



中华人民共和国国家标准

GB/T 16537—1996

陶瓷熔块釉化学分析方法

Chemical analyzing methods of fritted glaze for ceramics



1996-09-13 发布

1997-04-01 实施



国家技术监督局 发布

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准

陶瓷熔块釉化学分析方法

GB/T 16537—1996

*

中国标准出版社出版
北京复兴门外三里河北街16号

邮政编码:100045

电 话:68522112

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
新华书店北京发行所发行 各地新华书店经售
版权专有 不得翻印

*

开本 880×1230 1/16 印张 1¼ 字数 30 千字

1997年4月第一版 1997年4月第一次印刷

印数 1—2 000

*

书号: 155066·1-13601 定价13.00元

*

标 目 306—47



GB/T 16537—1996

中华人民共和国国家标准

陶瓷熔块釉化学分析方法

GB/T 16537—1996

Chemical analyzing methods of fritted glaze for ceramics

1 范围

本标准规定了陶瓷熔块釉中烧失量及硅、钛、铝、锌、锆、硼、铅、钙、镁、钾、钠、铁等元素氧化物的分析方法。

本标准适用于陶瓷块釉和具有类似化学组成陶瓷釉的化学成分分析。

2 引用标准

GB 1347 钠钙硅玻璃化学分析方法

GB 4984 锆刚玉耐火材料化学分析方法

3 一般规定

3.1 对标准中同一组分并列的一种以上测定方法,可根据实际情况任选一种。

3.2 本标准所用试剂和水,在没有注明要求时,均为分析纯试剂和蒸馏水或去离子水。原子吸收光度法用水,为两次去离子水或同等纯度水。用于标定的化学试剂,应为基准试剂或高纯试剂。

3.3 溶液百分浓度为质量-体积百分浓度,系指 100 mL 溶液中所含溶质的克数。而 1+1 系指溶质体积与水体积的比为 1:1。

3.4 滴定管、容量瓶、移液管及其他量具,均经校准。

3.5 仲裁分析时,同一试样平行份数不得少于 3 份,分析结果的差值在允许范围内时,取算术平均值为最终分析结果。

3.6 所提供的试样须经粉碎,然后按四分法取 100 g 研磨至通过 75 μm (200 目)筛,试料均在 105~110℃烘干 2 h 以上,然后放入干燥器中,冷却至室温后称量。

4 烧失量(LOSS)的测定

4.1 方法提要

试料在 700±50℃灼烧至恒量,损失的质量百分数为烧失量。

4.2 分析步骤

称取 1~2 g 试料,精确至 0.000 1 g。置于已恒量的铂坩埚或瓷坩埚中,放入高温炉内,从低温开始逐渐升至 700±50℃灼烧 1 h,然后取出,置于干燥器中冷至室温,称量。如此反复操作(每次灼烧 30 min)直至恒量。

4.3 分析结果的计算

按(1)式计算烧失量的百分含量

$$\text{烧失量}(\%) = \frac{m_1 - m_2}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中: m_1 ——灼烧前试料与坩埚质量, g;

国家技术监督局 1996-09-13 批准

1997-04-01 实施

m_2 ——灼烧后试料与坩埚质量, g;

m ——试料质量, g。

5 试料溶液制备

5.1 试剂

5.1.1 无水碳酸钠。

5.1.2 硼砂。

5.1.3 氢氧化钾。

5.1.4 盐酸。

5.1.5 硫酸溶液(1+1)。

5.1.6 硝酸溶液(1+1)。

5.1.7 氢氟酸。

5.1.8 混合熔剂(2+1): 2份无水碳酸钠与1份硼砂混磨均匀。

5.2 空白试验溶液

随同试料制备空白试验溶液, 所用试剂取同一瓶试剂。

5.3 试料溶液甲制备

称取 0.5 g (精确至 0.000 1 g) 试料于铂金坩锅中, 加入 H_2SO_4 (5.1.5) 3 mL 和氢氟酸 (5.1.7) 7 mL, 于低温电炉加热蒸干, 再加 H_2SO_4 (5.1.5) 3 mL, 加热蒸干后加 3 g 混合熔剂 (5.1.8) 在喷灯上加热熔融 10 min, 待反应平稳后, 取下冷却至室温。将坩埚放入盛有 30 mL 热盐酸 (5.1.4) 的烧杯中提取, 冲洗坩埚三次再加硝酸 (5.1.6) 1 mL 加热煮沸、冷却, 移入 250 mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度, 摇匀, 此为试液甲, 供测定 ZrO_2 、 Al_2O_3 、 ZnO 、 Fe_2O_3 、 TiO_2 、 CaO 和 MgO 等用。

5.4 试料溶液乙的制备

称取试料 0.3 g, 精确至 0.000 1 g, 置于预先熔有 1 g 氢氧化钾的镍坩埚中, 加 3 g 氢氧化钾, 在低温电炉上熔融 1.5 h, 然后在喷灯上烧至暗红 2~3 min, 用热水浸取, 洗净坩埚, 一次加入 30 mL 浓 HCl 酸化, 加入硝酸 (5.1.6) 1 mL 煮沸, 冷至室温, 移入 250 mL 容量瓶中, 定容, 此为试液乙, 供测 $\text{SiO}_2\text{B}_2\text{O}_3$ 用。

6 二氧化硅的测定

6.1 氟硅酸钾容量法

6.1.1 方法提要

试料经氢氧化钾分解后, 用热水浸取, 制成试液, 吸取一定试液, 用氟化钾沉淀二氧化硅。分离处理后, 在热水中氟硅酸钾水解, 用氢氧化钠标准溶液中和滴定, 计算出二氧化硅含量。

6.1.2 试剂

6.1.2.1 氢氧化钾: 固体。

6.1.2.2 浓硝酸。

6.1.2.3 氯化钾固体。

6.1.2.4 氟化钾(15%): 称取 15 g 氟化钾($\text{KF} \cdot 2\text{H}_2\text{O}$)于塑料烧杯中, 加入 50 mL 水, 加浓硝酸 21 mL, 用水稀释至 100 mL, 加固体氟化钾至饱和。搅拌并放置半小时后转移至塑料瓶中。

