

中华人民共和国第四机械工业部

指导性技术文件

无线电陶瓷材料化学分析方法

SJ/Z 1463~1466—79

2.2
6

北 京

1980

中华人民共和国第四机械工业部
指导性技术文件
无线电陶瓷材料化学分析方法
SJ/Z 1463~1466—79

•
技术标准出版社出版
(北京复外三里河)

技术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

•
开本 850×1168 1/32 印张 47/8 字数 160,000
1980年6月第一版 1980年6月第一次印刷
印数 1—8,000

•
书号: 15169·2-3288 定价 0.72 元

目 录

SJ/Z 1463—79 无线电陶瓷材料化学分析方法的一般要求

1. 总 则	(1)
2. 试样的准备及分解	(1)

SJ/Z 1464—79 矿物原料的化学分析方法

1. 硅酸盐原矿的分析	(3)
1.1 二氧化硅的测定	(3)
1.1.1 氟硅酸钾容量法	(3)
1.1.2 动物胶凝聚法	(5)
1.2 三氧化二铝的测定	(7)
1.2.1 络合滴定——硫酸铜回滴法	(7)
1.2.2 络合滴定——氟化物释放法	(9)
1.3 三氧化二铁的测定	(10)
1.3.1 磺基水杨酸比色法	(10)
1.3.2 邻菲罗啉比色法	(11)
1.4 二氧化钛的测定 (过氧化氢比色法)	(12)
1.5 氧化钙和氧化镁的测定	(13)
1.5.1 络合滴定法 1	(13)
1.5.2 络合滴定法 2	(15)
1.5.3 络合滴定法 3	(16)
1.6 氧化锰的测定 (过碘酸钾比色法)	(18)
1.7 五氧化二磷的测定 (磷钒钼黄比色法)	(19)
1.8 三氧化硫的测定	(20)
1.8.1 重量法	(20)
1.8.2 燃烧法	(21)
1.9 氧化钾和氧化钠的测定	(23)
1.9.1 火焰光度法	(23)
1.9.2 重量法	(24)
1.10 烧失量的测定	(26)
2. 碳酸盐原矿的分析	(27)

2.1 盐酸不溶物的测定 (重量法)	(27)
2.2 二氧化硅的测定 (挥发法)	(28)
2.3 三氧化二铝的测定 (羊毛络青 R 比色法)	(28)
2.4 三氧化二铁的测定 (邻菲罗啉比色法)	(29)
2.5 氧化钙和氧化镁的测定 (络合滴定法)	(29)
2.6 氧化钾和氧化钠的测定 (火焰光度法)	(30)
2.7 烧失量的测定	(31)
3. 其它矿物的分析 (石英的分析)	(31)
3.1 烧失量的测定	(31)
3.2 二氧化硅的测定 (挥发法)	(31)
3.3 三氧化二铝的测定 (羊毛络青 R 比色法)	(32)
3.4 三氧化二铁的测定 (邻菲罗啉比色法)	(33)
3.5 氧化钙和氧化镁的测定 (络合滴定法)	(33)
3.6 氧化钾和氧化钠的测定 (火焰光度法)	(34)
4. 其它矿物的分析 (萤石的分析)	(34)
4.1 氟化钙含量的测定 (络合滴定法)	(34)

SJ/Z 1465—79 陶瓷坯料的化学分析方法

1. 滑石瓷坯料的分析	(37)
1.1 二氧化硅的测定 (动物胶凝聚法)	(37)
1.2 氧化钡的测定 (硫酸钡重量法)	(37)
1.3 三氧化二铝的测定	(38)
1.3.1 络合滴定——硫酸铜回滴法	(38)
1.3.2 络合滴定——氟化物释放法	(39)
1.4 三氧化二铁的测定 (邻菲罗啉比色法)	(40)
1.5 氧化钙和氧化镁的测定 (络合滴定法)	(41)
1.6 氧化钾和氧化钠的测定 (火焰光度法)	(42)
1.7 氧化锰的测定 (氧化还原法)	(42)
1.8 烧失量的测定	(43)
2. 75%三氧化二铝瓷坯料的分析	(43)
2.1 二氧化硅的测定 (动物胶凝聚法)	(43)
2.2 氧化钡的测定 (硫酸钡重量法)	(44)
2.3 三氧化二铝的测定	(44)
2.3.1 络合滴定——硫酸铜回滴法	(44)

