



中国
国家
标准
汇编

2006年 修订-2



中国国家标准汇编

2006 年修订-2

中国标准出版社 编

中国标准出版社

北 京

图书在版编目 (CIP) 数据

中国国家标准汇编: 2006 年修订. 2/中国标准出版社
编. —北京: 中国标准出版社, 2007

ISBN 978-7-5066-4595-9

I. 中… II. 中… III. 国家标准-汇编-中国-2006
IV. T-652.1

中国版本图书馆 CIP 数据核字 (2007) 第 102633 号

中国标准出版社出版发行
北京复兴门外三里河北街 16 号

邮政编码: 100045

网址 www.spc.net.cn

电话: 68523946 68517548

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷

各地新华书店经销

*

开本 880×1230 1/16 印张 40 字数 1 188 千字

2007 年 8 月第一版 2007 年 8 月第一次印刷

*

定价 180.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换

版权专有 侵权必究

举报电话: (010) 68533533

ISBN 978-7-5066-4595-9



9 787506 645959 >

出版说明

1.《中国国家标准汇编》是一部大型综合性国家标准全集,自 1983 年起,按国家标准顺序号以精装本、平装本两种装帧形式陆续分册汇编出版。《汇编》在一定程度上反映了我国建国以来标准化事业发展的基本情况和主要成就,是各级标准化管理机构,工矿企事业单位,农林牧副渔系统,科研、设计、教学等部门必不可少的工具书。

2. 由于标准的动态性,每年有相当数量的国家标准被修订,这些国家标准的修订信息无法在已出版的《汇编》中得到反映。为此,自 1995 年起,新增出版在上一年度被修订的国家标准的汇编本。

3. 修订的国家标准汇编本的正书名、版本形式、装帧形式与《中国国家标准汇编》相同,视篇幅分设若干册,但不占总的分册号,仅在封面和书脊上注明“2006 年修订-1,-2,-3,……”等字样,作为对《中国国家标准汇编》的补充。读者配套购买则可收齐前一年新制定和修订的全部国家标准。