6.1.2.5 氯化钾-乙醇水溶液(5%): 将 5 g 氯化钾溶于 50 mL 水中, 加入 50 mL 95% 乙醇, 混合均匀。

6.1.2.6 氯化钾溶液(5%): 将 5 g 氯化钾溶于 100 mL 水中。

6.1.2.7 酚钛溶液(1%): 称取 1 g 酚钛溶于 100 mL 乙醇。

6.1.2.8 氢氧化钠标准溶液(0.15 mol/L): 称取 60 g 氢氧化钠, 溶于 10 L 经煮沸过的冷水中, 贮存于装有氯化钙干燥管的硬质玻璃瓶或塑料瓶中, 充分摇匀。

标定方法:称取约 0.8 g(精确至 0.000 1 g)苯二甲酸氢钾,置于 400 mL 烧杯中,加入 150 mL 新煮沸过的冷水(该冷水用氢氧化钠溶液中和至酚酞呈微红色)使其溶解。然后加入 5~6 滴 1% 的酚酞指示剂溶液,以氢氧化钠标准溶液滴定至微红。

氢氧化钠标准溶液的浓度按(2)式计算:

$$c(\text{NaOH}) = \frac{m \times 1\,000}{204.21 \times V} \quad \dots\dots\dots(2)$$

氢氧化钠标准滴定溶液对二氧化硅的滴定度(T_{SiO_2}),按(3)式计算:

$$T_{\text{SiO}_2} = c(\text{NaOH}) \times 15.02 \quad \dots\dots\dots(3)$$

式中: m ——苯二甲酸氢钾的质量, g;

204.21——1/4 苯二甲酸氢钾相对摩尔质量;

V ——滴定时消耗氢氧化钠标准溶液的体积, mL;

15.02——1/4 二氧化硅的相对摩尔质量;

$c(\text{NaOH})$ ——氢氧化钠标准溶液之物质的量浓度, mol/L;

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

6.1.3 分析步骤

6.1.3.1 空白试验

随同试料做空白试验,所用试剂应取自同一瓶试剂。

6.1.3.2 测定

准确移取 50 mL 试料溶液乙于 300 mL 塑料杯中,加入 10 mL 浓硝酸,冷却。加入 15% 氯化钾溶液 10 mL,搅拌,然后加入固体氯化钾。不断仔细搅拌至氯化钾固体饱和析出。冷却并放置 15 min。用快速滤纸过滤,塑料杯中沉淀用 5% 氯化钾溶液洗涤三次。将滤纸连同沉淀取出置于烧杯中,沿杯壁加入 10 mL 5% 氯化钾-乙醇水溶液及 1 mL 1% 的酚酞指示剂,用 0.15 mol/L 氢氧化钠溶液中和未洗净的酸,仔细搅拌滤纸及沉淀,直至酚酞变红。然后加入 200 mL 沸水(沸水应予以先用氢氧化钠中和至酚酞变微红)。用 0.15 mol/L 氢氧化钠标准溶液滴定,至溶液刚刚出现微红色即为终点。

6.1.4 分析结果的计算

按(4)式计算二氧化硅的百分含量:

$$\text{SiO}_2(\%) = \frac{T_{\text{SiO}_2} \times (V_1 - V_2) \times 5}{m \times 1\,000} \times 100 \quad \dots\dots\dots(4)$$

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

V_1 ——滴定消耗氢氧化钠标准溶液的体积, mL;

V_2 ——滴定空白时消耗氢氧化钠标准溶液的体积, mL;

5——全部试样溶液与分取试样溶液的体积比;

m ——试样的称取质量, g。

6.2 重量法——分光光度法

按 GB 1347—88 中 2.4 条进行。

6.2.1 方法提要

试样以碳酸钠熔融分解,盐酸浸取,蒸干,再用盐酸溶解可溶性盐类,过滤并将沉淀灼烧成二氧化硅。称重,然后用氢氟酸-硫酸处理,氢氟酸处理前后的重量差即为沉淀中的二氧化硅量。用硅钼兰分光光度测定滤液中残余的二氧化硅量,以两者的和求得试样中二氧化硅的含量。

7 三氧化二硼的测定

7.1 方法提要

试料碱熔后经酸中和,硼以硼酸的形式存在, pH 为 6.5~7.0 条件下在 BaCO_3 作用下与 Fe、Al、Ca、

Mg、Ti、Pb、Zn 等元素分离,过滤后将溶液中和。加进甘露醇,使其由弱酸成为强酸(络酸)后而进行酸碱滴定。

7.2 试剂

7.2.1 盐酸(1+1),(1+4)。

7.2.2 碳酸钡(固体)。

7.2.3 硝酸钠水溶液(2%):称取 2 g 硝酸钠溶于 100 mL 水中。

7.2.4 甘露醇(固体)。

7.2.5 酚酞指示剂(1%):称取 1 g 酚酞溶于 100 mL 乙醇中。

7.2.6 甲基红指示剂(0.1%):称取 0.1 g 甲基红溶于 100 mL 乙醇中。

7.2.7 氢氧化钠标准溶液(0.15 mol/L):称取 6 g 氢氧化钠溶于 1 L 水中,氢氧化钠浓度标定见

6.1.2.8, $T_{B_2O_3} = c(NaOH) \times 34.81$ 。

7.3 分析步骤

7.3.1 空白试验

随同试料做空白试验,所用试剂须取自同一瓶试剂。

7.3.2 测定

吸取 100 mL 试液乙于 300 mL 烧杯中,加 1~2 滴 0.1% 的甲基红,加 5 g 固体 NaOH 中和,再用 50% 的 NaOH 调至红色消失并显黄色,继用 1:1 盐酸中和至刚好红色,并过量 2 滴。小心加入 4~6 g BaCO₃,搅拌,滴加几滴酚酞指示剂,用稀 NaOH 溶液中和至红色。于低温电炉上微沸 15 min,用中速定性滤纸过滤,用热 2% 硝酸钠洗涤烧杯及沉淀 8~10 次,弃去沉淀,将滤液用 1:4 的 HCl 缓慢中和至由红色变为黄色再变为红色(第一个红色是酚酞显色 pH 为 7~8,黄色 pH 为 5~6,第二个红色是甲基红显色, pH 为 4)加一小片滤纸压于玻璃棒下防爆溅,于电炉上微沸 15 min 迅速冷却,用 0.15 mol/L 的 NaOH 中和到溶液刚刚显黄色,加入 8~10 滴酚酞指示剂和 1 g 甘露醇,搅拌下用 0.15 mol/L NaOH 滴定至红色,如此反复,直到稳定红色,计下读数 V。