2.3.2 络合滴定——氟化物释放法	(45)
2.4 三氧化二铁的测定 (邻菲罗啉比色法)	(45)
2.5 氧化钙和氧化镁的测定 (络合滴定法)	(45)
2.6 氧化钾和氧化钠的测定 (火焰光度法)	(46)
2.7 烧失量的测定	(46)
3. 95%三氧化二铝瓷坯料的分析	(46)
3.1 二氧化硅的测定 (硅钼蓝比色法)	(46)
3.2 三氧化二铝的测定	(47)
3.2.1 络合滴定——硫酸铜回滴法	(47)
3.2.2 络合滴定——氟化物释放法	(49)
3.3 三氧化二铁的测定 (邻菲罗啉比色法)	(49)
3.4 氧化钙和氧化镁的测定 (络合滴定法)	(50)
3.5 氧化钾和氧化钠的测定 (火焰光度法)	(51)
3.6 烧失量的测定	(51)
4. 金红石瓷坯料的分析	(52)
4.1 二氧化钛的测定 (氧化还原滴定法)	(52)
4.2 二氧化硅和氧化钡的测定 (重量法)	(52)
4.3 三氧化二铁和三氧化二铝的测定	(53)
4.3.1 三氧化二铁的测定 (硫氰酸铵比色法)	(53)
4.3.2 三氧化二铝的测定 (络合滴定——硫酸铜回滴法)	(54)
4.4 氧化钙、氧化镁和氧化锌的测定 (络合滴定法)	(55)
4.5 三氧化钨的测定 (硫氰酸钾比色法)	(57)
4.6 氧化钾和氧化钠的测定 (火焰光度法)	(58)
4.7 烧失量的测定	(58)
5. 含锶、镧、铈的锆钛酸铅陶瓷坯料的分析	(58)
5.1 氧化铅总量的测定 (络合滴定——硫酸铜回滴法)	(58)
5.2 游离氧化铅的测定	(60)
5.2.1 络合滴定——硫酸铜回滴法	(60)
5.2.2 络合滴定——氯化锌回滴法	(61)
5.3 二氧化锆总量的测定	(62)
5.3.1 络合滴定——硝酸铋回滴法	(62)
5.3.2 络合滴定——直接滴定法	(64)
5.4 游离二氧化锆的测定 (络合滴定——硝酸铋回滴法)	(65)
5.5 二氧化钛总量的测定 (过氧化氢比色法)	(66)

5.6 游离二氧化钛的测定 (过氧化氢比色法)	(67)
5.7 氧化锆的测定 (原子吸收分光光度法)	(68)
5.8 三氧化二镧的测定 (偶氮胂Ⅲ比色法)	(69)
5.9 五氧化二铌的测定 (硫氰酸铵比色法)	(70)
5.10 三氧化二铁的测定 (邻菲罗啉比色法)	(72)
6. 氮化硼陶瓷坯料的分析	(73)
6.1 氮的测定 (酸碱滴定法)	(73)
6.2 总硼的测定 (酸碱滴定法)	(75)
6.3 游离硼的测定 (酸碱滴定法)	(76)
6.4 铁的测定 (邻菲罗啉比色法)	(77)
7. 99%氧化铍陶瓷坯料的分析	(78)
7.1 二氧化硅的测定 (硅钼蓝比色法)	(78)
7.2 三氧化二铝的测定 (络合滴定——硫酸铜回滴法)	(79)
7.3 三氧化二铁的测定 (硫氰酸铵比色法)	(79)
7.4 氧化镁的测定 (达旦黄比色法)	(79)
7.5 氧化钾和氧化钠的测定 (火焰光度法)	(81)
8. 95%氧化铍陶瓷坯料的分析	(81)
8.1 氧化铍的测定 (重量法)	(81)
8.2 二氧化硅的测定 (硅钼蓝比色法)	(82)
8.3 三氧化二铝的测定 (络合滴定——硫酸铜回滴法)	(83)
8.4 三氧化二铁的测定 (硫氰酸铵比色法)	(83)
8.5 氧化镁的测定 (络合滴定法)	(83)
8.6 氧化钾和氧化钠的测定 (火焰光度法)	(84)

