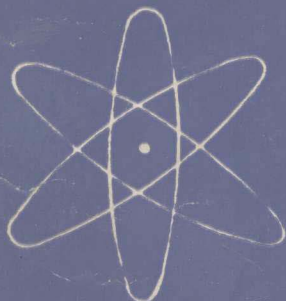


国内外玻璃标准选编



国家建材局秦皇岛玻璃研究院

1984



前 言

积极采用国际标准和国外先进标准,是我国当前一项重要的技术经济政策。玻璃属于基础材料工业,不仅关系生产建设;也是人民必需的生活资料,故产品标准化尤为重要。近些年来,我国玻璃工业发展很快,产量逐年上升,品种不断增加,但标准化工作却比较落后。其主要表现为标准数目少,有不少产品没有标准,标准的技术水平低;达到标准的产品,实物质量与国外同类产品比较相差较大;标准起不到促进企业提高产品质量和促进生产发展的作用。

为了加强玻璃标准化工作,为适应玻璃科研、设计、学校、生产企业和管理部门制订我国玻璃标准或生产中参照采用的需要,秦皇岛玻璃研究院决定组织编译出版《国内外玻璃标准选编》,将陆续分册铅印内部发行。

《选编》的第一册共收集国内、国外新的玻璃标准30篇,约20万字,140多个图表。国内标准三篇,它们是硅质玻璃原料化学分析方法、平板玻璃可见光总透过率测定方法以及将于1985年实行的普通平板玻璃国家标准。国外标准27篇,其中有美、英、日、苏联和西德标准22个;国际标准化组织建筑玻璃委员会1983年7月提出的建筑用玻璃标准稿5篇。在27个国外标准中,产品标准10个,主要有普通平板玻璃、磨光和浮法玻璃、磨光夹丝玻璃、钢化玻璃、夹层玻璃、密封隔热玻璃及泡沫玻璃等。测定方法标准16篇,主要是玻璃物性测定方法如密封隔热玻璃的密封性能、耐紫外线照射、高温高湿性能及气候循环的试验方法等。还有一篇是玻璃原料标准。

本书可供从事玻璃专业的有关^教学、科研、生产、设计标准化以及外贸的师生和科技人员参考。

参加《选编》第一册编辑审校工作的有唐慧卿、彭荣卿、谭景亚、余德新、魏世奎、李绍唐、王玉兰等同志。由于我们译文水平不高,出版审校工作不够,可能有不少缺点和错误。衷心欢迎同行专家和广大读者提出批评指正和改进建议。

国家建材局秦皇岛玻璃研究院标准化室

目 录

一、国内部分

平板玻璃可见光总透过率测定方法.....	(1)
硅质玻璃原料化学分析方法.....	(3)
普通平板玻璃.....	(23)

二、国外部分

磨光和浮法玻璃标准 (国际标准建议稿1983年7月提出)	(27)
普通平板玻璃标准 (国际标准建议稿1983年7月提出)	(35)
建筑用夹丝磨光玻璃标准 (国际标准建议稿1983年7月提出)	(42)
钢化玻璃 (国际标准建议稿1983年7月提出)	(48)
玻璃软化点试验方法 (日本R3104—70)	(54)
垂直放置密封隔热玻璃构件露点/霜点标准测定方法 (美国ASTM E576—79)	(58)
密封隔热玻璃构件霜点标准测定方法 (美国ASTM E546—79)	(71)
空心玻璃砖 (苏联9272—75)	(77)
泡沫玻璃块和隔热管道标准说明书 (美国ASTM C552—79)	(87)
夹层玻璃 (日本R3205—78)	(91)
玻璃测试: 玻璃和玻璃熔体中的应力测定 (西德52327) (第一部分)	(95)
玻璃—金属板熔合物中的应力测定 (西德52327) (第二部分)	(99)
长石和石英——长石磨料 (苏联Гост22871—77)	(104)
建筑玻璃砖的要求和检验 (西德18175)	(107)
双层中空玻璃 (日本R3209—1979)	(113)
密封隔热玻璃构件密封耐久性标准试验方法 (美国ASTM E773—81)	(118)
英国密封平板双层装配玻璃构件标准规范 (英国BS5713—79)	(124)
密封隔热玻璃构件标准规范 (美国ASTM E774—81)	(135)
玻璃的直流电体积电阻率的标准测试方法 (美国ASTM C657—78)	(139)
✓ 检验玻璃在121℃时抗水性的测定方法粉末法 (西德28817)	(145)
硅酸盐玻璃和玻璃结晶材料密度测定方法 (苏联)	(151)
实验室玻璃器皿耐热冲击试验方法 (国际标准)	(153)
玻璃检验努氏硬度检验法 (西德52333)	(155)
测定玻璃应力—光学系数的标准方法 (美国ASTM C770—77)	(159)
玻璃管热冲击试验的标准方法 (美国ASTM C600—77)	(166)
玻璃的抗酸性测定 (国际R1776)	(168)
建筑用夹层玻璃 (国际标准建议稿)	(171)

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准

GB 2680—81

平板玻璃可见光总透过率测定方法

本方法适用于平板玻璃可见光总透过率的测定。

一、定 义

1 平板玻璃的可见光总透过率（简称透光率）是指由光源A发出的一束平行光束垂直照射平板玻璃时，透过它的光通量 ϕ_2 对入射光通量 ϕ_1 的百分比数，以 τ （%）表示即 $\tau = \frac{\phi_2}{\phi_1} \times 100$ 。