注

1 微沸是为了除去溶液中的 CO₂,浓缩体积,使终点好看。

2 加进甘露醇后,溶液可能显红色,这是因为硼酸成为络酸,酸性增强, pH 下降,甲基红显色。因此,从未加甘露醇之前的黄色开始计算。

7.4 分析结果的计算

按(5)式计算三氧化硼百分含量。

$$B_2O_3(\%) = \frac{T_{B_2O_3} \times V \times 100}{m \times \frac{100}{250} \times 1000} \dots\dots\dots (5)$$

式中: $T_{B_2O_3}$ ——氢氧化钠标准滴定溶液对硼的滴定度, mg/mL;

V——消耗氢氧化钠标准滴定溶液的体积, mL;

$\frac{100}{250}$ ——分取比;

m——试样重量, g。

8 氧化锆的测定

8.1 EDTA 容量法

8.1.1 方法提要

在 1~1.2 mol/L 盐酸中,以二甲酚橙为指示剂,用 EDTA 标准液直接滴锆, Fe⁺²、Al⁺³、Ti⁺⁴、Zn⁺²、Ca⁺²、Mg⁺² 不干扰测定, Fe⁺³ 的干扰,可以用盐酸羟胺消除。

8.1.2 试剂

8.1.2.1 盐酸(1+1)。

8.1.2.2 二甲酚橙指示剂(0.2%):称取 0.2 g 二甲酚橙溶于 100 mL 水中,贮存于棕色瓶中。

8.1.2.3 EDTA 标准滴定溶液(0.015 mol/L)。

8.1.2.4 盐酸羟胺。

8.1.2.5 氧化锆标准溶液(0.5 mg/mL):准确称取在 950℃灼烧过的氧化锆(光谱纯)0.250 0 g 于铂坩埚中,用硼砂-碳酸钠(无水)熔融,冷却。用 100 mL 盐酸(8.1.2.1)加热浸取,洗出坩埚,移入 500 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

标定方法:

吸取氧化锆标准液(0.5 mg/mL)25 mL、50 mL 数份于 300 mL 的烧杯中,以下同测定步骤 8.1.3.2。

EDTA 标准滴定溶液对氧化锆滴定度按(6)式计算:

$$T_{\text{ZrO}_2} = \frac{c \cdot V_1}{V_2} \quad \dots\dots\dots(6)$$

式中: T_{ZrO_2} ——EDTA 标准滴定溶液对氧化锆的滴定度,mg/mL;

c ——氧化锆的浓度,mg/mL;

V_1 ——移取氧化锆标液的体积,mL;

V_2 ——滴定消耗 EDTA 的体积,mL。

8.1.3 分析步骤

8.1.3.1 空白试验

随同试料做空白试验,所用试剂取自同一瓶试剂。

8.1.3.2 测定

吸取试液甲 25 mL 于 300 mL 烧杯中,加盐酸(1+1)20 mL,加水稀释至 150 mL,加热煮沸 1 min 取下,加少许盐酸羟胺,加 2~3 滴二甲酚橙指示剂,立即用 0.015 mol/L EDTA 溶液滴定至黄色,再加热煮沸,反复滴定到稳定的亮黄色,记下 EDTA 消耗的毫升数。

8.1.4 分析结果的计算

按(7)式计算 ZrO_2 百分含量:

$$\text{ZrO}_2(\%) = \frac{T_{\text{ZrO}_2} \times (V - V_{\text{空白}}) \times 10}{m \times 1\,000} \times 100 \quad \dots\dots\dots(7)$$

式中: T_{ZrO_2} ——EDTA 标准滴定溶液对 ZrO_2 的滴定度,mg/mL;

V ——消耗 EDTA 体积,mL;

$V_{\text{空白}}$ ——空白试验消耗 EDTA 体积,mL;

m ——试样质量,g。

8.2 苦杏仁酸重量法

8.2.1 方法提要

在热盐酸溶液中,锆(钪)离子与苦杏仁酸反应生成的白色絮状苦杏仁酸锆(钪)沉淀。将沉淀过滤洗涤,在 900~950℃灼烧成二氧化锆(钪)。称量求得锆(钪)含量。

8.2.2 试剂

8.2.2.1 盐酸(1+1)。

8.2.2.2 苯羟乙酸(苦杏仁酸)固体。

8.2.2.3 苦杏仁酸洗涤液(5%)溶液:称取苦杏仁酸 5 g 加浓盐酸 2 mL,用水稀释至 100 mL。

8.2.2.4 乙醇(95%)。

8.2.3 分析步骤

8.2.3.1 空白试验

随同试料做空白试验,所用试剂取自同一瓶试剂。

8.2.3.2 测定

吸取试液甲 25 mL,置于 300 mL 烧杯中,加入盐酸 20 mL,调整体积至约 120 mL,加热至 80~85℃(在水浴上进行)。在搅拌下缓慢加入苦杏仁酸 6~7 g,置于水浴上保温 5 h 取下,静置 3~4 h,用慢速定量滤纸过滤。以苦杏仁酸洗涤液洗涤 8~10 次,用水洗涤 3~5 次后,再用少许 95%乙醇洗涤 1~2 次,沉淀和滤纸一并放入已灼烧至恒量的瓷坩埚中,烘干灰化在 950℃高温炉中灼烧 30 min,取出放入干燥器中冷至室温,称量,反复灼烧直至恒量。

8.2.4 分析结果的计算

按(8)式计算氧化锆(钪)百分含量:

$$\text{Zr(Hf)O}_2(\%) = \frac{(m_1 - m_2) \times 10}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots(8)$$

式中: m_1 ——坩埚与沉淀的质量, g;

m_2 ——坩埚质量, g;

m ——样品质量, g;

10——分取比值。

9 氧化铝和氧化锌的测定

9.1 方法提要

试料溶液用 NaOH 沉淀分离后,铝、锌、铅存在于碱性溶液中,过滤分离,吸取两份试液,一份加氟化铵,一份不加,以二甲酚橙作指示剂,EDTA 滴定,用差减法求出铝量和锌量。

9.2 试剂

9.2.1 酚酞(1%):称取 1 g 酚酞溶解于 100 mL 乙醇中。

9.2.2 NaOH(50%):称取 50 g 氢氧化钠,溶于 100 mL 水中,贮存于塑料瓶中。

9.2.3 15%NaCl-6%NaOH 洗液:称取 15 g NaCl 和 6 g NaOH 溶于 100 mL 水中,贮存于塑料瓶中。

9.2.4 盐酸(1+1),(1+9)。

9.2.5 EDTA 标准滴定溶液(0.015 mol/L)。

9.2.6 氟化铵(固体)。

9.2.7 六次甲基四胺缓冲溶液(pH 为 5.5):将 200 g 六甲基四胺溶于水中,加 40 mL 盐酸,稀释至 1 000 mL。

9.2.8 二甲酚橙水溶液(0.2%)。

9.2.9 乙酸锌标准滴定溶液(0.015 mol/L):称取 3.3 g 乙酸锌 $[\text{Zn}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot \text{H}_2\text{O}]$ 溶于 1 000 mL 水中,然后用冰乙酸调整溶液至 pH 约为 5.7(用 pH 试纸检验)。