4. 修订的国家标准汇编本的各分册中的标准,仍按顺序号由小到大排列(不连续);如有遗漏的,均在当年最后一分册中补齐。

5. 2006 年度发布的修订国家标准分 27 册出版。本分册为“2006 年修订-2”,收入新修订的国家标准 55 项。

中国标准出版社

2007 年 6 月

目 录

GB/T 1509—2006	锰矿石	硅含量的测定	高氯酸脱水重量法	1
GB/T 1510—2006	锰矿石	铝含量的测定	EDTA 滴定法	7
GB/T 1511—2006	锰矿石	钙和镁含量的测定	EDTA 滴定法	13
GB/T 1513—2006	锰矿石	钙和镁含量的测定	火焰原子吸收光谱法	21
GB/T 1516—2006	锰矿石	砷含量的测定	二乙氨基二硫代甲酸银分光光度法	29
GB/T 1525—2006	制图纸			35
GB/T 1527—2006	铜及铜合金拉制管			40
GB/T 1557—2006	硅晶体中间隙氧含量的红外吸收测量方法			51
GB/T 1637—2006	可溶性还原染料	色光和强度的测定		59
GB/T 1639—2006	可溶性还原染料	溶解度的测定		67
GB/T 1652—2006	色酚 AS			71
GB/T 1653—2006	邻、对硝基氯苯			81
GB/T 1655—2006	硫化黑 3B、4B、3BR、2RB(硫化黑 BN、BRN、B2RN、RN)			91
GB/T 1690—2006	硫化橡胶或热塑性橡胶耐液体试验方法			97
GB/T 1706—2006	二氧化钛颜料			111
GB/T 1768—2006	色漆和清漆	耐磨性的测定	旋转橡胶砂轮法	121
GB/T 1819.14—2006	锡精矿化学分析方法	铜量的测定	火焰原子吸收光谱法	135
GB/T 1819.15—2006	锡精矿化学分析方法	氟量的测定	离子选择电极法	141
GB/T 1819.16—2006	锡精矿化学分析方法	银量的测定	火焰原子吸收光谱法	147
GB/T 1819.17—2006	锡精矿化学分析方法	汞量的测定	冷原子吸收光谱法	153
GB/T 1835—2006	系列 1 集装箱	角件		158
GB/T 1845.2—2006	塑料	聚乙烯(PE)模塑和挤出材料	第 2 部分:试样制备和性能测定	185
GB/T 1910—2006	新闻纸			195
GB 1922—2006	油漆及清洗用溶剂油			201
GB/T 1957—2006	光滑极限量规	技术条件		209
GB 1971—2006	旋转电机	线端标志与旋转方向		221
GB/T 1992—2006	集装箱术语			244
GB/T 2102—2006	钢管的验收、包装、标志和质量证明书			269
GB 2367—2006	工业业硝酸钠			277
GB/T 2377—2006	还原染料	色光和强度的测定		287
GB/T 2381—2006	染料及染料中间体	不溶物质含量的测定		293
GB/T 2386—2006	染料及染料中间体	水分的测定		299
GB/T 2387—2006	反应染料	色光和强度的测定		311
GB/T 2389—2006	反应染料	水解染料与标准样品相对含量的测定		317
GB/T 2391—2006	反应染料	固色率的测定		321
GB/T 2392—2006	染料	热稳定性的测定		327
GB/T 2394—2006	分散染料	色光和强度的测定		331

GB/T 2400—2006	阳离子染料	染腈纶时配伍指数的测定	337
GB/T 2401—2006	阳离子染料	染腈纶时纤维饱和值、染料饱和值及饱和因数的测定	343
GB/T 2403—2006	阳离子染料	染腈纶时染浴 pH 适应范围的测定	349
GB 2404—2006	氯苯		355
GB/T 2405—2006	蒽醌		363
GB/T 2423.3—2006	电工电子产品环境试验	第 2 部分:试验方法 试验 Cab:恒定湿热试验	375
GB/T 2423.37—2006	电工电子产品环境试验	第 2 部分:试验方法 试验 L:沙尘试验	383
GB/T 2423.55—2006	电工电子产品环境试验	第 2 部分:试验方法 试验 Eh:锤击试验	424
GB/T 2423.56—2006	电工电子产品环境试验	第 2 部分:试验方法 试验 Fh:宽带随机振动 (数字控制)和导则	446
GB/T 2424.5—2006	电工电子产品环境试验	温度试验箱性能确认	474
GB/T 2424.6—2006	电工电子产品环境试验	温度/湿度试验箱性能确认	482
GB/T 2424.7—2006	电工电子产品环境试验	试验 A 和 B(带负载)用温度试验箱的测量	489
GB/T 2449—2006	工业硫磺		499
GB/T 2484—2006	固结磨具	一般要求	525
GB/T 2546.1—2006	塑料	聚丙烯(PP)模塑和挤出材料 第 1 部分:命名系统和分类基础	543
GB/T 2609—2006	显微镜	物镜	551
GB/T 2624.1—2006	用安装在圆形截面管道中的差压装置测量满管流体流量	第 1 部分: 一般原理和要求	559
GB/T 2624.2—2006	用安装在圆形截面管道中的差压装置测量满管流体流量	第 2 部分: 孔板	589



中华人民共和国国家标准

GB/T 1509—2006
代替 GB/T 1509—1979



2006-09-12 发布

2007-02-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会 发布

前 言

本标准修改采用国际标准 ISO 5890:1981(E)《锰矿石和锰精矿—硅含量的测定—重量法》。

本标准与 ISO 5890:1981 比较,其主要变化如下:

- 本标准适用于不含氟的锰矿石和锰精矿中硅含量的测定;
- 试料分解时本标准不加高氯酸;
- 残渣熔融及沉淀灼烧温度由 1 000℃~1 100℃修改为 950℃~1 000℃;
- 沉淀洗涤增加了用硫氰酸铵溶液检验步骤。