二、仪 器

2 本方法采用BTG—1型平板玻璃透光率测定仪，其结构原理示于图1。

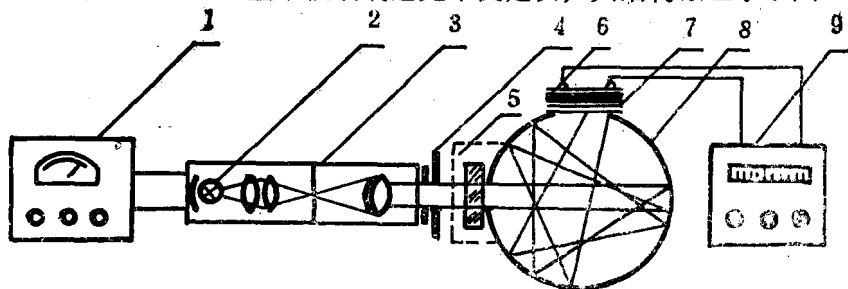


图1 BTG—1型平板玻璃透光率测定仪结构原理图

- 1—稳压电源；2—白炽灯；3—准直系统；4—快门；5—样品室；
6—硒光电池；7— V_λ 滤光片；8—积分球；9—检流计

由白炽灯（CIE光源A）发出的光经准直系统成为一束平行光，通过样品室进入积分球。装设在球壁上的硒光电池（附有 V_λ 滤光片）将光通量转换成光电流，由检流计测出。

3 仪器应每三个月用标准样品校核一次。若偏差超过 $\pm 0.4\%$ ，应予以调整。

三、标 准 样 品

- 4 标准样品的成分应符合我国平板玻璃的化学组成，其厚度为5mm。
5 标准样品的透光率值用精度优于 $\pm 0.5\%$ 的分光光度计标定。
6 标准样品应装入密闭的干燥器中，存放于阴凉处。

四、取 样

7 对玻璃基板,按图 2 中的剖线所示部位,切取 $40 \times 60\text{mm}$ 长方形试样 8 片。

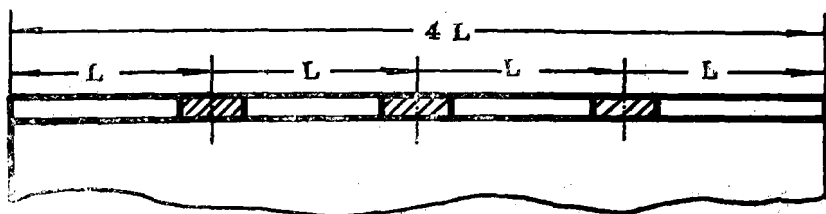


图 2 取样示意图

8 所取试样不应有明显可见的划伤、疙瘩、不易清洗的附着物及直径大于 1 mm 的气泡。

五、测 定

9 测定前的准备

- (1) 用浸有无水乙醇(或乙醚)的脱脂棉清洗试样。
- (2) 接通电源,将光源电流调至规定值,预热 10 分钟。

10、测定步骤

- (1) 将试样固定在样品架上,放入样品室。
- (2) 关闭快门,准确调整检流计零点,移动样品架,使试样置于测量光路之外,打开快门,预照 3 分钟,调节满度旋钮,使检流计光点准确指示满度(即 100%)。
- (3) 移动样品架,使试样置于光路,读取检流计光点偏转格数。
- (4) 核对零点与满度,如发现有所偏离,则此次测定为无效。

六、测 定 结 果

- 11 对每片试样测定三次,取算术平均值作为该试样的透光率值。
- 12 将 3 片试样的透光率值取算术平均值,作为测定结果。
- 13 透光率测定报告应包括如下内容:试样编号、取样日期、测定日期、样品厚度、测定结果等。

注:自本标准实施之日起,原部标准 JC115—66 作废。

中华人民共和国国家标准

UDC 666.122
.2:543.06

GB 3404—82

硅质玻璃原料化学分析方法

Methods for chemical analysis of
glass making sands

本标准适用于硅石、砂岩、硅砂等硅质玻璃原料的化学成分分析。标准中同一成分所列不同分析方法,可根据具体情况选用。

1 总则

1.1 所用分析天平应精确至0.0001g,天平与砝码应定期进行检定。称取试样时读数应精确至0.0001g。“恒重”系指连续两次称重之差不大于0.0002g。

1.2 所用仪器和量器应经过校正。

1.3 分析试样应于烘箱中在105~110℃烘干1h以上,然后放入干燥器中,冷却至室温,进行称量。

1.4 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,用于标定溶液浓度的试剂应为基准试剂。对水和试剂应做空白试验。

1.5 标准中试剂的浓度采用下列表示法:

1.5.1 当直接用名称表示酸和氢氧化铵时,系指符合下列百分浓度的浓试剂:

试剂名称	试剂浓度, %
盐酸	36~38
氢氟酸	40以上
硝酸	65~68
高氯酸	70~72
硫酸	95~98
氢氧化铵	25~28

1.5.2 被稀释的酸和氢氧化铵浓度以如下的形式表示:如盐酸(5+95),系指5份体积的浓盐酸(36~38%)加95份体积的水配成之溶液。

1.5.3 固体试剂配制的溶液浓度用重量/体积百分浓度表示(作标准溶液时除外)。例如:20%氢氧化钾是指每20g氢氧化钾溶于100ml水而制成之溶液。在没有特别指出时,均指水溶液。

1.6 对光度测量的参比液作如下说明:

1.6.1 制作标准曲线时所用“试剂空白溶液”指第一只容量瓶中不含待测氧化物之溶液。

1.6.2 试样分析时所用“试剂空白溶液”指按试样测定操作不含试样所得之溶液。

2 试样的制备

取来的样品必须混合均匀, 并能代表平均组成, 没有外来杂质混入。将此样品经过缩分, 最后得到约20g试样。在玛瑙乳钵中研磨至全部通过孔径75 μ m筛, 然后装于称量瓶中备用。

3 烧失量的测定

称取约1g试样于已恒重的铂坩埚中, 放入高温炉内, 从室温开始升温, 于1000~1050 $^{\circ}$ C灼烧半小时。在干燥器中冷却至室温, 称重。反复灼烧, 直至恒重。烧失量的百分含量(X)按下式计算:

$$X = \frac{G - G_1}{G} \times 100 \dots\dots\dots (1)$$

式中: G ——灼烧前试样重量, g;

G₁ ——灼烧后试样重量, g。

4 二氧化硅的测定

4.1 盐酸一次脱水重量法——分光光度法

4.1.1 试剂

无水碳酸钠;

盐酸;

盐酸: 1 + 1, 1 + 11, 5 + 95;

硫酸: 1 + 1;

氢氟酸;

2%氟化钾水溶液: 称取2g氟化钾(KF·2H₂O)于塑料杯中, 加100ml水溶解, 贮存于塑料瓶中;

2%硼酸水溶液;

0.5%对硝基苯酚指示剂乙醇溶液: 称取0.5g对硝基苯酚, 溶于100ml95%乙醇中;

20%氢氧化钾水溶液: 称取20g氢氧化钾于塑料杯中, 加100ml水溶解, 贮存于塑料瓶中;

95%乙醇;

8%钼酸铵水溶液: 称取8g钼酸铵, 溶于100ml水中, 过滤, 贮存于塑料瓶中;

2%抗坏血酸溶液(使用时配制);

二氧化硅标准溶液: 准确称取0.1000g预先经1000 $^{\circ}$ C灼烧1h的高纯石英(99.99%)于铂坩埚中, 加2g无水碳酸钠, 混匀。先于低温加热, 逐渐升高温度至1000 $^{\circ}$ C; 以得到透明熔体, 冷却。用热水浸取熔块于300ml塑料杯中, 加入150ml沸水, 搅拌使其溶解(此时溶液应是澄清的), 冷却。转入1L容量瓶中, 用水稀释至标线, 摇匀后立即转移到塑料瓶中贮存。此溶液每毫升含0.1mg二氧化硅。

4.1.2 仪器

分光光度计。

4.1.3 二氧化硅(硅钼蓝)比色标准曲线的绘制

于一组100ml容量瓶中, 分别加8ml盐酸(1 + 11)及10ml水, 摇匀。用刻度移液管依次加入0, 1.00, 2.00, 3.00, 4.00, 5.00, 6.00ml二氧化硅标准溶液, 加8ml

95%乙醇, 4 ml 8%钼酸铵, 摇匀。室温高于20℃时放置15min; 低于20℃时, 于30~50℃的温水中放置5~10min, 冷却至室温。加15ml盐酸(1+1), 用水稀释至近90ml, 加5ml±2%抗坏血酸, 用水稀释至标线, 摇匀。1h后, 于分光光度计上, 以试剂空白溶液作参比, 选用0.5cm比色皿, 在波长700nm处测定溶液的吸光度。按测得的吸光度与比色溶液浓度的关系绘制标准曲线。

4.1.4 分析步骤

称取约0.5g试样于铂皿中(铂皿容积约75~100ml), 加1.5g无水碳酸钠, 与试样混匀, 再取0.5g无水碳酸钠铺在表面。先于低温加热, 逐渐升高温度至1000℃, 熔融呈透明熔体, 继续熔融约5min, 用包有铂金头的坩埚钳夹持铂皿, 小心旋转, 使熔融物均匀地附着在皿的内壁。冷却, 盖上表皿, 加20ml盐酸(1+1)溶解熔块, 将皿置水浴上加热至碳酸盐完全分解, 不再冒气泡。取下, 用热水洗净表皿, 除去表皿, 将铂皿再置水浴上蒸发至无盐酸味。

冷却, 加5ml盐酸, 放置约5min, 加约20ml热水搅拌使盐类溶解, 加适量滤纸浆搅拌。用中速定量滤纸过滤, 滤液及洗涤液用250ml容量瓶承接, 以热盐酸(5+95)洗涤皿壁及沉淀10~12次, 热水洗涤10~12次。

在沉淀上加2滴硫酸(1+1), 将滤纸和沉淀一并移入铂坩埚中, 放在电炉上低温烘干, 升高温度使滤纸充分灰化, 于1100℃灼烧1h, 在干燥器中冷却至室温, 称量, 反复灼烧, 直至恒重。

将沉淀用水润湿, 加3滴硫酸(1+1)和5~7ml氢氟酸, 在砂浴上加热, 蒸发至干, 重复处理一次, 继续加热至冒尽三氧化硫白烟为止。将坩埚在1100℃灼烧15min, 在干燥器中冷却至室温, 称量。反复灼烧, 直至恒重。