SJ/Z 1466—79 化工原料的化学分析方法

1. 三氧化二铝的分析	(85)
1.1 三氧化二铝的测定	(85)
1.1.1 络合滴定——硫酸铜回滴法	(85)
1.1.2 络合滴定——氟化物释放法	(87)
1.2 三氧化二铁的测定 (邻菲罗啉比色法)	(88)
1.3 二氧化硅的测定 (硅钼蓝比色法)	(89)
1.4 氧化钾和氧化钠的测定	(90)
1.4.1 重量法	(90)
1.4.2 火焰光度法	(91)

1.5 烧失量的测定	(92)
2. 二氧化钛的分析	(92)
2.1 二氧化钛的测定 (氧化还原法)	(92)
2.2 五氧化二磷的测定 (磷钼蓝比色法)	(93)
2.3 三氧化二铁的测定 (硫氰酸铵目视比色法)	(94)
2.4 铈的测定 (孔雀绿比色法)	(95)
2.5 三氧化硫的测定 (燃烧法)	(97)
2.6 氧化钾和氧化钠的测定 (火焰光度法)	(98)
2.7 烧失量的测定	(98)
3. 二氧化锆的分析	(98)
3.1 二氧化锆的测定 (络合滴定法)	(98)
3.2 二氧化硅的测定 (重量法)	(99)
3.3 三氧化二铁的测定 (硫氰酸铵目视比色法)	(100)
3.4 氧化钙和氧化镁的测定 (络合滴定法)	(100)
3.5 五氧化二磷的测定 (磷钼蓝比色法)	(101)
3.6 三氧化硫的测定 (硫酸钡重量法)	(101)
3.7 烧失量的测定	(102)
4. 碳酸钡的分析	(102)
4.1 碳酸钡的测定 (硫酸钡重量法)	(102)
4.2 盐酸不溶物的测定 (重量法)	(103)
4.3 三氧化二铁的测定 (邻菲罗啉比色法)	(103)
4.4 氧化钾和氧化钠的测定 (火焰光度法)	(103)
4.5 氯根的测定 (硫氰酸铵回滴法)	(104)
5. 碳酸锶的分析	(105)
5.1 碳酸锶的测定	(105)
5.1.1 硫酸锶重量法	(105)
5.1.2 络合滴定——氯化镁回滴法	(106)
5.2 盐酸不溶物的测定 (重量法)	(107)
5.3 三氧化二铁的测定 (邻菲罗啉比色法)	(107)
5.4 氧化钙和氧化镁的测定 (络合滴定法)	(107)
5.5 氯根的测定 (硫氰酸铵回滴法)	(107)
6. 氧化锌的分析 (络合滴定法)	(107)
7. 三氧化二镧的分析	(109)
7.1 三氧化二镧的测定 (络合滴定法)	(109)

7.2 二氧化铈的测定 (氧化还原法)	(110)
7.3 烧失量的测定	(110)
8. 二氧化锡的分析	(110)
8.1 二氧化锡的测定 (络合滴定——氟化物释放法)	(110)
8.2 三氧化二铁的测定 (硫氰酸铵目视比色法)	(111)
8.3 盐酸可溶物的测定 (重量法)	(111)
9. 红丹的分析	(112)
9.1 四氧化三铅的测定	(112)
9.1.1 络合滴定法	(112)
9.1.2 氧化还原法	(113)
9.2 氯根的测定 (硝酸银比浊法)	(114)
10. 黄丹的分析	(115)
10.1 氧化铅的测定	(115)
10.1.1 络合滴定法	(115)
10.1.2 氧化还原法	(115)
10.2 氯根的测定 (硝酸银比浊法)	(116)
11. 三氧化二铋的分析	(116)
11.1 三氧化二铋的测定 (络合滴定法)	(116)
11.2 氯根的测定 (硝酸银比浊法)	(117)
12. 五氧化二铌的分析	(117)
12.1 五氧化二铌的测定	(117)
12.1.1 丹宁重量法	(117)
12.1.2 络合滴定法	(118)
12.2 五氧化二铌的测定 (焦性没食子酸比色法)	(119)
13. 三氧化钨的分析	(120)
13.1 三氧化钨的测定 (辛可宁重量法)	(120)
13.2 烧失量的测定	(121)
14. 二氧化锰的分析	(121)
14.1 二氧化锰的测定 (氧化还原法)	(121)
14.2 氧化钙和氧化镁的测定 (络合滴定法)	(122)
14.3 氧化钾和氧化钠的测定 (火焰光度法)	(124)
15. 碳酸锰的分析	(124)
15.1 碳酸锰的测定	(124)
15.1.1 氧化还原法	(124)