本标准代替 GB/T 1509—1979《锰矿石中二氧化硅量的测定》。

本标准与 GB/T 1509—1979 比较,其主要变化如下:

- 酸不溶残渣用无水碳酸钠熔融,免去了除硼步骤;
- 对测定允许差进行了修改。

本标准由中国钢铁工业协会提出。

本标准由冶金工业信息标准研究院归口。

本标准起草单位:桂林矿产地质研究院。

本标准主要起草人:靳晓珠、杨仲平、李赋屏、黄华鸾、陈祝炳。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为:

- GB/T 1509—1979。

锰矿石 硅含量的测定

高氯酸脱水重量法

警告:使用本标准的人员应有正规实验室工作的实践经验。本标准并未指出所有可能的安全问题。使用者有责任采取适当的安全和健康措施,并保证符合国家有关法规规定的条件。

1 范围

本标准规定了用高氯酸脱水重量法测定硅含量。

本标准适用于不含氟的锰矿石和锰精矿中硅含量的测定,测定范围(质量分数):0.50%~20.00%。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件,其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本标准,然而,鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件,其最新版本适用于本标准。

GB/T 2011 散装锰矿石取样、制样方法(GB/T 2011—1987, neq ISO 3081:1983)

GB/T 14949.8 锰矿石化学分析方法 湿存水量的测定(GB/T 14949.8—1994, eqv ISO 310:1981)

3 原理

试料用盐酸、硝酸分解,过滤,残渣用碳酸钠熔融,浸出液与主液合并,加高氯酸使硅酸脱水,将沉淀灼烧、称量,然后用氢氟酸挥发除硅,灼烧、称量,由氢氟酸处理前后的质量差计算硅含量。

4 试剂和材料

除非另有说明,在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和蒸馏水或与其纯度相当的水。

- 4.1 无水碳酸钠。
- 4.2 盐酸, $\rho=1.19\text{ g/mL}$ 。
- 4.3 盐酸, 1+4。
- 4.4 盐酸, 1+9。
- 4.5 硝酸, $\rho=1.40\text{ g/mL}$ 。
- 4.6 硫酸, 1+1。
- 4.7 高氯酸, $\rho=1.67\text{ g/mL}$ 。
- 4.8 氢氟酸, $\rho=1.15\text{ g/mL}$ 。
- 4.9 过氧化氢, $\rho=1.11\text{ g/cm}^3$ 。
- 4.10 硫氰酸铵溶液, 50 g/L。

5 仪器

分析中使用通常的实验室仪器及设备。

6 取制样

按照 GB/T 2011 规定进行取制样,试样应通过 0.080 mm 筛孔。

7 分析步骤

7.1 试料量

按表 1 称取风干试料,精确至 0.000 1 g。
同时按 GB/T 14949.8 测定湿存水含量。

表 1

硅含量(质量分数)/%	试料量/g
0.50~2.00	2.0
>2.00~10.00	1.0
>10.00~20.00	0.5

7.2 空白试验

随同试料进行空白试验。

7.3 测定

7.3.1 试料的分解

将试料(7.1)置于 250 mL~300 mL 烧杯中,用少量水润湿试料,盖上表面皿,加入 15 mL~30 mL 盐酸(4.2),缓慢加热分解,加入 2 mL~3 mL 硝酸(4.5),加热至不再有氮氧化物产生,加入 30 mL~40 mL 热水,滴加 2 滴~3 滴过氧化氢(4.9)将高价锰还原为低价,加热煮沸 2 min~3 min,用加有少许纸浆的中速定量滤纸过滤,用带橡皮头的玻璃棒将烧杯中的残渣转至滤纸上,用热盐酸(4.4)洗涤烧杯和残渣 4 次~6 次,热水洗涤 3 次~4 次,收集滤液及洗液于 500 mL 烧杯中留作主液。