乙酸锌标准滴定溶液对 EDTA 标准滴定溶液的体积比:准确吸取 10 mL 0.015 mol/L EDTA 标准滴定溶液(9.2.5)置于 300 mL 烧杯中。用水稀释至 150 mL 左右,加入 10 mL 六次甲基四胺和 3~4 滴 0.2%二甲酚橙指示剂,以 0.015 mol/L 乙酸锌标准滴定溶液(9.2.9)滴定至溶液由黄色变为红色为终点。

乙酸锌标准滴定溶液对 EDTA 标准滴定溶液的体积比按下式计算:

$$K = \frac{10}{V} \quad \dots\dots\dots(9)$$

式中: K ——乙酸锌标准滴定溶液对 EDTA 标准滴定溶液的体积比;

V ——滴定时消耗乙酸锌标准溶液的体积, mL。

9.2.10 氧化铝标准溶液(1 mg/mL):称取 0.529 2 g 高纯铝片〔若金属铝表面有氧化膜,用盐酸(1+9)溶解除去,水洗,再用乙醇及乙醚依次洗过,风干后使用〕于塑料烧杯中,加约 50 mL 水,5 g 氢氧化钠置

于水浴上加热溶解后,用 HCl(1+1)中和至酸性并过量 20 mL,冷却,移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度摇匀。

标定方法:

EDTA 标准滴定溶液对氧化铝的滴定度:取 20.00 mL 氧化铝标准溶液于 30 mL 烧杯中,加入 35.00 mL 0.015 mol/L EDTA 标准滴定溶液(9.2.5),用 NaOH(9.2.2)调至 pH 为 3.5~4.0 加热煮沸 5 min,冷却后加入 10 mL 六次甲基四胺缓冲液(9.2.7),加 2~3 滴 0.2% 二甲酚橙指示剂,用乙酸锌标准滴定溶液(9.2.9)滴至由黄色变为红色。

EDTA 标准滴定溶液对氧化铝的滴定度按(10)式计算:

$$T_{\text{Al}_2\text{O}_3} = \frac{c \cdot V_1}{V_2 - V_3 \cdot K} \quad \dots\dots\dots(10)$$

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

V_1 ——移取氧化铝标准溶液的体积,mL;

c ——三氧化二铝标准溶液的浓度,mg/mL;

V_2 ——加入 EDTA 标准滴定溶液的体积,mL;

V_3 ——回滴消耗乙酸锌标准滴定溶液的体积,mL;

K ——乙酸锌标准滴定溶液对 EDTA 标准滴定溶液的体积比。

9.2.11 氧化锌标准溶液(mg/mL):准确称取金属锌(99.99%)0.803 4 g(如金属表面有氧化层时,则要用(1+9)HCl 洗去氧化膜,用水,乙醇及乙醚依次洗过并风干)于烧杯中,加(1+1)HCl 30 mL,加热溶解,冷却,移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

标定方法:

EDTA 标准滴定溶液对锌的滴定度:移取 20 mL 锌标准溶液于 350 mL 烧杯中,加水稀至 150 mL,用 NaOH(9.2.2)调节 pH 为 3~4,加入 10 mL 六次甲基四胺缓冲液(9.2.7),2~3 滴 0.2% 二甲酚橙,用 0.015 mol/mL EDTA 标准滴定溶液(9.2.5)滴定至由红色变为黄色。

$$T_{\text{ZnO}} = \frac{c \cdot V_1}{V_2} \quad \dots\dots\dots(11)$$

式中: T_{ZnO} ——EDTA 标准滴定溶液对氧化锌的滴定度,mg/mL;

c ——氧化锌标准溶液的浓度,mg/mL;

V_1 ——移取氧化锌标准溶液的体积,mL;

V_2 ——滴定氧化锌标准溶液消耗 EDTA 标准滴定液的体积,mL。

9.3 分析步骤

9.3.1 空白试验

随同试料作空白试验,所用试剂需取自同一瓶试剂。

9.3.2 测定

9.3.2.1 移取试液甲 100 mL 于 350 mL 烧杯中,加 2 滴 1% 酚酞,用 50% NaOH 调至红色出现,再过量 10 mL,加热至 60~70℃,以中速滤纸过滤于 250 mL 容量瓶中(滤纸过滤前,先用洗液洗二次),用温热的 15% NaCl-6% NaOH 洗液(9.2.3)洗一次烧杯,过滤。取出滤纸放入原烧杯中(漏斗用(1+1)HCl 洗一次,用水洗两次,加入(1+1)HCl 12 mL,溶解沉淀,捣烂滤纸,加二滴酚酞(9.2.1)用 NaOH 溶液(9.2.2)中和至红色出现并过量 5 mL,水洗杯壁至 40~50 mL,加热 60~70℃,以中速滤纸过滤,滤液收集到原容量瓶中,用温热洗液洗涤烧杯 3~4 次,洗涤沉淀 6~8 次,弃去沉淀,用水稀至刻度,摇匀。此为试液丙。

9.3.2.2 移取试液丙 100.0 mL 于 300 mL 烧杯中,视含量加 EDTA 标准滴定溶液(9.2.5)并过量 8~10 mL,记 V ,加浓 HCl 9 mL,(此时溶液应为红色),再用(1+1)HCl 调至无色,pH 为 3~4,用水稀至 150 mL,加热煮沸 5 min,冷却,加 15 mL 六次甲基四胺缓冲液(9.2.7),2~3 滴二甲酚橙(9.2.8),用乙

酸锌标准滴定溶液(9.2.9)滴定至稳定的紫红色,记 V_1 。

9.3.2.3 移取试液丙 100.0 mL 于 300 mL 烧杯中,加浓 HCl 9 mL(此时溶液应为红色),再用 HCl(9.2.4)调至无色 pH 为 3~4,加 0.5~1 g 氟化铵(9.2.6),加热煮沸 5 min,冷却,加 15 mL 六次甲基四胺缓冲液,(9.2.7)2~3 滴二甲酚橙(9.2.8),用 EDTA 标准滴定溶液(9.2.5)滴定至黄色,记 V_2 。

