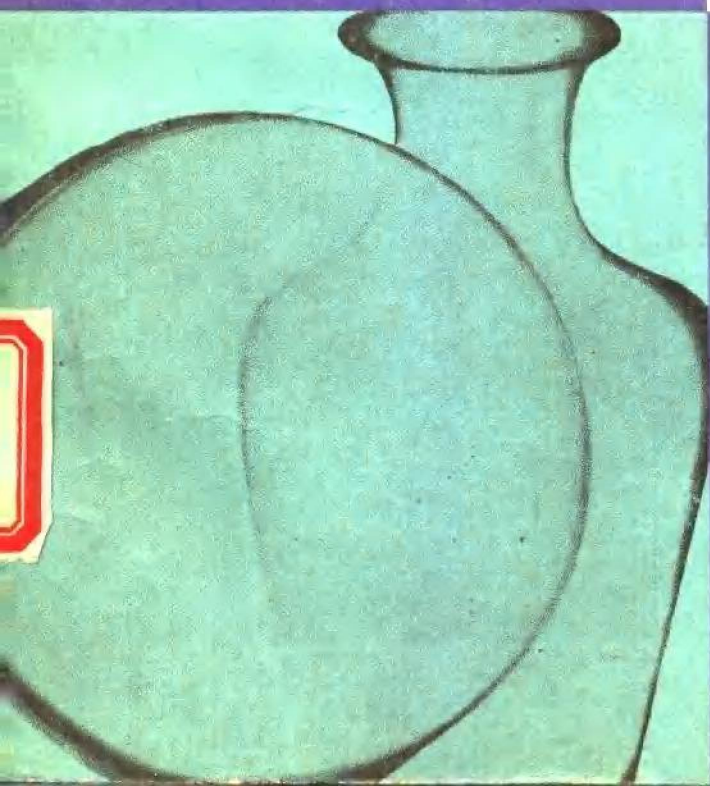


陶瓷化学分析



苏文静 编著
张道洪

轻工业出版社

陶瓷化学分析

苏文静 张道洪 编著

轻工业出版社

内 容 简 介

本书较全面地介绍了陶瓷坯釉、原材料、金水、颜料、煤、水以及窑炉气氛、铅溶出量等化学分析方法。其中主要讲述快速分析容量法和比色法,同时也介绍了部分仪器分析。在每一方法的介绍中,对试样分解、测定原理、所需试剂、操作步骤以及注意事项都作了详细叙述。

本书主要读者对象是从事陶瓷专业分析的技术人员和工人,也可以供硅酸盐行业中的有关人员和中等以上专业院校中的广大师生参考。

陶瓷化学分析

苏文静 张道洪 编著

*

轻工业出版社出版

(北京阜成路3号)

八九九二〇部队印刷厂印刷

新华书店北京发行所发行

各地新华书店经售

*

787×1092毫米1/32 印张: 9 20/32 字数: 206千字

1984年8月, 第一版第一次印刷

印数: 1—8020 定价: 1.10元

统一书号: 15042·1803

前 言

化学分析是陶瓷工业生产和科学试验中广泛采用的重要手段之一，特别对原材料的选用和产品质量的检定具有很大的实用价值和现实意义。

随着我国陶瓷生产技术和科学研究工作的迅速发展，对分析工作提出了愈来愈高的要求，不仅科学实验要求分析部门快速、准确地提供检验结果，而且许多企业也迫切需要这方面的经验和资料，以建立常规分析的条件，对生产进行有效的控制。

为了适应我国陶瓷工业的发展需要，编者根据多年从事硅酸盐分析的经验和体会，并且参考了国内外有关资料，编写成本书，目的在介绍陶瓷化学分析中的具体操作技术和新分析方法及经验。书中详尽叙述了陶瓷原材料、坯釉及装饰材料（颜料、金水）的化学分析，也涉及铅溶出量和煤、水、窑炉气氛等的分析方法。本书着重介绍了快速容量分析、比色分析和部分仪器分析，书末还附有各种化学分析用表，尽量使本书成为一本比较系统而又实用的工具书。但由于编者水平有限，错误之处在所难免，恳请读者批评指正。

