灯,于波长 285.2 nm 处,用乙炔-空气火焰,以试剂空白作参比,测钙和镁的吸光度,用标准曲线法计算氧化钙和氧化镁的百分含量。

8.6.2.2 钙、镁标准曲线的绘制:从钙和镁的标准溶液(4.60 和 4.61)中各吸取 1.0, 2.0, 3.0, 4.0, 5.0, 6.0, 7.0, 8.0, 9.0, 10.0 mL,并等量混合于 10 个 100 mL 容量瓶中,以下按 8.6.2.1 条步骤进行,以试剂空白作参比,分别测定钙和镁的吸光度,并分别绘制吸光度-氧化钙浓度、吸光度-氧化镁浓度标准曲线。

8.6.2.3 结果表述

氧化钙或氧化镁的百分含量分别按式(19)计算:

$$\text{CaO(MgO)}(\%) = \frac{cV}{ma \times 10^6} \times 100 \quad \dots\dots\dots(19)$$

式中: c ——从标准曲线上查得氧化钙(或氧化镁)的浓度, $\mu\text{g/mL}$;

V ——试液的体积, mL;

m ——试料质量, g;

a ——分取试液体积与总体积之比。

所得结果应表示至二位小数。

8.7 氧化钾及氧化钠

8.7.1 测定:称取试样 0.1 g,精确至 0.000 1 g,于铂皿中,加几滴水湿润,加硫酸(1+1)0.5 mL、氢氟酸(密度 1.14 g/cm³)10 mL,小火蒸发至干。冷却后加入热水 20 mL,小火加热 20 min 后,用快速定量滤纸过滤于 100 mL 容量瓶中(如 K₂O、Na₂O 含量较高,可过滤于较大的容量瓶中),用水稀释到刻度,摇匀。置于火焰光度计上,按选定的仪器最佳工作条件,以水作参比进行测定,读取分格值或吸光度。

8.7.2 标准曲线的绘制:从氧化钾和氧化钠混合参比标准溶液(4.63)中分别移取 1.0, 2.0, 3.0, 4.0, 5.0, 6.0, 7.0, 8.0, 9.0, 10.0 mL,分别置于 10 个 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。以下按 8.7.1 条步骤进行,绘制分格-浓度曲线或吸光度-浓度曲线。

8.7.3 结果表述

氧化钾或氧化钠的百分含量分别由式(20)计算:

$$\text{K}_2\text{O}(\text{Na}_2\text{O})(\%) = \frac{cV}{ma \times 10^6} \times 100 \quad \dots\dots\dots(20)$$

式中: c ——在标准曲线上查得氧化钾或氧化钠浓度, $\mu\text{g/mL}$;

V ——试液的体积, mL;

m ——试料质量, g;

a ——分取试液的体积与总体积之比。

所得结果应表示至二位小数。

8.8 一氧化锰

本法适用于测定样品中一氧化锰含量为 0.01%~1% 的样品。

8.8.1 测定:称取试样 0.5 g,精确至 0.000 1 g,于铂皿中,加几滴水湿润,加硫酸(1+1)1 mL,氢氟酸(密度 1.14 g/cm³)10 mL,在电热板上加热蒸发至近干,重复处理一次至冒白烟,冷却,加水 40 mL,硝酸(1+1)10 mL,加热溶解残渣,将溶液过滤于 250 mL 容量瓶中,加水稀释至刻度,摇匀。

分取上述滤液 25.0 mL 于 100 mL 烧杯中,加硫酸(1+1)10 mL,磷酸(1+1)20 mL,加固体高碘酸钾 0.5 g,加热煮沸 3 min,在沸水中保温 15 min,冷却至室温,移入 100 mL 容量瓶中,加水稀释至刻度,摇匀。在分光光度计上,用 2 cm 比色皿,于波长 530 nm 处,以试剂空白为参比,测定吸光度。

8.8.2 标准曲线的绘制:取 6 个 100 mL 烧杯,分别加入一氧化锰标准溶液(4.64)1.0,2.0,3.0,4.0,5.0,6.0 mL。以下按 8.8.1 条步骤进行,以试剂空白为参比,测定吸光度。绘制吸光度-氧化锰浓度标准曲线。

8.8.3 结果表述

一氧化锰的百分含量按式(21)计算:

$$\text{MnO}(\%) = \frac{c}{m \times 25/250 \times 10^3} \times 100 \quad \dots\dots\dots(21)$$

式中: c ——从标准曲线上查得分取试液中一氧化锰的浓度, mg/100 mL;

m ——试料质量, g。

所得结果应表示至二位小数。

8.9 五氧化二磷

本法适用于五氧化二磷含量在 0.01%~0.5% 之间的样品。

8.9.1 测定:称取试样 0.5 g,精确至 0.000 1 g,于铂皿中,加几滴水湿润,加浓硝酸 5 mL,氢氟酸 10 mL,加热蒸发至近干,重复处理一次。加硝酸(1+1)20 mL、热水 40 mL 溶解残渣,将溶液过滤于 250 mL 容量瓶中,加水稀释至刻度,摇匀。

分取 50.0 mL 试液于 100 mL 容量瓶中,加硝酸(1+2)15 mL,准确加入钒酸铵溶液(0.125%)10 mL,加入钼酸铵溶液(5%)10 mL,在 20℃ 以上放置 15 min,稀释至刻度,摇匀。在分光光度计上,于波长 390 nm 处,用 1 cm 比色皿,以试剂空白为参比,测定吸光度。

8.9.2 标准曲线的绘制:取 5 个 100 mL 容量瓶,分别加入五氧化二磷标准溶液(4.65)1.0,2.0,4.0,6.0,8.0 mL。以下按 8.9.1 条步骤进行,以试剂空白为参比,测定吸光度。绘制吸光度-五氧化二磷浓度标准曲线。

8.9.3 结果表述

五氧化二磷百分含量按式(22)计算:

$$\text{P}_2\text{O}_5 = \frac{c}{m \times 25/250 \times 10^3} \times 100 \quad \dots\dots\dots(22)$$

式中: c ——从标准曲线上查得分取试液中的五氧化二磷的浓度, mg/100 mL;

m ——试料质量, g。

所得结果应表示至二位小数。

8.10 三氧化硫

8.10.1 称取试样 1 g,精确至 0.000 1 g,置于预先装入 12~15 g 混合熔剂 B(4.7)的瓷坩埚中,混匀。