15.1.2 络合滴定法	(125)
15.2 氧化钙和氧化镁的测定 (络合滴定法)	(127)
15.3 氧化钾和氧化钠的测定 (火焰光度法)	(127)
16. 碳酸钙的分析	(127)
16.1 盐酸不溶物的测定 (重量法)	(127)
16.2 三氧化二铁的测定 (邻菲罗啉比色法)	(127)
16.3 氧化钙和氧化镁的测定 (络合滴定法)	(127)
17. 碱式碳酸镁和氧化镁的分析	(127)
17.1 盐酸不溶物的测定 (重量法)	(127)
17.2 三氧化二铁的测定 (邻菲罗啉比色法)	(127)
17.3 氧化钙和氧化镁的测定 (络合滴定法)	(127)
18. 氧化镉的分析 (络合滴定法)	(127)
19. 三氧化二铬的分析 (氧化还原法)	(128)
20. 二氧化铈的分析 (氧化还原法)	(129)
21. 碳酸锂的分析	(131)
21.1 碳酸锂的测定 (酸碱滴定法)	(131)
21.2 三氧化二铁的测定 (邻菲罗啉比色法)	(131)
22. 氧化铍的分析	(132)
22.1 氧化铍的测定 (重量法)	(132)
22.2 二氧化硅的测定 (硅钼蓝比色法)	(133)
22.3 三氧化二铁的测定 (邻菲罗啉比色法)	(134)
23. 三氧化二镍的分析 (络合滴定法)	(134)
24. 三氧化二钴的分析 (络合滴定法)	(135)

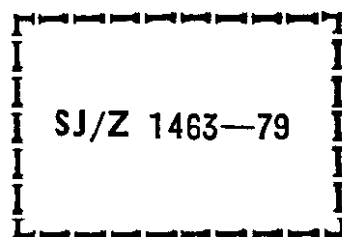
附录 标准溶液的配制与标定

一、络合滴定用标准溶液	(137)
二、氧化还原滴定用标准溶液	(140)
三、酸碱滴定用标准溶液	(142)
四、比色法用标准溶液	(143)
五、火焰光度法和原子吸收法用标准溶液	(146)

中华人民共和国第四机械工业部

指导性技术文件

无线电陶瓷材料化学分析 方法的一般要求



1. 总 则

1.1 本分析方法适用于各种陶瓷材料，特别是无线电陶瓷材料的日常分析工作。

1.2 所用之分析天平，感量应达到 0.1 毫克，称量应准确至 0.2 毫克。

1.3 试剂配制及分析所用之水均为蒸馏水或同等纯度的水。

1.4 分析所使用的试剂，除指明者外，均指分析纯。

1.5 分析所用之溶液除特殊指明溶剂外，均系水溶液。

1.6 方法中所说：“热水或热溶液”系指其温度在 $70\sim 80^{\circ}\text{C}$ ；“温水或温溶液”系指其温度在 $40\sim 50^{\circ}\text{C}$ 。通常所指的小火，温度在 500°C 以下；中火，温度在 $500\sim 800^{\circ}\text{C}$ ；大火，温度在 800°C 以上。