9.3.3 分析结果的计算

按(12)式计算 Al_2O_3 百分含量:

$$\text{Al}_2\text{O}_3(\%) = \frac{T_{\text{Al}_2\text{O}_3}(V - KV_1 - V_2)}{m \times \frac{100}{250} \times \frac{100}{250} \times 1000} \times 100 \quad \text{.....(12)}$$

按(13)式计算 ZnO 百分含量:

$$\text{ZnO}(\%) = \frac{T_{\text{ZnO}}(V_2 - V_{\text{PbO}})}{m \times \frac{100}{250} \times \frac{100}{250} \times 1000} \times 100 \quad \text{.....(13)}$$

$$V_{\text{PbO}} = \frac{m \times \frac{100}{250} \times \frac{100}{250} \times 1000 \times Y}{T_{\text{PbO}} \times 100} \quad \text{.....(14)}$$

式中: $T_{\text{Al}_2\text{O}_3}$ ——EDTA 对氧化铝的滴定度,mg/mL;

T_{ZnO} ——EDTA 对氧化锌的滴定度,mg/mL;

V ——加入的 EDTA 总量,mL;

V_1 ——消耗乙酸锌的体积,mL;

V_2 ——EDTA 滴定消耗的体积,mL;

K ——乙酸锌标准滴定溶液对 EDTA 标准滴定溶液的体积比;

m ——试样质量,g;

$\frac{100}{250}$ ——分取试液体积的比;

Y ——氧化铅的百分含量(容量法测定值或原子吸收测定值),%;

T_{PbO} ——EDTA 对氧化铅的滴定度,mg/mL。

10 氧化铅的测定(EDTA 容量法)

10.1 方法提要

试样经氢氟酸-硫酸分解,残渣用硫酸溶解并生成硫酸铅沉淀,过滤分离,沉淀用乙酸铵溶解,用 EDTA 标准滴定溶液滴定,测定氧化铅含量。

10.2 试剂

10.2.1 氢氟酸。

10.2.2 硫酸(1+5),2%。

10.2.3 乳酸(1+2)。

10.2.4 硫酸铵(固体)。

10.2.5 冰乙酸。

10.2.6 乙酸-乙酸铵溶液:称取 20 g 乙酸铵加 100 mL 水溶解,加入 30 mL 冰乙酸摇匀。

10.2.7 二甲酚橙水溶液(0.2%)。

10.2.8 EDTA 标准滴定溶液(0.01 mol/L)。

10.3 分析步骤

称取 0.2 g(精确至 0.000 1 g)试料于铂金皿中,加入硫酸溶液(1+5)1 mL,加入氢氟酸 7 mL

(10.2.1), 置于低温电炉加热蒸干, 继续加热蒸发到白烟冒尽, 冷却, 加入乳酸(10.2.3) 3~5 mL, 加(1+5)硫酸溶液 3 mL, 加水 10 mL, 加热溶解, 移入 250 mL 烧杯中, 用水冲洗至 100 mL, 将烧杯置于电炉上加热并煮沸 10 min, 加 2 g 硫酸铵(10.2.4), 继续煮沸 2 min, 冷却, 放置 4 h 后或过夜, 用慢速滤纸过滤, 用 2% 硫酸溶液洗涤沉淀 5~6 次, 再用水洗涤沉淀 3~4 次, 沉淀移回原烧杯中, 加入乙酸-乙酸铵溶液 20 mL(10.2.6), 加水 50 mL, 加热煮沸 5 min, 冷却后, 加入 2 滴二甲酚橙溶液(10.2.7), 用 EDTA 标准滴定液(10.2.8) 滴定至溶液黄色为终点, 记下所消耗的 EDTA 标准滴定溶液毫升数(V)。

10.4 分析结果的计算

按(15)式计算氧化铅百分含量:

$$\text{PbO}(\%) = \frac{T_{\text{PbO}} \times V}{m \times 1000} \times 100 \quad \dots\dots\dots(15)$$

式中: T_{PbO} ——EDTA 标准滴定溶液对氧化铅的滴定度的体积, mg/mL;

V ——滴定铅时消耗 EDTA 标准滴定液的体积, mL;

m ——试样质量, g。

11 氧化钙的测定

11.1 方法提要

试料经氢氟酸和混合熔剂分解后, 用盐酸浸取。经分离铝、锌、铁、钛、锆等元素后, 在 pH>13 的情况下用 EDTA 标准滴定溶液来滴定氧化钙。

11.2 试剂

11.2.1 盐酸(1+1)。

11.2.2 氨水(1+1)。

11.2.3 pH 为 9.0 水溶液: 向烧杯中加入所需要蒸馏水, 然后用氨水(1+1)调至 pH 至 9.0(用 pH 试纸检测 pH 值)。

11.2.4 三乙醇胺(1+2): 将 1 体积的三乙醇胺同 2 体积的水混合。

11.2.5 氢氧化钾(20%): 将 20 g 氢氧化钾溶于 100 mL 水中。

11.2.6 CMP 指示剂: 称取 1 g 钙黄绿素, 1 g 甲基百里酚蓝, 0.2 g 酚酞与 50 g 已在 105℃ 烘干的硝酸钾混合研细, 保存在磨口瓶中。

11.2.7 EDTA 标准滴定溶液(0.015 mol/L)。

11.3 分析步骤

11.3.1 空白试验

随同试料做空白试验, 所用试剂须取自同一瓶试剂。

11.3.2 测定

准确移取 25.00 mL 试样溶液甲(5.3)于烧杯中, 用氨水(1+1)调整 pH 至 9 左右, 放置 5 min。然后用快速滤纸过滤, 滤液收集于一烧杯中。用 pH 为 9.0 的水溶液洗涤烧杯和滤纸各一次。将滤纸放回原烧杯中, 加盐酸(1+1) 5 mL, 轻轻摇晃烧杯, 使滤纸上的沉淀溶解, 放置 5 min, 再用氨水(1+1)调整 pH 至 9.0, 再放置 5 min, 然后用快速滤纸过滤, 滤液收集到前次滤液的烧杯中, 用 pH 为 9.0 的水溶液洗涤烧杯和滤纸各三次, 将上滤液加 5 mL 三乙醇胺(1+2), 和少许 CMP 指示剂, 用 KOH(20%) 调至出现绿色荧光再过量 6 mL, 然后以 0.015 mol/L 的 EDTA 标准滴定溶液滴定至绿色荧光消失为终点, 记下所消耗的 EDTA 标准溶液毫升数(V_1)。

