

玻璃陶瓷原料与 成品的分析

(修订第二版)

建筑材料科学研究院 編

中国建筑工业出版社

本书共分三篇，第一篇快速容量分析；第二篇特种玻璃、陶瓷与原料的分析；第三篇光谱分析。

本书可供玻璃陶瓷生产检验人员和有关科研人员和参考。

玻璃陶瓷原料与成品的分析

（修订第二版）

建筑材料科学研究院 編

*

中国建筑工业出版社出版（北京西外向东路19号）

新华书店北京发行所发行 各地新华书店经售

北京印刷六厂印刷

*

开本：787×1092 1/32 印张：12 1/2 字数：269千字

1970年9月原中国工业出版社第一版·1970年9月第一次印刷

1972年12月修订第二版

1972年12月第一次印刷

印数：1-9,350册

定价：1.05 元

书号：15040·3030

目 录

第一篇 快速容量分析

概论	1
氟硅酸钾法测定二氧化硅原理概述	1
络合滴定的有关基本概念	3
(1) EDTA 的简单介绍	4
(2) 络合物稳定常数	5
(3) 络合滴定的金属指示剂	6
(4) 络合滴定的方法	12
(5) 影响络合滴定的几个因素	13
第一章 硅砂及高硅质制品 (包括平板玻璃、玻璃纤维等) 的分析	16
第一节 二氧化硅的测定	16
第二节 氧化铁的测定	18
(1) 光电比色法	18
(2) 目视比色法	20
(3) 络合滴定法	21
第三节 氧化铝的测定	22
第四节 氧化钙的测定	24
第五节 氧化镁的测定	26
第六节 三氧化硫的测定	27
第七节 氟的测定	29
第八节 硼的测定	31
第九节 氧化钾和氧化钠的测定	33
(1) 火焰光度法	33
(2) 氧化钾的重量法测定	34

(3) 氧化鈉的重量法測定·····	36
第二章 鉛鈮鋅玻璃快速分析·····	38
第一節 二氧化矽的測定·····	38
第二節 氧化鉛和氧化鈮的測定·····	38
第三節 氧化鐵和氧化鋅的測定·····	40
第四節 氧化鋁的測定·····	42
第五節 氧化鈣的測定·····	43
第六節 氧化鎂的測定·····	44
第七節 氧化鉀和氧化鈉的測定·····	45
第三章 鈾玻璃快速分析·····	45
第一節 二氧化矽的測定·····	45
第二節 氧化鈾的測定·····	45
第三節 鐵、鋁、鈣、鎂的測定·····	47
(1) 氧化鐵的測定·····	48
(2) 氧化鋁的測定·····	49
(3) 氧化鈣和氧化鎂的測定·····	50
第四章 玻璃配合料均勻度的分析·····	51
第一節 純鹼的測定·····	51
第二節 碳酸鈣(鎂)的測定·····	52
第三節 芒硝的測定·····	54
第四節 水不溶物的測定·····	56
第五節 酸不溶物的測定·····	56
第五章 玻璃配合料均勻度的簡易分析·····	56
第一節 酸不溶物的測定·····	56
第二節 水不溶物的測定·····	57
第六章 陶瓷坯料、粘土、長石、鋁礬土、高鋁陶瓷、 滑石快速分析·····	57
第一節 燒失量的測定·····	57
第二節 二氧化矽的測定·····	58

第三节	氧化铁的测定	60
(1)	光电比色法	60
(2)	络合滴定法	62
第四节	氧化钛的测定	63
(1)	络合滴定法	63
(2)	光电比色法	65
第五节	氧化铝的测定	66
第六节	氧化钙的测定	67
第七节	氧化镁的测定	68
第八节	三氧化硫的测定	70
第九节	氧化钾和氧化钠的测定	71
第七章	锡铅钡锆釉的分析	72
第一节	烧失量的测定	72
第二节	二氧化硅的测定	73
第三节	氧化锡的测定	73
第四节	氧化铅和氧化钡的测定	75
第五节	氧化铁、氧化锌和氧化铝的联合滴定	77
第六节	氧化钙的测定	79
第七节	氧化镁的测定	80
第八节	氧化锆的测定	82
第九节	氧化硼的测定	83
第十节	氧化钾和氧化钠的测定	85
第八章	锆耐火材料(锆刚玉、锆英石、锆莫来石)快速分析	87
第一节	二氧化硅的测定	87
第二节	氧化锆的测定	89
第三节	氧化铝的测定	90
第四节	氧化铁的测定	91
第五节	氧化钛的测定	93