1.7 方法中所谓“恒重”系指连续二次称量之差，不超过 0.2 毫克。

1.8 方法中“空白试验”系指与试样分析同时进行的试剂空白试验，应与试样分析操作相同。

1.9 凡标准溶液之浓度（ M 、 N 及 T 等）必须保留四位有效数字。

1.10 天平砝码及容量器皿等，应定期予以校正。

1.11 溶解试样、浓缩溶液及有毒试剂的蒸发等操作必须在通风橱内进行。

1.12 氰化物等剧毒废液必须处理其毒性后，方可倒入水槽中用大量水冲走。

1.13 文中所指“毫克分子量”以“克”为单位。

2. 试样的准备及分解

化学分析所取试样的化学成分必须具有代表性，它的化学成分应是整批试样的平均成分，如果分析试样的采取和粉碎处理不适当，即使分析数据非常准确，也是没有意义的。

中华人民共和国第四机械工业部 发布

1979 年 1 月 12 日 批准

送到实验室的试样用四分法缩分至 10~20 克。对硬质材料需用锰钢钵进行粉碎后，四分法缩分，经过磁铁吸铁后、用玛瑙研钵研成细粉。

所取试样应于 105~110℃ 烘箱中，干燥 2 小时后，置于干燥器中冷却至室温，供分析用。

进行化学分析，均需分解试样，制成溶液后进行，试样的分解通常分为酸溶法和熔融法。

2.1 酸溶法常用试剂：

2.1.1 氢氟酸（常与硫酸一起使用）；

2.1.2 盐酸、硝酸、高氯酸；

2.1.3 硫酸和磷酸混合酸。

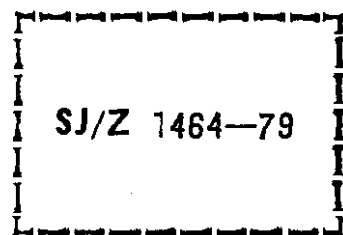
2.2 熔融法常用熔剂：

2.2.1 碳酸钠、碳酸钾；

2.2.2 氢氧化钠、氢氧化钾；

2.2.3 硼砂（常与碳酸钠一起使用）；

2.2.4 焦硫酸钾、硫酸氢钾。



矿物原料的化学分析方法

本指导性技术文件规定了矿物原料的化学分析方法。

1. 硅酸盐原矿的分析

(1) 矿物种类: 高岭土(粘土) $\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SiO}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$

滑石 $3\text{MgO} \cdot 4\text{SiO}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$

长石: 钾长石 $\text{K}_2\text{O} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 6\text{SiO}_2$

钠长石 $\text{Na}_2\text{O} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 6\text{SiO}_2$

(2) 分析项目: 二氧化硅、三氧化二铝、三氧化二铁、二氧化钛、氧化钙、氧化镁、氧化锰、五氧化二磷、三氧化硫、氧化钾、氧化钠、烧失量。

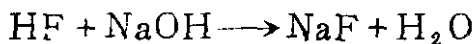
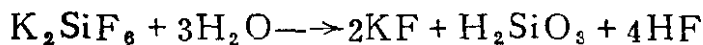
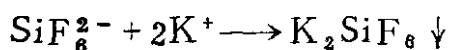
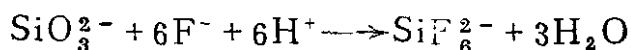
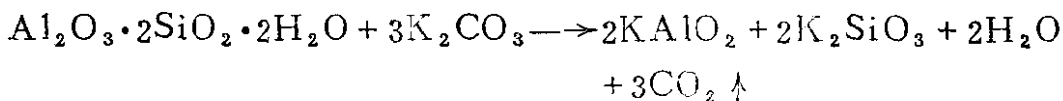
1.1 二氧化硅的测定

1.1.1 氟硅酸钾容量法

1.1.1.1 方法提要

试样用碱分解, 以水浸取熔块, 然后用硝酸酸化, 此时可溶性硅酸在过量钾离子存在情况下, 与氟离子生成氟硅酸钾沉淀, 氟硅酸钾沉淀在沸水中水解, 生成氢氟酸, 以氢氧化钠标准溶液滴定, 求得二氧化硅含量。

反应式如下:



1.1.1.2 试剂和溶液

- (1) 碳酸钾：固体；
- (2) 硝酸：比重 1.42；
- (3) 氯化钾：固体，5%；
- (4) 氯化钾-乙醇溶液：5%，溶解 5 克氯化钾于 50 毫升水中，用乙醇稀释至 100 毫升；
- (5) 氟化钾：1.5%（于塑料瓶中保存）；
- (6) 酚酞指示液：1%乙醇溶液；
- (7) 氢氧化钠标准溶液：0.15N。

1.1.1.3 操作步骤

称取 0.1~0.15 克试样于铂坩埚中，加 2 克无水碳酸钾，混匀，预热后于 900~950°C 高温炉中熔融 30~45 分钟，取出，冷却，用少量热水将熔块洗入 250 毫升塑料杯中，盖上表面皿，沿杯嘴一次加入 15 毫升浓硝酸（取少部分洗净坩埚），用少量水冲洗表面皿、杯壁及坩埚。洗液并于塑料杯中，此时溶液体积应控制在 40 毫升。