将上面的滤液用水稀释至标线, 摇匀。吸取25ml滤液于100ml塑料杯中, 加5ml 2%氟化钾, 摇匀, 放置10min。加5ml 2%硼酸, 加1滴对硝基苯酚指示剂, 滴加20%氢氧化钾至溶液变黄, 加8ml盐酸(1+11), 转入100ml容量瓶中, 加8ml 95%乙醇, 4ml 8%钼酸铵, 摇匀。室温高于20℃时, 放置15min; 低于20℃时, 于30~50℃的温水中放置5~10min, 冷却至室温。加15ml盐酸(1+1), 用水稀释至近90ml, 加5ml 2%抗坏血酸, 用水稀释至标线, 摇匀。1h后, 于分光光度计上, 以试剂空白溶液作参比, 选用0.5cm比色皿, 在波长700nm处测定溶液的吸光度。

二氧化硅的百分含量(X_1)按下式计算:

$$X_1 = \left[\frac{G_1 - G_2}{G} + \frac{C \times 10}{G \times 1000} \right] \times 100 \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中: G_1 ——灼烧后未经氢氟酸处理的沉淀及坩埚重量, g;

G_2 ——经氢氟酸处理并灼烧后残渣及坩埚重量, g;

G ——试样重量, g;

C ——在标准曲线上查得所分取滤液中二氧化硅的含量, mg。

注: 回收二氧化硅, 也可用硅钼黄比色法。详见4.2.4。

4.2 凝聚重量法——分光光度法

4.2.1 试剂

0.1%聚环氧乙烷溶液: 称取0.1g聚环氧乙烷于烧杯中, 加少量水浸泡一段时间,

搅拌使其溶解，稀释至100ml。贮存于塑料瓶中，溶液保留至有沉淀产生弃去重配；
其余试剂同4.1.1。

4.2.2 仪器

分光光度计。

4.2.3 二氧化硅（硅钼黄）比色标准曲线的绘制

于一组100ml容量瓶中，分别加8ml盐酸（1+11）及10ml水，摇匀。用刻度移液管依次加入0，1.00，2.00，3.00，4.00，5.00，6.00ml二氧化硅标准溶液，加8ml 95%乙醇，4ml 8%钼酸铵，摇匀。室温高于20℃时，放置15min；低于20℃时，于30~50℃的温水中放置5~10min，冷却至室温。用水稀释至标线，摇匀。2h内，于分光光度计上，以试剂空白溶液作参比，选用3cm比色皿，在波长420nm处测定溶液的吸光度。按测得吸光度与比色溶液浓度的关系绘制标准曲线。

注：加钼酸铵后，应避免阳光照射。

4.2.4 分析步骤

称取约0.5g试样于铂皿中，加1.5g无水碳酸钠，与试样混匀，再取0.5g无水碳酸钠铺在表面。先于低温加热，逐渐升高温度至1000℃，熔融呈透明熔体，继续熔融约5min，用包有铂金头的坩埚钳夹持铂皿小心旋转，使熔融物均匀地附着在皿的内壁。冷却，盖上表皿，加20ml盐酸（1+1）溶解熔体，将皿置水浴上加热至碳酸盐完全分解，不再冒气泡。取下，用热水洗净表皿，除去表皿，将铂皿再置水浴上蒸发至10ml以下或糊状，将铂皿从水浴上取下，加适量滤纸浆搅拌，加约5ml聚环氧乙烷溶液，充分搅拌，放置5min。用中速定量滤纸过滤，冲洗表皿，滤液及洗涤液用250ml容量瓶承接，用热盐酸（5+95）洗涤沉淀及铂皿10~12次，再用热水洗涤10~12次。

在沉淀上加2滴硫酸（1+1），以下步骤按4.1.4进行。

滤液中残留二氧化硅，除了用硅钼蓝比色回收外，还可利用硅钼黄比色回收。步骤如下：

吸取25ml滤液于100ml塑料杯中，加5ml 2%氟化钾，摇匀，放置10min。加5ml 2%硼酸，加1滴对硝基苯酚指示剂，滴加20%氢氧化钾至溶液变黄，加8ml盐酸（1+11），转入100ml容量瓶中，加8ml 95%乙醇，4ml 8%钼酸铵，摇匀。室温高于20℃时，放置15min；低于20℃时，于30~50℃的温化中放置5~10min，冷却至室温。用水稀释至标线，摇匀。2h内，于分光光度计上以试剂空白溶液作参比，选用3cm比色皿，在波长420nm处测定溶液的吸光度。

二氧化硅百分含量（ X_2 ）按下式计算：

$$X_2 = \left[\frac{G_1 - G_2}{G} + \frac{C \times 10}{G \times 1000} \right] \times 100 \quad \text{..... (3)}$$

式中： G_1 ——灼烧后未经氢氟酸处理的沉淀及坩埚重量，g；

G_2 ——经氢氟酸处理并灼烧后残渣及坩埚重量，g；

G ——试样重量，g；

C ——在标准曲线上查得所分取滤液中二氧化硅的含量，mg。

注：试剂空白溶液中不要加聚环氧乙烷，因其与钼酸铵形成白色沉淀。

5 三氧化二铝的测定

5.1 试剂

无水碳酸钠;

硼酸,

氢氟酸;

硫酸: 1 + 1;

盐酸: 1 + 1;

0.2%二甲酚橙指示剂水溶液;

20%氢氧化钾水溶液;

乙酸—乙酸钠缓冲溶液 (pH5.6): 将250g三水乙酸钠 (或150.7g无水乙酸钠) 溶于水, 加12ml冰乙酸, 用水稀释至1 L, 摇匀;