7.3.2 残渣的处理

将残渣连同滤纸转入铂坩埚中,低温加热干燥、炭化,置于 700℃~750℃ 马弗炉中灰化,取出,冷却。加入 3 g 无水碳酸钠(4.1),混匀,再覆盖 1 g 无水碳酸钠(4.1)。将铂坩埚置于 950℃~1 000℃ 马弗炉中熔融 10 min~15 min,呈均匀的熔体,取出,冷却。

将铂坩埚置于原溶样用的烧杯中,加入 50 mL 热盐酸(4.3),加热溶解熔融物,用水洗净铂坩埚并取出,将浸取液与主液合并。

7.3.3 硅的分离

加入 30 mL 高氯酸(4.7)于 7.3.2 所得溶液中,加热蒸发至开始冒高氯酸白烟,盖上表面皿,继续加热至高氯酸浓烟回流 15 min~20 min。取下,溶液冷却后,加入 40 mL~50 mL 热水、2 滴~3 滴过氧化氢(4.9),加入 5 mL 盐酸(4.2),加热溶解可溶性盐类至溶液清亮,立即用加有少许纸浆的中速定量滤纸过滤,用带有橡皮头的玻璃棒将烧杯中的硅沉淀物转至滤纸上。

先用冷水洗涤烧杯和沉淀 2 次~3 次,再用热盐酸(4.4)洗涤至无铁离子[以硫氰酸铵溶液(4.10)检验],最后用冷水洗涤 2 次~3 次。对硅含量(质量分数)在 10%以下的样品,弃去滤液和洗液。对硅含量(质量分数)在 10%以上的样品,在滤液中加入 20 mL 高氯酸(4.7),重复蒸发冒烟、过滤、洗涤,所得沉淀按操作步骤 7.3.4 处理。

7.3.4 硅沉淀的处理

将沉淀连同滤纸置于铂坩埚中,低温加热干燥、炭化,置于 700℃~750℃ 马弗炉中灰化,然后,将温度升至 950℃~1 000℃,并灼烧至恒量,取出,置于干燥器中,冷却至室温,称取坩埚连同沉淀的质量(m_1)。

将铂坩埚中的沉淀用几滴水润湿,加入 5 滴硫酸(4.6)、5 mL~10 mL 氢氟酸(4.8),置于电炉上缓慢蒸发至硅和硫酸挥发完全。将含有残渣的铂坩埚置于 950℃~1 000℃ 马弗炉中灼烧至恒量。取出,置于干燥器中,冷却至室温,称取坩埚连同残渣的质量(m_2)。

8 结果计算

按式(1)计算试样中硅含量(质量分数) w_{Si} ：

$$w_{\text{Si}}(\%) = \frac{0.4674 \times [(m_1 - m_2) - (m_{01} - m_{02})]}{m} \times 100 \times \frac{100}{100 - A} \dots\dots\dots(1)$$

式中：

- m_1 ——铂坩埚连同硅沉淀的质量,单位为克(g)；
- m_2 ——铂坩埚连同残渣的质量,单位为克(g)；
- m_{01} ——空白试验中铂坩埚连同硅沉淀的质量,单位为克(g)；
- m_{02} ——空白试验中铂坩埚连同残渣的质量,单位为克(g)；
- m ——试料量,单位为克(g)；
- A ——试样中湿存水含量(质量分数)；

0.4674—— SiO_2 换算为 Si 的系数。

注：若以 SiO_2 形式表示硅含量,则将结果乘以换算系数 2.139。

9 允许差

实验室之间分析结果的差值应不大于表 2 所列允许差。

表 2 允许差 %

硅含量(质量分数)	允许差
0.50~1.00	0.07
>1.00~2.00	0.10
>2.00~5.00	0.15
>5.00~10.00	0.20
>10.00~20.00	0.30