11.4 分析结果的计算

按(16)式计算氧化钙的百分含量

$$\text{CaO}(\%) = \frac{(V_1 - V_2)T_{\text{CaO}} \times 10}{m \times 1000} \times 100 \quad \dots\dots\dots(16)$$

式中: V_1 ——滴定试样溶液时所消耗的 EDTA 体积, mL;
 V_2 ——滴定空白试样溶液的消耗的 EDTA 的体积, mL;
 T_{CaO} ——EDTA 标准溶液对氧化钙的滴定度, mg/mL;
 m ——试料的质量, g;
 10——分取试液与全部试液体积比。

12 氧化镁的测定

12.1 方法提要

试样经氢氟酸和混合熔剂分解后, 以盐酸浸取。经分离铝、锌、铁、钛、锆等元素后, 以酸性络深蓝-萘酚绿 B 为指示剂在 pH 为 10 的氨性介质中以 EDTA 滴定钙、镁含量, 计算镁含量。

12.2 试剂

12.2.1 氨水(1+1)。

12.2.2 六次甲基四胺溶液(20%)。

12.2.3 盐酸羟胺(固体)。

12.2.4 三乙醇胺溶液(1+2)。

12.2.5 氨水-氯化铵缓冲溶液(pH 为 10): 称取 67.5 g 氯化铵溶于适量水中, 加 570 mL 氨水, 然后用水稀释至 1 L。

12.2.6 酸性络深蓝-萘酚绿 B(1:3): 混合指示剂与硝酸钾按 1:50 比例在玛瑙研钵中研磨混匀贮存于磨口瓶中。

12.3 分析步骤

12.3.1 空白试验

随同试料做空白试验, 所用试剂取自同一瓶试剂。

12.3.2 测定

吸收 25 mL 试液甲(5.3)于 300 mL 烧杯中, 用氨水(1+1)调整 pH 至 9.0 左右, 放置 5 min。然后用快速滤纸过滤于另一 300 mL 烧杯中。用 pH9.0 的水溶液洗涤沉淀和烧杯各一次, 将滤纸及沉淀放回原烧杯中, 加盐酸(1+1)5 mL 使沉淀溶解放置 5 min, 再用氨水(1+1)调整 pH 至 9, 再放置 5 min, 然后用快速滤纸过滤, 滤液收集到前次滤液的烧杯中, 用 pH9.0 的水溶液洗涤烧杯和沉淀各 3~5 次。将上滤液加 5 mL 三乙醇胺(1+2), 搅拌后再用(1+1)氨水调节 pH 近似 10, 加 10 mL 氨水-氯化铵缓冲溶液, 加适量的酸性络深蓝-萘酚绿 B 混合指示剂, 用 0.015 mol/L 的 EDTA 标准滴定溶液滴定至溶液由紫红色变为兰绿色为终点, 记下所用 EDTA 毫升数(V_2)。

12.4 分析结果的计算

按(17)式计算氧化镁的含量:

$$\text{MgO}(\%) = \frac{T_{\text{MgO}} \times (V_2 - V_1) \times 10}{m \times 1\,000} \times 100 \quad \dots\dots\dots(17)$$

式中: T_{MgO} ——EDTA 标准滴定溶液对氧化镁滴定度, mg/mL;
 V_1 ——滴定钙时消耗 EDTA 标准滴定溶液体积, mL;
 V_2 ——滴定钙、镁含量时消耗 EDTA 标准滴定溶液体积, mL;
 m ——试样质量, g;
 10——分取试液与全部试液比。

13 氧化钛的测定

13.1 三元络合物分光光度法测定二氧化钛

13.1.1 方法提要

利用三元络合物的显色反应,其色强度与钛的含量符合比尔定理,进行分光光度测定。

13.1.2 试剂

13.1.2.1 二胺替吡啶甲烷溶液(1%):称取 10 g 二胺替吡啶甲烷溶于 20 mL 盐酸(1+1)中,用水稀至 1 000 mL。

13.1.2.2 变色酸溶液(0.3%):称取变色酸 1.5 g,无水亚硫酸钠及碳酸钠各 1.5 g 溶于水中稀至 500 mL,贮于棕色瓶中,保留一周。

13.1.2.3 二氧化钛标准溶液:准确称取 1.000 0 g 二氧化钛(光谱纯)于 300 mL 烧杯中,加 10 g 硫酸铵及 H_2SO_4 (1+1)20 mL,加热至溶解完全,冷却后移入 1 000 mL 容量瓶中,稀释至刻度摇匀。此溶液为 1 mg/mL。

13.1.2.4 抗坏血酸(1%):称取 1 g 抗坏血酸,加 100 mL 水溶解备用。

13.1.2.5 硫酸溶液(3+97)。

13.1.3 仪器

分光光度计。

13.1.4 分析步骤

13.1.4.1 空白试验

随同试料做空白试验,所用试剂取自同一瓶试剂。

13.1.4.2 测定

吸取试液甲(5.3)20 mL 于 100 mL 容量瓶中,加入 20 mL 硫酸溶液(13.1.2.5)加入抗坏血酸溶液 5 mL(13.1.2.4),放置 1 min 后加二胺替吡啶甲烷溶液 7 mL(13.1.2.1),变色酸溶液 7 mL(13.1.2.2),用水稀至刻度,摇匀。10 min 后,选用波长 510 nm 及合适比色皿,以试剂空白为参比,测量其吸光度。

13.1.4.3 标准曲线的绘制

逐级吸取二氧化钛标准溶液(13.1.2.3)0,1.0,3.0,5.0……15.0 mL 分别置于 100 mL 容量瓶中,步骤同 13.1.4.2 测量其吸光度,绘制标准曲线。

13.1.5 分析结果的计算

按(18)式计算二氧化钛的百分含量:

$$\text{TiO}_2(\%) = \frac{m_1 \times \frac{V}{V_1}}{m \times 1\,000} \times 100 \quad \dots\dots\dots(18)$$

式中: m_1 ——从标准曲线查得 TiO_2 的量,mg;

m ——试料称取量,g;

V_1 ——分取试液的体积,mL;