加 2 克氯化钾，搅拌，冷却至 20°C 以下。加 15% 氟化钾溶液 10 毫升，搅拌后静置 2~3 分钟，用快速滤纸和塑料漏斗进行过滤，用 5% 氯化钾溶液洗涤塑料杯及沉淀各 3 次，将沉淀连同滤纸一起放入原塑料杯中。

沿杯壁加入 5% 氯化钾-乙醇溶液 10 毫升，加 5 滴酚酞指示液，用 0.15N 氢氧化钠中和未洗净的酸，需仔细地搅拌滤纸及沉淀，并擦净杯壁，直至溶液刚呈微红色。然后加入 200 毫升沸水，20 滴酚酞指示液，将塑料杯放在沸水浴中，立即用 0.15N 氢氧化钠标准溶液滴定至溶液呈微红色即为终点。同时需进行空白试验。

1.1.1.4 计算

$$\text{SiO}_2\% = \frac{N(V_1 - V_0) \times 0.01502}{G} \times 100$$

式中：N——氢氧化钠标准溶液的当量浓度；

V_1 ——滴定时所消耗氢氧化钠标准溶液的毫升数；

V_0 ——空白试验所消耗氢氧化钠标准溶液的毫升数；

G——试样重，克；

0.01502——二氧化硅的毫克当量。

1.1.1.5 注意事项

(1) 可称取固体氢氧化钾 1.5~2.0 克于镍坩埚中, 在 600°C 熔融试样。

(2) 氯化钾用量, 夏天可增加至 3 克, 以达到饱和程度为限, 一般在杯底有微量氯化钾结晶析出, 可保证沉淀完全。

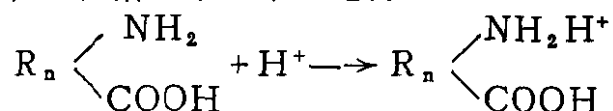
(3) 沉淀时温度、体积都应按操作步骤严格控制。

(4) 可用溴麝香草酚蓝-酚红混合指示剂代替酚酞指示剂。称取溴麝香草酚蓝及酚红各 0.1 克, 溶于 40 毫升乙醇中, 再加 50 毫升水, 以 0.15N 氢氧化钠中和至紫色后, 用水稀释至 200 毫升。

1.1.2 动物胶凝聚法

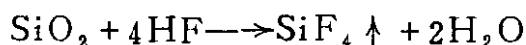
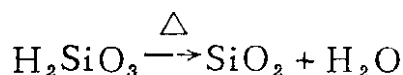
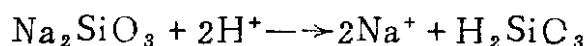
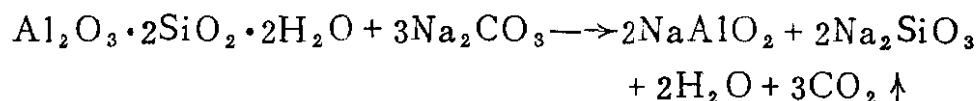
1.1.2.1 方法提要

试样用碱熔融后, 经盐酸分解, 溶液蒸发至湿盐状, 酸化后生成带负电荷的硅胶, 加入的动物胶在酸性溶液中是带正电荷。



利用二种电荷不同的胶体相聚沉的原理, 使沉淀析出更加完全。经高温灼烧, 称重。沉淀用氢氟酸、硫酸处理, 处理前后两次重量之差即为二氧化硅的重量。

反应式如下:



1.1.2.2 试剂和溶液

(1) 无水碳酸钠: 固体;

(2) 盐酸: 比重 1.19, 2:98;

(3) 氢氟酸: 40%;

(4) 硫酸: 1:1;