10 试验报告

试验报告应包括下列内容：

- a) 鉴别试料、实验室和分析日期等资料；
- b) 遵守本标准规定的程度；
- c) 分析结果及其表示；
- d) 测定中观察到的异常现象；
- e) 对分析结果可能有影响本标准未包括的操作,或者任选的操作。



中华人民共和国国家标准

GB/T 1510—2006
代替 GB/T 1510—1979

锰矿石 铝含量的测定 EDTA 滴定法

Manganese ores—Determination of aluminium content—
EDTA titrimetric method

2006-03-02 发布

2006-09-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会 发布

前 言

本标准代替 GB/T 1510—1979《锰矿石中三氧化二铝量的测定(EDTA 滴定法)》。

本标准是对 GB/T 1510—1979 的修订,与 GB/T 1510—1979 比较,主要变化如下:

- 对测定范围进行了调整,测定下限由 0.5%(Al_2O_3)降至 0.10%(Al),由于试样中三氧化二铝通常较低,测定上限由 25.0%(Al_2O_3)降至 12.50%(Al);
- 采用碳酸钠-硼酸代替焦硫酸钠分解酸不溶残渣;
- 用盐酸-六次甲基四胺代替乙酸-乙酸铵作为滴定体系的缓冲溶液;
- 对允许差重新进行了规定。

本标准由中国钢铁工业协会提出。

本标准由冶金工业信息标准研究院归口。

本标准起草单位:四川川投峨眉铁合金(集团)有限责任公司。

本标准主要起草人:唐华应、吴翠萍、薛秀萍、方艳。

本标准 1979 年首次发布。

锰矿石 铝含量的测定 EDTA 滴定法

警告——使用本标准的人员应有正规实验室工作的实践经验。本标准并未指出所有可能的安全问题。使用者有责任采取适当的安全和健康措施,并保证符合国家有关法规规定的条件。

1 范围

本标准规定了用 EDTA 滴定法测定铝含量的原理、试剂和材料、取制样、分析步骤、分析结果的计算、允许差和试验报告等内容。

本标准适用于锰矿石和锰精矿中铝含量的测定,测定范围(质量分数):0.10%~12.50%。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过在本标准中的引用而成为本标准的条款。凡是注有日期的引用文件,其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本标准,然而,鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件,其最新版本适用于本标准。

GB/T 2011 散装锰矿石取样、制样方法

GB/T 14949.8 锰矿石化学分析方法 湿存水量的测定

3 原理

试料用盐酸-硝酸分解,硫酸-氢氟酸挥硅,经六次甲基四胺沉淀分离后用盐酸溶解氢氧化铝沉淀,残渣用碳酸钠-硼酸熔融。经强碱分离后,分取滤液在微酸性溶液中加入过量的 EDTA,在 $\text{pH}=(5\sim 5.5)$ 时以二甲酚橙为指示剂,用锌标准滴定溶液滴定过量的 EDTA,用氟离子置换出与铝配合的 EDTA,再用锌标准滴定溶液滴定。根据锌标准滴定溶液的消耗量,计算铝含量。

4 试剂与材料

除非另有说明,在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和蒸馏水或与其纯度相当的水。

4.1 混合熔剂:2 份碳酸钠和 1 份硼酸研细混匀。

4.2 硝酸($\rho 1.42 \text{ g/mL}$)。

4.3 盐酸($\rho 1.19 \text{ g/mL}$)。

4.4 盐酸(1+1)。

4.5 盐酸(1+2)。

4.6 盐酸(1+5)。

4.7 盐酸(2+98)。

4.8 硫酸(1+1)。

4.9 氢氟酸($\rho 1.17 \text{ g/mL}$)。

4.10 过氧化氢(质量分数,30%)。

4.11 氨水(1+1)。

4.12 盐酸-六次甲基四胺溶液($\text{pH}=5\sim 5.5$):称取 40 g 六次甲基四胺溶于水,加入 20 mL 盐酸(1+1),用水稀释至 100 mL,混匀。