第六节	氧化鈣的測定	94
第七节	氧化鎂的測定	95
第八节	氧化鉀和氧化鈉的測定	96
第九章	铬刚玉 (包括铬矿渣) 快速分析	97
第一节	二氧化硅的測定	97
第二节	氧化铬的測定	97
	(1) 氧化还原滴定法	97
	(2) 光电比色法	99
第三节	氧化铝的測定	100
第四节	氧化鉄的測定	103
第五节	氧化鈦的測定	103
第六节	氧化鈣的測定	104
第七节	氧化鎂的測定	105
第八节	氧化鉀和氧化鈉的測定	106
第十章	铬铁矿的分析	107
第一节	二氧化硅的測定	107
第二节	氧化铬的測定	107
第三节	氧化亚鉄的測定	108
第四节	三氧化二鉄的測定	110
第五节	氧化铝的測定	111
第六节	氧化鈣的測定	113
第七节	氧化鎂的測定	114
第八节	五氧化二磷的測定	115
第十一章	石灰石、苦灰石的分析	117
第一节	二氧化硅的測定	117
第二节	氧化鉄的測定	118
第三节	氧化铝的測定	119
第四节	氧化鈣的測定	120
第五节	氧化鎂的測定	121

第十二章	纯碱的分析	122
第一节	水分的测定	122
第二节	氧化钠的测定	123
第十三章	石英的简易分析	123
第十四章	硼砂的分析	124
第一节	氧化钠的测定	124
第二节	三氧化二硼的测定	125
第十五章	硼酸的分析	127
第十六章	芒硝快速分析	128
第一节	氯化钠的测定	128
第二节	硫酸根总浓度的测定	130
第三节	氧化钙的测定	131
第四节	氧化镁的测定	132
第五节	硫酸钠的测定	133
第十七章	萤石快速分析	133
第一节	二氧化硅的测定	133
第二节	碳酸钙 (包括硫酸钙) 的测定	135
第三节	氟化钙的测定	136
第四节	氧化铁和氧化铝的测定	137
第十八章	铅丹分析	140
第一节	氧化铅 ($2\text{PbO} \cdot \text{PbO}_2$) 总量的测定	140
第二节	氧化铁的测定	141
第十九章	锰粉分析	143
第二十章	氧化锌分析	144
第二十一章	三氧化二砷的分析	145
第二十二章	氧化铋分析	146
第一节	三氧化二铋的测定	146
第二节	铋的总量测定	148
第三节	五氧化二铋的测定	149

第二十三章 水玻璃分析	150
第一节 二氧化硅的測定	150
第二节 氧化鈉的測定	151
第二十四章 氧化鉻的分析	152
第二篇 特种玻璃、陶瓷与原料的分析	
第一章 粘土的分析	155
第一节 燒失量的測定	156
第二节 二氧化硅的測定	157
第三节 混合氧化物的測定	159
第四节 氧化鉄的測定	161
第五节 氧化鈦的測定	162
第六节 氧化铝的測定	163
第七节 氧化鈣的測定	164
第八节 氧化鎂的測定	165
第九节 三氧化硫的測定	167
第十节 氧化鉀和氧化鈉的測定	168
第二章 石灰石、苦灰石的分析	169
第一节 燒失量的測定	170
第二节 二氧化硅的測定	171
第三节 氧化铝的測定	172
第四节 氧化鉄的測定	173
第五节 氧化鈣的測定	173
第六节 氧化鎂的測定	175
(1) 8-羥基喹啉法 (用于石灰石試样)	175
(2) 磷酸鉍鎂法 (用于苦灰石試样)	175
第三章 紅粉的分析	177
第一节 二氧化硅的測定	179
第二节 混合氧化物的測定	179
第三节 氧化鉄的測定	180