0.01M乙二胺四乙酸二钠 (EDTA) 标准溶液: 称取EDTA3.7g于烧杯中, 加水约200ml, 加热溶解, 用水稀释至1 L;

0.01M乙酸锌标准溶液: 称取二水乙酸锌2.2g溶于少量水中, 加乙酸 (36%) 2ml, 用水稀释至1 L;

氧化钙标准溶液: 准确称取经105~110℃烘干4h的碳酸钙1.7848g于300 ml烧杯中, 加水约150ml, 盖上表皿, 滴加盐酸 (1 + 1) 10ml使其溶解, 加热煮沸数分钟以驱尽溶液中的二氧化碳。冷却后移入1 L容量瓶中, 用水稀释至标线, 摇匀。此溶液每毫升含1 mg氧化钙;

钙黄绿素混合指示剂: 称取0.2g钙黄绿素, 0.2g百里香酚酞络合剂, 与20g已在105℃烘过的硝酸钾混合研细, 贮存于磨口瓶中;

EDTA标准溶液的标定: 准确移取10ml氧化钙标准溶液于300ml烧杯中, 加水约150 ml。滴加20%氢氧化钾调节溶液pH值约为12, 再过量2 ml, 加适量钙黄绿素混合指示剂, 用0.01MEDTA标准溶液滴定至绿色荧光消失并呈现淡红色。

EDTA对三氧化二铝、氧化钙、氧化镁的滴定度按下式计算:

$$T_{Al_2O_3} = \frac{W \times 50.98}{V \times 56.08} \dots\dots\dots (4)$$

$$T_{CaO} = \frac{W}{V} \dots\dots\dots (5)$$

$$T_{MgO} = \frac{W \times 40.30}{V \times 56.08} \dots\dots\dots (6)$$

式中: W——所取氧化钙的毫克数;

V——滴定时消耗EDTA标准溶液的体积, ml;

$T_{Al_2O_3}$ ——EDTA标准溶液对三氧化二铝的滴定度, mg/ml;

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;

50.98——三氧化二铝分子量的一半;

56.08——氧化钙的分子量;

40.30——氧化镁的分子量。

EDTA标准溶液与乙酸锌标准溶液体积比的测定：从滴定管放出10.00ml 0.01M EDTA标准溶液于300ml烧杯中，加水约150ml，加5ml pH5.6的缓冲溶液，加二甲酚橙指示剂4滴，用0.01M乙酸锌标准溶液滴定至溶液由黄色变为红色。

EDTA标准溶液与乙酸锌标准溶液的体积比按下式计算：

$$K = \frac{10}{V} \quad (7)$$

式中：K——每毫升乙酸锌标准溶液相当于EDTA标准溶液的毫升数；

V——滴定时消耗乙酸锌标准溶液的体积，ml。

5.2 分析步骤

根据试样中二氧化硅的含量范围，试液制备步骤分述如下：

a. 二氧化硅含量在95%以上者，称取约1g试样于铂皿中，用少量水润湿，加1ml硫酸(1+1)和10ml氢氟酸，于低温电炉上蒸发至冒三氧化硫白烟，重复处理一次，逐渐升高温度，驱尽三氧化硫，冷却。加5ml盐酸(1+1)及适量水，加热溶解，冷却后，转入250ml容量瓶中，用水稀释至标线，摇匀。此溶液供测定三氧化二铁、二氧化钛、三氧化二铝、氧化钙、氧化镁之用。

b. 二氧化硅含量在95%以下者，称取约1g试样于铂皿中，用少量水润湿，加约1ml硫酸(1+1)和10ml氢氟酸，在低温电炉上蒸发至冒三氧化硫白烟，逐渐升高温度驱尽三氧化硫。放冷，将1.5g无水碳酸钠和1g硼酸，混匀后，加于残渣上。先低温加热，逐渐升高温度至1000℃~1100℃熔融约10min，使残渣全部融解。盖上表皿，放冷后加10ml盐酸(1+1)及适量水，加热溶解，冷却后移入250ml容量瓶中，用水稀释至标线，摇匀。此溶液供测定三氧化二铁、二氧化钛、三氧化二铝、氧化钙、氧化镁之用。

c. 从上述a或b制取的溶液中，移取适量试样溶液(含三氧化二铝在2%以下者移取50ml，在2%以上者移取25ml)于300ml烧杯中用滴定管加入20.00ml 0.01M EDTA标准溶液，在电炉上加热至50℃以上，加1滴二甲酚橙指示剂，在搅拌下滴加氢氧化铵(1+1)至溶液由黄色刚好变成紫红色，加5ml pH5.6缓冲溶液，此时溶液由紫红变黄。继续加热，煮沸2~3min，冷却，用水稀释至约150ml。加2~3滴二甲酚橙指示剂，用0.01M乙酸锌标准溶液滴定至溶液由黄色变为红色。

d. 三氧化二铝的百分含量(X_3)按下式计算：

$$X_3 = \frac{T_{Al_2O_3} \cdot A(V_1 - V_2 \cdot K)}{G \times 1000} \times 100 - (0.6384 \times Fe_2O_3\% + 0.6380 \times TiO_2\%) \quad (8)$$

式中： $T_{Al_2O_3}$ ——EDTA标准溶液对三氧化二铝的滴定度，mg/ml；

V_1 ——加入EDTA标准溶液的体积，ml；

V_2 ——滴定过量EDTA消耗乙酸锌标准溶液的体积，ml；

K——每毫升乙酸锌标准溶液相当于EDTA标准溶液的毫升数；

A——系数。

当移取25ml试液时， $A = 10$ ；

当移取50ml试液时， $A = 5$ ；

G——试样重量, g;