4.13 六次甲基四胺溶液(5 g/L)。

- 4.14 氢氧化钠溶液(500 g/L):称取 500 g 氢氧化钠用水溶解后,稀释至 1 L。
- 4.15 氟化钠饱和溶液。
- 4.16 铝标准溶液(0.500 0 mg/mL):称取 0.500 0 g 现刮削去表面的高纯金属铝($\geq 99.99\%$)于 400 mL 聚四氟乙烯烧杯中,加入 10 mL 氢氧化钠溶液(4.14)和 100 mL 水,在电热板上加热溶解完全后,冷却。用盐酸(4.4)中和至沉淀溶解并过量 20 mL,冷却至室温,移入 1 000 mL 容量瓶中,以盐酸(4.7)稀释至刻度,混匀。
- 4.17 EDTA 溶液(0.01 mol/L):称取 3.73 g 二水合乙二胺四乙酸二钠,溶解后用水稀释至 1 000 mL,混匀。此溶液 1 mL 相当于铝量约 0.27 mg。
- 4.18 锌标准滴定溶液:0.01 mol/L。
- 4.18.1 配制:称取 0.814 3 g 经 850℃ 恒温 1 h 后冷却至室温的氧化锌($\geq 99.95\%$),用 20 mL 盐酸(4.4)加热溶解完全,冷却至室温,转入 1 000 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。
- 4.18.2 标定:移取 20.00 mL 铝标准溶液(4.16)三份分别于三只 500 mL 锥形瓶中,加入 100 mL 水、2 滴酚酞指示剂(4.19),用氨水(4.11)、盐酸(4.4)调至红色消失且溶液清亮并过量 5 mL 盐酸(4.6)。加入 50 mL EDTA 溶液(4.17)、25 mL 盐酸-六次甲基四胺溶液(4.12),煮沸 3 min~5 min,冷却至室温,加入 4 滴二甲酚橙指示剂溶液(4.20),用锌标准滴定溶液(4.18.1)滴定至红色,不计体积数;加入 25 mL 氟化钠饱和溶液(4.15),煮沸 2 min~3 min,冷却至室温,补加 1 滴~2 滴二甲酚橙指示剂溶液(4.20),再用锌标准滴定溶液(4.18.1)滴定至红色为终点。

按式(1)计算锌标准滴定溶液对铝的滴定度:

$$T = \frac{20.00 \times 0.500\ 0}{V - V_0} \dots\dots\dots (1)$$

式中:

- T——1 mL 锌标准滴定溶液相当于铝的量,单位为毫克每毫升(mg/mL);
- V——标定时消耗锌标准滴定溶液的体积,当 3 份的极差不大于 0.10 mL 时取平均值,单位为毫升(mL);
- V₀——标定时试剂空白试验所消耗锌标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL)。

- 4.19 酚酞指示剂溶液(2 g/L):用(1+1)乙醇配制。
- 4.20 二甲酚橙指示剂溶液(2 g/L)。

5 仪器

分析中使用通常的实验室仪器。

6 取、制样

按照 GB/T 2011 的规定进行取制样,试样应通过 0.088 mm 筛孔。

7 分析步骤

7.1 试料量

按表 1 称取风干试样,准确至 0.000 1 g。同时称取风干试样,按照 GB/T 14949.8 测定湿存水含量。

表 1

铝含量(质量分数)/%	试料量/g
0.10~5.00	0.50
>5.00~12.50	0.25

7.2 空白试验

随同试料进行空白试验。

7.3 测定

7.3.1 试料溶液的制备

7.3.1.1 将试料(7.1)置于 400 mL 的烧杯中,加入 20 mL 盐酸(4.3),加热溶液至无明显反应,再加入 5 mL 硝酸(4.2)。继续加热溶至近干,取下稍冷,加入 20 mL 盐酸(4.4)、100 mL 水,加热溶解盐类。取下,趁热用中速滤纸过滤,用热水洗滤纸 10 次~15 次。滤液作为主液 A 保留。