第四章 锆英石(锆刚玉)的分析	182
第一节 烧失量的测定	183
第二节 二氧化硅的测定	183
第三节 混合氧化物的测定	184
第四节 氧化铁和氧化钛的测定	185
第五节 氧化锆的测定	185
第六节 氧化铝的测定	186
第七节 氧化钙和氧化镁的测定	186
第八节 氧化钾和氧化钠的测定	187
第五章 氧化钛的分析	187
第六章 氧化镍的分析	188
第七章 氧化铈的分析	190
第八章 氟化铈的分析	192
第一节 铈的测定	194
第二节 氟的测定	196
第九章 平板玻璃的分析	197
第一节 二氧化硅的测定	199
第二节 混合氧化物的测定	201
第三节 氧化铁的测定	203
第四节 氧化铝的测定	205
第五节 氧化钙的测定	205
第六节 氧化镁的测定	206
第七节 三氧化硫的测定	207
第八节 氧化钾的测定	208
第九节 氧化钠的测定	209
第十章 含氟玻璃的分析	211
第一节 氟的测定	212
(1) 硝酸钍容量法	212
(2) 氟氯化铅重量法	215

(3) 鋅—SPADNS 比色法	216
第二节 硅、鉄、鋁、鈣、鎂、鉀、鈉的測定	216
第十一章 錫鉛鋇鋯鋅硼釉的分析	217
第一节 二氧化硅的測定	219
第二节 氧化錫的測定	220
第三节 氧化鉛的測定	222
(1) 鉻酸鉛重量法	222
(2) 碘量法	223
第四节 氧化鋇的測定	224
第五节 混合氧化物的測定	225
第六节 氧化鉄的測定	227
第七节 氧化鋯的測定	227
第八节 氧化鋁的測定	228
第九节 氧化鋅的測定	228
第十节 氧化鈣的測定	229
第十一节 鎂、鉀、鈉的測定	229
第十二节 硼的測定	230
第十二章 錫鈳釉的分析	232
第一节 五氧化二鈳的測定	233
第二节 二氧化錫的測定	234
第十三章 二硅化鉬的分析	235
第一节 总硅量的測定	237
第二节 游离硅的測定	238
第三节 总鉬量的測定	238
(1) 氧化还原法	238
(2) 鉬酸鉛重量法	239
第四节 游离鉬的測定	241
(1) 氧化还原法	241
(2) 鉬酸鉛重量法	242

第十四章	砷硫铈玻璃的分析	242
第一节	砷的测定	244
第二节	硫的测定	246
第三节	铈的测定	247
第十五章	砷硫碘玻璃的分析	248
第一节	砷的测定	250
第二节	碘的测定	251
第三节	硫的测定	252
第十六章	磷钾银钡铝玻璃(包括偏磷酸铝银)的分析	253
第一节	磷的洗提和测定	256
第二节	氧化钾的洗提和测定	257
第三节	氧化银的洗提和测定	258
第四节	氧化钡的洗提和测定	259
第五节	氧化铝的洗提和测定	259
第十七章	磷铝铍硅玻璃的分析	260
第一节	磷的洗提和测定	262
第二节	铍和铝的洗提和测定	262
	(1) 氧化铍的测定	262
	(2) 氧化铝的测定	263
第三节	二氧化硅的测定	263
第十八章	磷铝锂钠银硼玻璃的分析	264
第一节	磷的洗提和测定	266
第二节	锂、钠的洗提和测定	266
第三节	铝、银的洗提和测定	267
第四节	氧化硼的测定	267
第十九章	磷铝锂镁硼银玻璃的分析	268
第一节	磷的洗提和测定	270
第二节	锂的洗提和测定	270

第三节	銀、鎂的洗提和測定	270
第四节	鋁的洗提和測定	271
第五节	硼的測定	271
第二十章	磷鋁鋰鋇錳鎂硅玻璃的分析	271
第一节	磷的測定	273
第二节	鋰的測定	273
第三节	鋁、鋇、錳、鎂的分离和測定	273
(1)	氧化鋁的測定	273
(2)	氧化鋇的測定	274
(3)	氧化鎂的測定	274
(4)	氧化錳的測定	275
第四节	二氧化硅的測定	276
第二十一章	偏磷酸鈣的分析	276
第一节	氧化鈣的測定	276
第二节	五氧化二磷的測定	277
第二十二章	碲鈉鋁鋇鐳氟硅碲酸盐玻璃的分析	277
第一节	二氧化碲的測定	282
第二节	氧化鈉的測定	283
第三节	氧化鋁的測定	283
第四节	氧化鋇的測定	284
第五节	氧化鐳的測定	284
第六节	氟的測定	285
第七节	二氧化硅的測定	285
第二十三章	鋇鈣鐳硅玻璃的分析	285
第二十四章	錳鋁鋇鈣鐳玻璃的分析	286
第二十五章	玻璃中铯的分析	288
第二十六章	氮化鋁中氮的分析	289
第二十七章	玻璃中少量錳的測定	291
第一节	过硫酸銨法	292