V ——全部试液体积,mL。

13.2 二胺替吡啶甲烷分光光度法测定二氧化钛

按 GB 1347 2.6 条进行。

14 三氧化二铁测定

14.1 方法提要

在弱酸性溶液中将三价铁离子还原成二价铁离子,二价铁离子与邻菲罗啶形成橙红色络合物,于分光光度计波长 510 nm 处,测量其吸光度,计算三氧化二铁含量。

14.2 试剂

14.2.1 盐酸(1+1)。

14.2.2 盐酸羟胺溶液(10%)。

14.2.3 邻菲罗啉溶液(1%):用乙醇(1+1)配制。

14.2.4 乙酸铵溶液(20%)。

14.2.5 三氧化二铁标准溶液:移取 50.00 mL 三氧化二铁标准贮存液(15.2.10)于 500 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。此溶液 1 mL 含 100 mg 三氧化二铁。

14.3 仪器

分光光度计

14.4 分析步骤

14.4.1 空白试验

随同试料做空白试验,所用试剂须取自同一瓶试剂。

14.4.2 测定

准确移取 10.00 mL 试样溶液甲(5.3),于 100 mL 容量瓶中,加水至 50 mL,加 5 mL 盐酸羟胺溶液(14.2.2),5 mL 邻菲罗啉溶液(14.2.3),10 mL 乙酸铵溶液(14.2.4),用水稀释至刻度,混匀,放置 30 min。选用合适的比色皿于分光光度计波长 510 nm 处,以同试料的空白为参比,测量其吸光度。

14.4.3 标准曲线的绘制

分别吸取 0,1.00,2.00……10.00 mL 三氧化二铁标准溶液(14.2.5),分别置于一组 100 mL 容量瓶中,加水至约 50 mL,以下操作按 14.4.2 进行。以试剂空白为参比,测量吸光度,绘制标准曲线。

14.5 分析结果的计算

按(19)式计算三氧化二铁的百分含量:

$$\text{Fe}_2\text{O}_3(\%) = \frac{m_1 \times \frac{V}{V_1}}{m \times 1000} \times 100 \quad \dots\dots\dots(19)$$

式中: m_1 ——由标准曲线上查得三氧化二铁量,mg;

m_2 ——试料质量,g;

V_1 ——分取试液体积,mL;

V ——试液总体积,mL。

15 氧化钾、氧化钠、氧化钙、氧化镁、氧化锌、氧化铅、三氧化二铁的原子吸收分光光度法测定

15.1 方法提要

试料用高氯酸和氢氟酸分解,制成盐酸性溶液,用原子吸收分光光度计测定元素的吸光度,计算元素的含量。

15.2 试剂

15.2.1 盐酸(1+1),用优级纯盐酸配制。

15.2.2 硝酸(1+1),用优级纯硝酸配制。

15.2.3 高氯酸(70%),优级纯。

15.2.4 氢氟酸(40%),优级纯。

15.2.5 氯化锶溶液($\text{SrCl}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$)(20%),贮于塑料瓶中。

15.2.6 氧化钾标准贮存溶液:准确称取 1.583 0 g 在 105~110℃烘干 2 h 的高纯氯化钾于 300 mL 烧杯中,以水溶解后移入 1 000 mL 容量瓶中,加水稀释至刻度,摇匀后移入塑料容器中。此溶液 1 mL 含 1.00 mg 氧化钾。

15.2.7 氧化钠标准贮存溶液:准确称取 1.885 9 g 105~110℃烘干 2 h 的高纯氯化钠于 300 mL 烧杯中,以水溶解后移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度摇匀,移入塑料容器贮存,此溶液每 mL 含 1.00 mg 氧化钠。

15.2.8 氧化钙标准贮存溶液:准确称取 1.783 8 g 在 150℃烘干 2 h 的高纯碳酸钙于 300 mL 烧杯中,

加入约 100 mL 水, 盖上表面皿, 从杯咀滴加盐酸(15.2.1)溶解, 过量少许, 加热煮沸驱尽二氧化碳, 冷却, 移入 1 000 mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度, 摇匀, 移入塑料容器中贮存。此溶液每 mL 含 1.00 mg 氧化钙。

15.2.9 氧化镁标准贮存溶液: 准确称取在 950~1 000℃ 的烧过的高纯氧化镁 1.000 0 g 于 300 mL 烧杯中加入少量水, 再加入 20 mL 盐酸(15.2.1), 加热溶解, 冷却, 移入 1 000 mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度, 摇匀, 移入塑料容器中贮存, 此溶液每 mL 含 1.00 mg 氧化镁。

15.2.10 三氧化二铁标准贮存溶液: 准确称取在 105~110℃ 烘干 2 h 的高纯三氧化二铁 1.000 0 g 于 300 mL 烧杯中, 加入 30 mL 盐酸(15.2.1), 10 mL 硝酸(15.2.2), 加热溶解, 冷却, 移入 1 000 mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度, 摇匀。移入塑料容器中贮存, 此溶液每 mL 含 1.00 mg 三氧化二铁。

15.2.11 氧化锌标准贮存溶液: 准确称取在 105~110℃ 烘干 2 h 的光谱纯氧化锌 1.000 0 g 于 30 mL 烧杯中, 加 20 mL 盐酸(15.2.1)加热溶解、冷却, 移入 1 000 mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度摇匀。移入塑料容器中贮存。此溶液每 mL 含 1.00 mg 氧化锌。

15.2.12 氧化铅标准贮存溶液: 准确称取在 105~110℃ 烘干 2 h 的氧化铅(光谱纯) 1.000 0 g 于 300 mL 烧杯中, 加 40 mL 硝酸(15.2.2), 加热溶解, 冷却, 移入 1 000 mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度, 摇匀, 移入塑料容器中贮存, 此溶液每 mL 含 1.00 mg 氧化铅。

15.2.13 氧化钾、氧化钠、氧化钙、氧化镁、氧化锌、氧化铅、三氧化二铁混合标准溶液: 分别吸取上述标准贮存溶液(15.2.6~15.2.12) 100 mL, 移入 1 000 mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度, 摇匀, 此溶液中上述元素氧化物浓度均为每 mL 为 100 μ g。

15.2.14 各元素氧化物混合标准溶液系列: 分别吸取混合元素氧化物标准溶液(15.2.13), 0.00, 0.25, 0.50, 1.00, 2.00……15 mL 于一组 100 mL 容量瓶中, 用水稀释, 并使每个标准溶液中均含有 1% 氯化锶与 4% 盐酸, 冲至刻度, 摇匀, 此溶液混合元素氧化物浓度为 0, 0.25, 0.50, 1.00, 2.00; ……15 μ g/mL 的标准系列。其中不加混合标准溶液的第一份溶液即为标准系列空白, 标准系列溶液贮于塑料瓶中。