7.3.1.2 将滤纸及残渣移入铂皿或铂坩埚中,于低温灰化后,于 850℃ 高温炉中灼烧 10 min,取出冷却。加入 2 mL 硫酸(4.8)、滴加 3 mL~5 mL 氢氟酸(4.9),加热挥硅后,在电热板上加热至硫酸冒烟,取下。稍冷,向铂皿四周吹入少量水,再加热至硫酸冒烟近干。取下,加入 10 mL 盐酸(4.4),加热使盐类溶解后,将试液与主液 A 合并。

7.3.2 六次甲基四胺分离

7.3.2.1 将溶液(7.3.1)调整体积至约 100 mL~150 mL,煮沸,取下。用氨水(4.11)中和至有沉淀产生,再用盐酸(4.4)调至沉淀恰好溶解,并过量 5 滴~10 滴。加入 20 mL 六次甲基四胺溶液(4.12),加热微沸并保温(80℃~90℃)15 min~20 min。取下稍冷,用中速滤纸过滤(铁铝的氢氧化物沉淀多时分两个漏斗),用热六次甲基四胺溶液(4.13)洗烧杯和沉淀各 5 次~8 次。用 30 mL 热盐酸(4.5)溶解沉淀于原烧杯中,以热盐酸(4.7)洗滤纸至无黄色,再用热水洗滤纸 10 次~15 次。溶液作为强碱分离的主液 B 保留。

7.3.2.2 将滤纸及残渣移入铂皿或铂坩埚中,于低温灰化后,于 850℃ 高温炉中灼烧 10 min,取出冷却。加入 3 g 混合熔剂(4.1),置于 950℃ 高温炉中熔融 10 min,取出稍冷,分次滴加盐酸(4.4)并加热至熔块完全溶解,将此溶液与主液 B 合并。

7.3.3 强碱分离

将溶液(7.3.2)调整体积至约 80 mL~120 mL,加入 10 mL 氢氧化钠溶液(4.14),用氨水(4.11)中和至有沉淀产生,再用盐酸(4.4)调至沉淀溶解,并过量 10 mL,煮沸 1 min~2 min。取下稍冷,在不断搅拌下一次加入 40 mL 氢氧化钠溶液(4.14),滴加 8 滴~10 滴过氧化氢(4.10),煮沸 3 min~5 min。取下冷却至室温,移入 250 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。用双层中速滤纸干过滤。弃去最初滤液。

7.3.4 酸度调整及滴定

按照表 2 规定准确移取上述滤液(7.3.3)于 500 mL 锥形瓶中,加入 2 滴酚酞指示剂溶液(4.19),用盐酸(4.4)调至红色消失且溶液清亮并过量 5 mL 盐酸(4.6),加入比理论计算值过量 5 mL~10 mL 的 EDTA 溶液(4.17)、25 mL 盐酸-六次甲基四胺溶液(4.12),加热煮沸 3 min~5 min。取下,冷至室温。加入 4 滴二甲酚橙指示剂溶液(4.20),用锌标准滴定溶液(4.18.1)滴定至红色为终点(不记锌标准滴定溶液的消耗量)。加入 25 mL 氯化钠饱和溶液(4.15),煮沸 2 min~3 min。取下,冷至室温,补加 1 滴~2 滴二甲酚橙指示剂溶液(4.20),用锌标准滴定溶液(4.18.1)再次滴定至红色为终点。

表 2

铝含量(质量分数)/%	试液分取比/(mL/mL)
0.10~3.00	200/250
>3.00~12.50	100/250

8 分析结果的计算

按式(2)计算试样中铝含量(质量分数),其数值以%表示。

$$w(\text{Al}) = \frac{T \times (V - V_0)}{m \times r \times 1\,000} \times 100 \times \frac{100}{100 - A} \dots\dots\dots (2)$$