第二节 过碘酸钾法·····	293
第二十八章 玻璃中少量砷的测定·····	294
第二十九章 玻璃中少量铈的测定·····	296
第三十章 硒红玻璃中少量二氧化硒的比色测定·····	297
第一节 氯化亚锡还原法·····	298
第二节 3,3'-二氨基联苯胺法·····	299
第三十一章 玻璃中氧化亚铁的测定·····	301
第三十二章 磷酸盐玻璃中微量钐的分光光度测定·····	302
第三十三章 磷酸盐中微量铁的测定·····	304
第三十四章 碳酸钡的分析·····	306
第一节 烧失量的测定·····	306
第二节 氧化钡的测定·····	307
第三十五章 氧化锆的分析·····	308
第一节 二氧化硅的测定·····	308
第二节 二氧化锆的测定·····	309

第三篇 光 谱 分 析

第一章 砂中杂质铁和铝的光谱定量测定·····	312
第二章 砂中微量杂质铬的光谱定量测定·····	313
第三章 石英玻璃(水晶、石英砂)中微量杂质元素的 化学光谱定量测定·····	315
第一节 铝、镍、铁、铅、锡、钛、铜、锰、钙、镁等十种 杂质元素的测定·····	316
第二节 硼的测定·····	319
第四章 氧化铝中杂质的光谱定量测定·····	320
第一节 方法之一——硅、铁、钙、镁、钛、铬、锰、锆等 八种杂质元素的测定·····	320
第二节 方法之二——硅、铁、钙、镁、钛、铬、锰、锆、 钾、钠等十种元素的测定·····	322

第五章	氧化铍中杂质的光谱定量测定	324
第六章	玻璃中镧、铈、镨、钕的光谱定量测定	326
第七章	石英玻璃及其原料中微量杂质的分光光度法测定	328
第一节	試样的分解	328
第二节	铝的测定	328
第三节	钙的测定	330
第四节	镁的测定	331
第五节	铁的测定	333
第六节	钛的测定	334
第七节	铜的测定	336
第八节	锰的测定	337
第九节	镍的测定	338
第十节	铬的测定	340
第十一节	硼的测定	341
第十二节	石英玻璃中微量碳的目视比色法测定	343
第十三节	磷、砷的連續測定	348

附 录

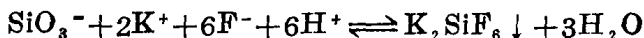
附录一	試剂配制及标定	352
附录二	常用无机化合物在水中的溶解度 (20°C)	365
附录三	酸、碱的比重及浓度	368
	常用酸的比重和当量浓度	369
附录四	1961年国际原子量表	370
附录五	各种酸、碱指示剂的配制及其pH变色范围 (按pH0~14为序)	372
附录六	金属离子—EDTA絡合物的稳定常数	378
附录七	緩冲溶液的配制	379
附录八	常用玻璃陶瓷原料的組成	380
附录九	铂器的使用規則	382

第一篇 快速容量分析

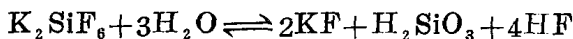
概 论

氟硅酸钾法测定二氧化硅原理概述

氟硅酸钾容量法测定二氧化硅是根据可溶性硅酸在硝酸溶液中与过量的钾离子、氟离子作用，定量生成氟硅酸钾 (K_2SiF_6) 沉淀。



沉淀在热水中水解，生成氢氟酸。生成的氢氟酸，可用氢氧化钠标准溶液滴定，借以求得试样中二氧化硅的含量。



欲使反应进行完全，获得理想的测定结果，首先要使不溶性的二氧化硅转变成可溶性的硅酸；其次要保证测定溶液有合适的沉淀条件（沉淀溶液的酸度、温度、体积及钾离子、氟离子的加入量）；再者就是充分保证氟硅酸钾完全水解的条件。