15.3 仪器

15.3.1 原子吸收分光光度计。

15.3.2 钾、钠、钙、镁、铁、锌、铅空心阴极灯。

15.4 分析步骤

15.4.1 空白试验

随同试样做空白试验, 所用试剂须取自同一瓶试剂。

15.4.2 试料溶液的制备

称取 0.1~0.2 g 试料, 精确至 0.000 1 g 于铂金皿中, 加少许水润湿, 加入 0.5 mL 高氯酸(15.2.3), 10 mL 氢氟酸(15.2.4), 于低温电炉上加热分解至冒尽白烟, 取下稍冷, 用少量水冲洗器壁, 加 0.3 mL 高氯酸(15.2.3), 继续加热至冒尽白烟, 取下, 冷却加入 4 mL 盐酸(15.2.1), 10 mL 水, 加热至残渣溶解, 取下冷却。移入 100 mL 容量瓶中加 5 mL 氯化锶溶液(15.2.5), 用水稀至刻度, 摇匀放置澄清, 备用。根据元素含量不同分取一定倍数试液用于测定。

15.4.3 测定

根据仪器型号, 将使用的原子吸收分光光度计调整到最佳工作状态, 采用空气-乙炔火焰和表 1 所示波长, 比较测定标准溶液系列、试料溶液中各元素的吸光度值。

表 1 仪器测定元素波长

测定元素	K	Na	Ca	Mg	Fe	Pb	Zn
波长(nm)	766.5	589.0	422.7	285.2	248.3	283.3	213.9

15.5 分析结果的计算

采用直接比较法按(20)式计算出待测元素的浓度 c_x :

$$c_X = \frac{E_X - E_{X_0}}{E_A - E_{A_0}} \times c_A \quad \dots\dots\dots (20)$$

式中: E_{X_0} ——试样空白溶液的吸光度;

E_X ——试样溶液的吸光度;

E_{A_0} ——标准系列空白溶液吸光度;

E_A ——标准溶液吸光度;

c_A ——标准溶液的浓度, $\mu\text{g/mL}$ 。

按(21)式计算出试样中各元素氧化物的百分含量, $M(\%)$ 。

$$M(\%) = \frac{c_X \cdot V \times 10^{-6}}{m \times \frac{V_1}{V}} \times 100 \quad \dots\dots\dots (21)$$

式中: c_X ——测试溶液中各元素氧化物的浓度, $\mu\text{g/mL}$;

V ——稀释前试样溶液的体积, mL ;

V_1 ——分取试液体积, mL ;

m ——试样质量, g 。

16 火焰光度法测定氧化钾、氧化钠

16.1 方法提要

试样经氢氟酸和高氯酸分解,残渣用盐酸溶解。以氨水和碳酸铵分离铁、铝、锆、钛等元素,滤液中的钾、钠用火焰光度计测定。

16.2 试剂及仪器

16.2.1 氢氟酸(40%)。

16.2.2 高氯酸(70%)。

16.2.3 盐酸(1+1)。

16.2.4 氨水(1+1)。

16.2.5 碳酸铵溶液(10%)。

16.2.6 甲基红指示剂(0.2%乙醇溶液)。

16.2.7 氧化钾、氧化钠混合标准溶液:称取在 $105 \sim 110^\circ\text{C}$ 烘干 2 h 的氯化钾 0.7915 g 及氯化钠 0.9429 g 于烧杯中,加水溶解后,移入 1 000 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度。摇匀。此溶液每 mL 含氧化钾、氧化钠各 0.5 mg。

16.2.8 火焰光度计。

16.3 分析步骤

16.3.1 空白试验

随同试料做空白试验。所用试剂须取自同一瓶试剂。

16.3.2 测定

称取 0.1 g 试料精确至 0.0001 g,于铂皿中,用少量水润湿,加入 0.5 mL 高氯酸(16.2.2)及 15 mL 氢氟酸(16.2.1)置于低温电炉,加热分解至冒尽白烟,取下冷却,加入 8 mL 盐酸(16.2.3)及 30 mL 水并将残渣压碎使其溶解,加热微沸 3~5 min。取下加入 1 滴甲基红指示剂,(16.2.6)用氨水(16.2.4)中和至黄色,加 10 mL 碳酸铵溶液(16.2.5),搅拌,置于低温电炉上温热 20 min。用快速滤纸过滤于 100 mL 容量瓶中,以热水洗涤沉淀。冷却,以盐酸(16.2.3)中和至溶液呈微红色,用水冲释至刻度,摇匀,以火焰光度计按仪器操作规程进行测定。

16.3.3 标准曲线的绘制

准确吸取氧化钾、氧化钠混合标准溶液(16.2.7)0,1.0,2.0,3.0,4.0……10.0 mL 分别放入

100 mL容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。然后分别于火焰光度计上按仪器操作规程进行测定,根据测得的检流计读数与溶液浓度关系,分别绘制氧化钾与氧化钠的标准曲线。

16.4 分析结果的计算

按(22)计算氧化钾、氧化钠的百分含量:

$$K_2O(Na_2O)(\%) = \frac{m_1}{m \times 1\,000} \times 100 \quad \dots\dots\dots(22)$$

式中: m_1 ——在工作曲线上查得 100 mL 被测溶液中氧化钾或氧化钠含量,mg;

m ——试样质量,g。

17 分析数据的处理及允许误差

同一试样要进行平行分析,其差值超过表 2 所列允许差时,再做分析;在允许误差以内,取其算术平均值。并按数字修约规则,修约至小数后第二位。如超出规定允许误差,应查找原因,重新进行测定。

表 2 分析结果允许误差 %

成分	含量范围	允许误差
LOSS	0.5~1.5	0.10
SiO ₂	50~65	0.30
Al ₂ O ₃	5~10	0.25
TiO ₂	2~5	0.15
ZrO ₂	3~6	0.15
B ₂ O ₃	5~10	0.20
ZnO	5~10	0.15
CaO	5~10	0.15
MgO	0.2~1	0.05
Fe ₂ O ₃	0.1~0.5	0.05
PbO	1~5	0.15
K ₂ O、Na ₂ O	2~5	0.10

附加说明:

本标准由国家建筑材料工业局提出。

本标准由山东工业陶瓷研究设计院负责起草。

本标准主要起草人王锡波、臧荣立、谢文斌、苏文静、李琳。