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。

6 三氧化二铁的测定

6.1 试剂

氢氧化铵: 1 + 1;

盐酸: 1 + 1;

对硝基苯酚指示剂: 0.5%乙醇溶液;

10%盐酸羟胺水溶液;

0.1%邻菲罗啉: 称取0.1g邻菲罗啉溶于10ml乙醇, 加90ml水混匀;

10%酒石酸水溶液;

三氧化二铁标准溶液: 准确称取0.1000g预先经400℃灼烧半小时的三氧化二铁于烧杯中, 加10ml盐酸(1 + 1), 加热溶解, 冷却后, 转入1L容量瓶中, 用水稀释至标线, 摇匀。此溶液每毫升含0.1mg三氧化二铁。

移取100ml上面配制的三氧化二铁标准溶液, 放入500ml容量瓶中, 用水稀释至标线, 摇匀。此溶液每毫升含0.02mg三氧化二铁。

6.2 仪器

分光光度计。

6.3 三氧化二铁比色标准曲线的绘制

移取0, 1.00, 3.00, 5.00, 7.00, 10.00, 13.00, 15.00ml三氧化二铁标准溶液(每毫升含0.02mg三氧化二铁), 分别放入一组100ml容量瓶中, 用水稀释至40~50ml, 加4ml 10%酒石酸, 1~2滴对硝基苯酚指示剂, 滴加氢氧化铵(1 + 1)至溶液呈现黄色, 随即滴加盐酸(1 + 1)至溶液刚无色, 此时, 溶液pH值约为5。加2ml 10%盐酸羟胺, 10ml 0.1%邻菲罗啉, 用水稀释至标线, 摇匀。放置20min后, 于分光光度计上, 以试剂空白溶液作参比, 选用1cm比色皿, 在波长510nm处测量溶液的吸光度。按测得的吸光度与比色溶液浓度的关系绘制标准曲线。

6.4 分析步骤

从5.2a或b制取的溶液中, 吸取25ml移置于100ml容量瓶中, 用水稀释至40~45ml。加4ml 10%酒石酸, 1~2滴对硝基苯酚指示剂, 滴加氢氧化铵(1 + 1), 至溶液呈现黄色, 随即滴加盐酸(1 + 1)至溶液刚无色, 此时, 溶液pH值约为5。加2ml 10%盐酸羟胺, 10ml 0.1%邻菲罗啉, 用水稀释至标线, 摇匀。放置20min后, 于分光光度计上, 以试剂空白溶液作参比, 选用1cm比色皿, 在波长510nm处测量溶液的吸光度。

三氧化二铁的百分含量(X_4)按下式计算:

$$X_4 = \frac{C \times 10}{G \times 1000} \times 100 \dots\dots\dots (9)$$

式中: C——在标准曲线上查得所分取试样溶液中三氧化二铁的含里, mg;

G——试样重量, g。

7 二氧化钛的测定

7.1 试剂

硫酸：1 + 1；

盐酸：1 + 1；

氢氧化铵：1 + 1；

对硝基苯酚指示剂：0.5%乙醇溶液；

5%抗坏血酸水溶液（使用时配制）；

5%变色酸水溶液（使用时配制）；

二氧化钛标准溶液：准确称取0.1000g预先经800~950℃灼烧半小时的二氧化钛于铂坩埚中，加约3g焦硫酸钾，先在电炉上熔融，再移到喷灯上熔至呈透明状态。放冷后，用20ml热硫酸（1 + 1）浸取熔块于预先盛有80ml硫酸（1 + 1）的烧杯中，加热溶解。冷却后，转入1L容量瓶中，用水稀释至标线，摇匀。此溶液每毫升含0.1mg二氧化钛；

吸取100ml上面配制的二氧化钛标准溶液于1L容量瓶中，用水稀释至标线，摇匀。此溶液每毫升含0.01mg二氧化钛。

7.2 仪器

分光光度计。

7.3 二氧化钛比色标准曲线的绘制

吸取0, 1.00, 2.00, 3.00, 4.00, 5.00, 6.00, 7.00ml二氧化钛标准溶液（每毫升含0.01mg二氧化钛），分别放入一组100ml容量瓶中，用水稀释至40~50ml。加5ml抗坏血酸和1~2滴对硝基苯酚指示剂，滴加氢氧化铵（1 + 1）至溶液呈现黄色，随即滴加盐酸（1 + 1）至溶液刚无色，再加3滴，加5ml5%变色酸，用水稀释至标线，摇匀，放置10min。于分光光度计上，以试剂空白溶液作参比，选用3cm比色皿，在波长470nm处测量溶液的吸光度，按测得的吸光度与比色溶液浓度的关系绘制标准曲线。

7.4 分析步骤

从5.2a或b制取的溶液中，吸取25ml移置于100ml容量瓶中，用水稀释至40~50ml。加5ml5%抗坏血酸和1~2滴对硝基苯酚指示剂，滴加氢氧化铵（1 + 1）至溶液呈现黄色，随即滴加盐酸（1 + 1）至溶液刚无色，再加3滴，加5ml5%变色酸，用水稀释至标线，摇匀，放置10min。于分光光度计上，以试剂空白溶液作参比，选用3cm比色皿，在波长470nm处测量溶液的吸光度。