试样的熔融，是把不溶性的二氧化硅完全转变成可溶性硅酸的过程。较适宜的熔融剂是氢氧化钾、碳酸钾。氟硅酸钾法测定二氧化硅应避免大量的钠离子参予反应，因为有钠离子存在易生成氟硅酸钠沉淀，此沉淀溶解度较氟硅酸钾的

溶解度大^①。同时当试样中含有较高的铝及钛时钠离子与其生成氟铝酸盐 (Na_3AlF_6)，氟钛酸盐 (Na_2TiF_6) 沉淀。此类沉淀与热水水解，游离出氢氟酸，使分析结果偏高，故不采用氢氧化钠和碳酸钠做熔融剂。对于含锰较高的试样，用氢氧化钾熔融，经硝酸处理后，产生七价锰的红紫色和四价锰的褐色沉淀，均影响终点观察。为避免此现象，可逐滴加入30% 过氧化氢至沉淀消失、颜色褪去，再测定二氧化硅，可得到满意结果。此外，采用氢氧化钾在镍坩埚中熔融试样有广泛的使用价值。对于一些含有铅、锡、铜等重金属试样，镍坩埚不怕腐蚀。对于含氟试样，因为氢氧化钾熔点低 (360.4°C)，熔融速度快。不会使之要测定的二氧化硅生成四氟化硅气体挥发，而获得满意的结果，这是铂金坩埚所不能及的。尤其重要的是，采用镍坩埚节省了铂金坩埚，符合自力更生勤俭建国方针。

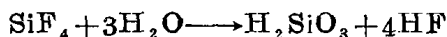
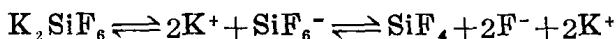
氟硅酸钾沉淀必须在塑料烧杯中进行。溶液的体积控制在40毫升左右，沉淀时的温度在 25°C 以下，溶液的酸度不能低于3N（硝酸酸度）。再将溶液以氯化钾过饱和，加入过量的氟化钾，溶液中之可溶性硅酸完全转变成氟硅酸钾沉淀。如果溶液的体积较大或温度较高，使氟硅酸钾的溶解度增大而使沉淀不完全。原理所述加入过量的氯化钾，氟化钾对沉淀是有利的，但是过量不适当或溶液中有较高的铝及钛时，

① 氟硅酸钾、钠在水中的溶解度(克/100毫升水):

化 合 物 \ 温 度	17.5°C	100°C
Na_2SiF_6	0.652	2.454
K_2SiF_6	0.120	0.954

氟离子除了与溶液中的铝、钛生成稳定的络离子 AlF^{-2} 、 TiF_6^{-2} 外，并相应的生成氟铝酸盐(K_3AlF_6)氟钛酸盐(K_2TiF_6)沉淀。而溶液的酸度过低也容易生成类似及其它盐类的氟化物沉淀而干扰测定。故此类样品在操作过程中应适当控制KF的加入量。

氟硅酸钾沉淀的水解在整个二氧化硅测定过程中有两种主要倾向：一种是在滴定前它的水解发生是局部的，少量的，往往产生在过滤、洗涤、中和残余酸等操作步骤，对分析结果影响很大。为防止这一不利因素发生，可直接用定性快速滤纸过滤，用5%的氯化钾溶液洗涤沉淀2~3次，然后用5%酒精氯化钾溶液作抑制剂，用氢氧化钠溶液中和沉淀和滤纸上的残余酸，严格操作可以避免沉淀的水解。其二是水解滴定，要求水解完全。将沉淀与沸腾的热水作用产生水解反应，这一过程实际上是分步进行的。



水解反应的速度，主要取决于氟硅酸离子的解离反应。因此在中和沉淀所用的氯化钾酒精溶液不易过多，否则，过量的钾离子影响氟硅酸离子的解离反应。溶液的温度不应低于70°C，温度愈高，则愈有利于氟硅酸钾沉淀的水解。

络合滴定的有关基本概念

络合滴定是基于一定条件下，络合剂与金属离子迅速定量生成络合物。目前络合滴定中用得最广泛的络合剂就是EDTA，指示滴定终点的最简便有效的方法是采用金属指示剂。

为了使操作者能够理解本书中的基本操作原理，我们在