(5) 动物胶: 1%, 1 克动物胶溶于 100 毫升热水中, 加热 (70~80°C) 使之全部溶解, 用时配制。

1.1.2.3 操作步骤

称取 0.5 克试样, 置于铂坩埚中, 加入 3~4 克无水碳酸钠, 混匀后, 上面

再覆盖一层碳酸钠,预热后,放入 900~950°C 高温炉中,熔融约半小时,取出,冷却。用少量热水浸取熔块于 250 毫升有柄瓷蒸发皿内,盖上表面皿,沿皿嘴慢慢加入浓盐酸 15~20 毫升,用稀盐酸及水洗净坩埚,洗液并入皿中,加热使熔块全部溶解,用水冲洗表面皿及蒸发皿内壁。

将蒸发皿置于沸水浴上蒸发至湿盐状,取下,冷却。加入浓盐酸 20 毫升,搅拌均匀,于水浴上加热至 60~70°C,加 1%动物胶 10 毫升,充分搅拌 1 分钟,加热水 50 毫升,搅拌使盐类溶解并保温 10 分钟,用中速滤纸过滤,滤液收集于 250 毫升容量瓶中,用热的稀盐酸洗涤器皿及沉淀 5~6 次,用小片滤纸擦净皿壁,然后用热水洗涤沉淀至无氯离子。将沉淀连同滤纸置于铂坩埚中,用小火灰化,于 900~950°C 灼烧 30~45 分钟,冷却,称重,反复灼烧至恒重。沉淀用少量水湿润,加 1:1 硫酸 4 滴、氢氟酸 6~8 毫升,小火蒸干,中火赶尽三氧化硫白烟,于 900~950°C 灼烧至恒重,二次重量之差即为二氧化硅重量。

残渣用 2 克焦硫酸钾于 600~700°C 熔融,熔块用热水浸取,加热溶解,溶液合并于上述滤液中,冷却,用水稀释至刻度,摇匀。此滤液供测定铝、铁、钛、钙、镁等用。

1.1.2.4 计算

$$\text{SiO}_2\% = \frac{G_1 - G_2}{G} \times 100$$

式中: G_1 ——氢氟酸处理前坩埚及沉淀重,克;

G_2 ——氢氟酸处理后坩埚及沉淀重,克;

G ——试样重,克。

1.1.2.5. 注意事项

(1) 湿盐是指析出的固态盐类仍保持潮湿,但用玻璃棒搅动盐类时,在皿底下看不见流动液体。太湿结果偏低,太干结果偏高。

(2) 动物胶凝聚硅酸的温度应控制在 70°C 左右。

(3) 试样中如有硼,在硅酸脱水时,会有部分硼成硼酸状态混入硅酸沉淀中,在用氢氟酸处理时,硼以氟化硼形式挥发,使结果偏高,故需在脱水时用盐酸及甲醇蒸干以除硼,反复 3 次。

(4) 若试样中含少量氟,在熔样时须加少量硼砂与碳酸钠一起熔融,防止硅损失,多余的硼再以盐酸、甲醇处理。

(5) 矾土试样的熔样,应用硼砂加碳酸钠 (1:3) 熔样,其它操作同止。

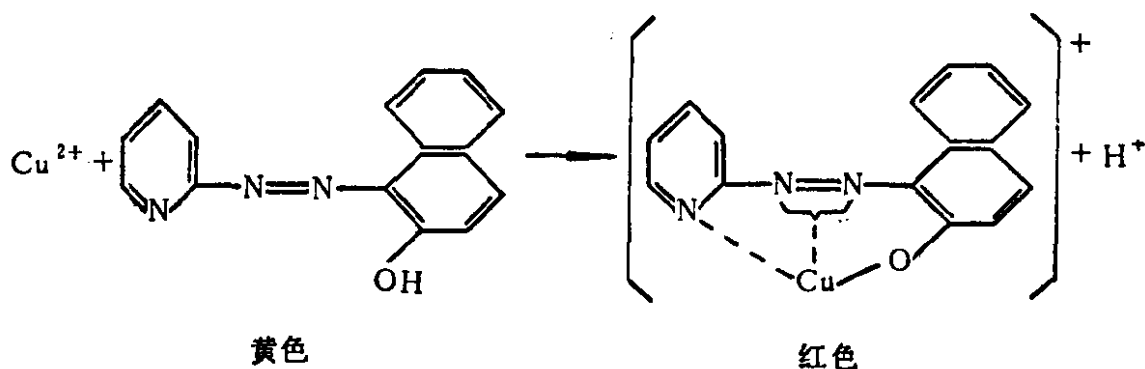
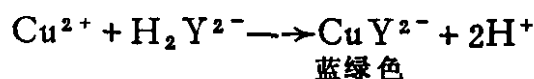
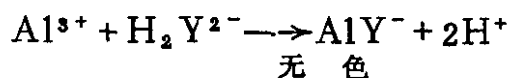
1.2 三氧化二铝的测定