二氧化钛的百分含量（ X_5 ）按下式计算：

$$X_5 = \frac{C \times 10}{G \times 1000} \times 100 \dots\dots\dots (10)$$

式中：C——在标准曲线上查得所分取试样溶液中二氧化钛的含量，mg；

G——试样重量，g。

8 氧化钙的测定

8.1 试剂

三乙醇胺：（1 + 1）；

20%氢氧化钾水溶液；

钙黄绿素混合指示剂：同5.1；

0.01M EDTA标准溶液。

8.2 分析步骤

从5.2a或b制取的溶液中，吸取50 ml移置于300 ml烧杯中，加3 ml三乙醇胺（1 + 1），用水稀释至约150 ml。滴加20%氢氧化钾调节溶液pH值约为12，再过量2 ml，加适量钙黄绿素混合指示剂。用0.01M EDTA标准溶液滴定至绿色荧光消失并呈现淡红色。

氧化钙的百分含量（ X_6 ）按下式计算：

$$X_6 = \frac{T_{CaO} \cdot V_1 \times 5}{G \times 1000} \times 100 \dots\dots\dots (11)$$

式中： T_{CaO} ——EDTA标准溶液对氧化钙的滴定度，mg/ml；

V_1 ——滴定时消耗EDTA标准溶液的体积，ml；

G ——试样重量，g。

9 氧化镁的测定

9.1 试剂

三乙醇胺：1 + 1；

氢氧化铵：1 + 1；

氢氧化铵—氯化铵缓冲溶液（pH = 10）：称取67.5g氯化铵溶于水，加570 ml氢氧化铵，用水稀释至1 L；

酸性铬蓝K—萘酚绿B（1 : 3）混合指示剂：将混合指示剂与硝酸钾按1 : 50的比在玛瑙乳钵中研细混匀，贮存于带磨口塞的棕色瓶中；

0.01M EDTA标准溶液。

9.2 分析步骤

从5.2a或b制取的溶液中，吸取50 ml移置于300 ml烧杯中，加3 ml三乙醇胺（1 + 1）用水稀释至约150 ml，滴加氢氧化铵（1 + 1）调节溶液pH值约为10，再加10 ml pH值为10的氢氧化铵—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0.01M EDTA标准溶液滴定至试液由紫红色变为蓝绿色。

氧化镁的百分含量（ X_7 ）按下式计算：

$$X_7 = \frac{T_{MgO}(V_2 - V_1) \times 5}{G \times 1000} \times 100 \dots\dots\dots (12)$$

式中： T_{MgO} ——EDTA标准溶液对氧化镁的滴定度，mg/ml；

V_1 ——滴定氧化钙时消耗EDTA标准溶液的体积，ml；

V_2 ——滴定钙、镁含量时消耗EDTA标准溶液的体积，ml；

G ——试样重量，g。

10 氧化钾和氧化钠的测定

10.1 试剂

氢氟酸；

硫酸：1 + 1；

盐酸：1 + 11；

氧化钾标准溶液：准确称取预先在130~150℃烘干2h的氯化钾1.5830g于烧杯中，

加水溶解，移入1 L容量瓶中，用水稀释至标线，摇匀。此溶液每毫升含1 mg 氧化钾；

氧化钠标准溶液：准确称取预先在130~150℃烘干2 h的氯化钠1.8859g于烧杯中。加水溶解，移入1 L容量瓶中，用水稀释至标线，摇匀。此溶液每毫升含1 mg 氧化钠。

氧化钾、氧化钠混合标准系列的配制：从滴定管向10个1 L容量瓶依次加入1.00，2.00，3.00，4.00，5.00，6.00，7.00，8.00，9.00，10.00 ml氧化钾标准溶液，从另一滴定管向上述容量瓶中依次加入同样数量的氧化钠标准溶液。各加100 ml 盐酸（1 + 11），用水稀释至标线，摇匀。贮存于塑料瓶中。此系列含氧化钾和氧化钠均为1~10 µg/ml。

注：上述混合标准系列中，氧化钾、氧化钠的浓度比为1 : 1；在实际工作中，应注意使其尽可能接近试样溶液中氧化钾、氧化钠的浓度比。

10.2 仪器

火焰光度计。

10.3 分析步骤

依样品中氧化钾和氧化钠的含量准确称取试样0.1~0.5g（通常含量大于0.5%者称取0.1~0.2g，小于0.5%者称取0.2~0.5g）于铂皿中，用少量水润湿，加10~15滴硫酸（1 + 1）和10 ml氢氟酸，置于低温电炉上蒸发至冒三氧化硫白烟，放冷后，加3~5 ml氢氟酸，继续蒸发至三氧化硫白烟冒尽。取下，放冷，加25 ml盐酸（1 + 11），加热溶解，放冷，移入250 ml容量瓶中，用水稀释至标线，摇匀。

将火焰光度计按仪器使用规程调整到工作状态，按如下操作，分别使用钾滤光片（波长767nm）测定氧化钾、钠滤光片（波长589nm）测定氧化钠。

喷雾试样溶液，读取检流计读数（D）。

从氧化钾、氧化钠混合标准系列中，选取比试样溶液浓度略小的标准溶液进行喷雾，读取检流计读数（D₁）。再选取比试样溶液浓度略大的标准溶液进行喷雾，读取检流计读数（D₂）。

氧化钾和氧化钠的百分含量（X_K或X_{Na}）按下式计算：

$$X_K \text{ 或 } X_{Na} = \frac{\left[C_1 + (C_2 - C_1) \frac{D - D_1}{D_2 - D_1} \right] \times 250 \times 10^{-6}}{G} \times 100 \dots (13)$$