1.2.1 络合滴定——硫酸铜回滴法

1.2.1.1 方法提要

在分离二氧化硅后的试样溶液中,加入过量 EDTA,在 $\text{pH} \approx 5$ 时,煮沸数分钟,使 EDTA 与铝、铁、钛络合,以 PAN 为指示剂,用硫酸铜回滴过量 EDTA,滴定结果系铝、铁、钛含量,扣除铁、钛含量,即为铝的含量。

反应式如下:



1.2.1.2. 试剂和溶液

- (1) 硫 酸: 1:1;
- (2) 氢氟酸: 40%;
- (3) 盐 酸: 1:1;
- (4) 无水碳酸钠: 固体;
- (5) 对硝基苯酚指示液: 0.2%;
- (6) PAN指示剂 [1-(2-吡啶偶氮)-2-萘酚]: 0.2%乙醇溶液;
- (7) 氨 水: 1:1;
- (8) 乙酸-乙酸钠缓冲溶液: 称取乙酸钠 45 克, 溶解于 1 升水中, 用冰乙酸调节 pH 为 5.4~5.8;
- (9) EDTA 标准溶液: 0.02M;
- (10) 硫酸铜标准溶液: 0.02M;
- (11) 乙 醇。

1.2.1.3 操作步骤

系统分析溶液的制备:

称取 0.5 克试样于铂金皿中,用水湿润,加 1:1 硫酸 5 毫升、氢氟酸 10 毫升,小火加热至试样分解后,蒸发至硫酸冒烟近干,取下,冷却,用水吹洗皿壁,加 1:1 硫酸 5 毫升,继续蒸发至近干,冷却后,加 1:1 盐酸 10 毫升,水 50 毫升,加热使盐类溶解。将溶液移入 250 毫升容量瓶中(如有不溶物,应进行过滤,灰化,用碳酸钠或焦硫酸钾处理残渣,用热水浸取熔块后,用盐酸酸化,合并于上述 250 毫升容量瓶中),冷却,用水稀释至刻度,摇匀。该溶液为测定铝、铁、钛、钙、镁等元素的系统分析溶液。

吸取重量法分离二氧化硅后的滤液或上述系统分析溶液 25 毫升于 250 毫升烧杯中,由滴定管加入 0.02M EDTA 标准溶液 25~30 毫升(根据铝的含量适当掌握),用水稀释至 100 毫升左右,加热近 70°C,加 1 滴对硝基苯酚指示液,用 1:1 氨水调节至溶液呈黄色,再用 1:1 盐酸调节至溶液刚变无色,加 10 毫升乙酸-乙酸钠缓冲溶液,煮沸 3 分钟,冷至室温,加 6~8 滴 PAN 指示液,用 0.02 M 硫酸铜标准溶液回滴,近终点时,加 10 毫升乙醇,继续滴定至溶液突变为紫红色或蓝紫色即为终点,此结果为铝、铁、钛含量。

1.2.1.4 计算

$$\text{Al}_2\text{O}_3\% = \frac{(V_1 - V_2 K) T_{\text{Al}_2\text{O}_3}}{G \times \frac{25}{250}} \times 100 - \text{TiO}_2\% \times 0.6381 - \text{Fe}_2\text{O}_3\% \times 0.6384$$

式中: V_1 ——加入 EDTA 标准溶液毫升数;

V_2 ——回滴时消耗硫酸铜标准溶液毫升数;

K ——每毫升硫酸铜标准溶液相当于 EDTA 标准溶液的毫升数;

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

G ——试样重,克;

0.6381——二氧化钛换算成三氧化二铝的系数;

0.6384——三氧化二铁换算成三氧化二铝的系数。

1.2.1.5 注意事项

(1) 若试样中含有机物较多,冒烟时有发黑现象,可加入 2 毫升硝酸同时进行冒烟。

(2) 被测溶液中钛含量超过 1 毫克时,须在 pH≈3.5 条件下煮沸 20 分钟后进行测定。