式中：C₁——比试样溶液浓度略小的标准溶液浓度，µg/ml；

C₂——比试样溶液浓度略大的标准溶液浓度，µg/ml；

G——试样重量，g。

11 三氧化二铬的测定

11.1 试剂

氢氟酸；

硫酸：1 + 1，1 + 8；

0.3%高锰酸钾水溶液；

1%迭氮化钠水溶液；

多磷酸盐溶液：称取 $6.04 \pm 0.02\text{g}$ 磷酸氢二钠（或 15.22g 十二水磷酸氢二钠）及 $5.87 \pm 0.02\text{g}$ 一水磷酸二氢钠（或 6.64g 二水磷酸二氢钠）于 100 ml 铂皿中（如皿不够大，可少制备些）混匀。于低温电炉上熔化，赶去水分，然后移到喷灯上加热，逐渐升温熔融，待熔体呈樱桃红色，将皿从火焰上移开，旋转熔体使液层变薄，至熔体红色刚消失立即将铂皿放入冷水中冷却，所得熔块应是透明或微带乳白色，冷却后将熔块溶于 100 ml 冷水中贮存；

0.25%二苯基碳酰二肼溶液：将 0.25g 二苯基碳酰二肼溶于 100 ml 丙酮，贮于棕色瓶中，置于阴凉处（存放不宜超过一周）。

三氧化二铬标准溶液：准确称取于 $150 \sim 170^\circ\text{C}$ 烘干 1 h 的重铬酸钾 0.1936g 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。此溶液每毫升含 0.1 mg 三氧化二铬；

吸取 10 ml 上面配制的三氧化二铬标准溶液，放入 1 L 容量瓶中，用水稀释至标线，摇匀。此溶液每毫升含 $1\text{ }\mu\text{g}$ 三氧化二铬。

11.2 仪器

分光光度计。

11.3 三氧化二铬比色标准曲线的绘制

吸取 $0, 1.00, 2.00, 3.00, 5.00, 7.00, 9.00\text{ ml}$ 三氧化二铬标准溶液（每毫升含 $1\text{ }\mu\text{g}$ 三氧化二铬），分别放入一组 100 ml 容量瓶中，用水稀释至约 40 ml 。加 5 ml 硫酸（ $1 + 8$ ）， 1 ml 多磷酸盐溶液，摇匀。加 2 ml 二苯基碳酰二肼溶液，用水稀释至标线，摇匀。 $10 \sim 30\text{ min}$ 内，于分光光度计上，以试剂空白溶液作参比，选用 3 cm 比色皿，在波长 540 nm 处测量溶液的吸光度。按测得的吸光度与比色溶液浓度的关系绘制标准曲线。

11.4 分析步骤

称取约 1 g 试样于铂皿中，用少量水润湿，加 1 ml 硫酸（ $1 + 1$ ）， 10 ml 氢氟酸。于低温电炉上蒸发至近干，再加 $3 \sim 5\text{ ml}$ 氢氟酸继续蒸发至干，逐渐升高温度，驱尽三氧化硫白烟。冷却，加 5 ml 硫酸（ $1 + 8$ ）及适量水，加热溶解。若有沉淀则用慢速滤纸过滤，并用热水充分洗涤。将试液移入 100 ml 容量瓶中，加 5 滴高锰酸钾溶液，在沸水浴上煮 5 min ，如必要，再补加高锰酸钾至红色不消失。将容量瓶从水浴上取下，立即在剧烈摇动下逐滴加入迭氮化钠溶液，至高锰酸钾红色消失（过量 $2 \sim 3$ 滴）。继续在水浴上加热 $2 \sim 3\text{ min}$ ，除去过量的迭氮化钠，立即在冷水浴中冷却至室温。加 1 ml 多磷酸盐溶液，摇匀，加 2 ml 二苯基碳酰二肼溶液，用水稀释至标线，摇匀。 $10 \sim 30\text{ min}$ 内，于分光光度计上，以试剂空白溶液作参比，选用 3 cm 比色皿，在波长 540 nm 处测量溶液的吸光度。

三氧化二铬的百分含量（ X_{10} ）按下式计算：

$$X_{10} = \frac{C \times 10^{-6}}{G} \times 100 \dots\dots\dots (14)$$

式中：C——在标准曲线上查得试样溶液中三氧化二铬的含量， μg ；

G——试样重量，g。

12 对分析结果的要求

分析结果的允许误差范围如下表：

测 定 项 目		室内允许误差, %	室间允许误差, %
烧 失 量		0.06	0.06
SiO ₂	盐酸一次脱水重量法	0.20	0.25
	凝聚重量法	0.20	0.25
Fe ₂ O ₃		0.01	0.02
TiO ₂		0.01	0.01
Al ₂ O ₃	≤2% 0.06	≤2% 0.08	
	>2% 0.10	>2% 0.12	
CaO		0.04	0.05
MgO		0.04	0.05
K ₂ O	<0.5% 0.03	<0.5% 0.05	
	0.5~1% 0.05	0.5~1% 0.10	
	>1% 0.10	>1% 0.15	
Na ₂ O	<0.5% 0.03	<0.5% 0.05	
	0.5~1% 0.05	0.5~1% 0.10	
	>1% 0.10	>1% 0.15	

注：建材地质部门，允许误差可参照国家有关规定。