本书在编写过程中，受到轻工部陶瓷处、淄博市陶瓷工业公司、淄博硅酸盐研究所领导及有关同志的鼓励、支持和帮助。轻工业部科学研究院李国祯高级工程师、北京师范大学化学系王琰教授、清华大学化工系分析教研组薛华教授、谈慧英副教授及杨根老师审阅了书稿，帮助作了具体修改，谨在此一并致谢。

编著者

39551

目 录

绪论	(1)
第一章 分析试样的制备	(5)
第一节 采样	(5)
第二节 试样的破碎与缩分	(7)
第三节 试样的分解	(9)
第二章 硅酸盐矿物原料及陶瓷坯釉、匣钵、 耐火材料的分析	(14)
第一节 烧失量的测定	(15)
第二节 试样溶液的制备	(15)
第三节 二氧化硅的快速测定	(17)
第四节 氧化铝的快速测定	(19)
络合滴定法 铁、铝连续滴定法	
第五节 氧化钙、氧化镁的测定	(24)
第六节 三氧化二铁的测定	(27)
重铬酸钾法 光电比色法 目视比色法	
第七节 二氧化钛的测定	(32)
光电比色法 目视比色法	
第八节 氧化钾、氧化钠的测定	(35)
火焰光度法 离子选择性电极快速分析法	
离子交换汞量法	
第三章 其他矿物原料的化学分析	(47)
第一节 碳酸盐矿物的化学分析	(47)

	烧失量的测定 氧化钙、氧化镁的测定 氧化铁、二氧化硅、氧化铝的测定	
第二节	萤石的快速分析.....	(50)
	二氧化硅的测定 碳酸钙的测定 氟化 钙的测定 氧化铁、氧化铝的测定 氟 的测定	
第三节	石膏的化学分析.....	(60)
	附着水分的测定 结晶水的测定 酸不 溶物的测定 三氧化二铁的测定 氧化 铝的测定 二氧化钛的测定 氧化钙、 氧化镁的测定 石膏的测定	
第四章	熔块釉的化学分析.....	(66)
第一节	烧失量的测定.....	(66)
第二节	试样溶液的制备.....	(67)
第三节	三氧化二硼的测定.....	(67)
第四节	二氧化硅的测定.....	(69)
第五节	氧化铅、氧化钡的测定.....	(69)
第六节	氧化铝、氧化锌的测定.....	(72)
第七节	三氧化二铁的测定.....	(74)
第八节	二氧化钛的测定.....	(74)
第九节	氧化钙、氧化镁的测定.....	(75)
第十节	氧化锂、氧化钾、氧化钠的测定.....	(77)
第十一节	氟的测定.....	(78)
第五章	色釉和艺术釉的化学分析.....	(81)
第一节	烧失量的测定.....	(81)
第二节	试样溶液的制备.....	(81)

第三节	氧化钡、氧化铅的测定·····	(81)
第四节	氧化硼的测定·····	(82)
第五节	氧化铝、氧化锌的测定·····	(82)
第六节	氧化钴的测定·····	(85)
第七节	二氧化锡的测定·····	(87)
第八节	氧化铜的测定·····	(88)
第九节	五氧化二磷的测定·····	(91)
第十节	氧化锆的测定·····	(93)
第十一节	五氧化二钒的测定·····	(95)
第十二节	氧化锰的测定·····	(97)
第十三节	氧化铬的测定·····	(99)
第十四节	氧化钙、氧化镁的测定·····	(101)
第十五节	二氧化硅的测定·····	(101)
第十六节	三氧化二铁的测定·····	(101)
第十七节	二氧化钛的测定·····	(102)
第十八节	氧化钾、氧化钠的测定·····	(102)
第六章	陶瓷颜料的化学分析·····	(103)
第一节	白色颜料的化学分析·····	(103)
	试样溶液的制备 氧化硼的测定	
	二氧化硅的测定 氧化钡、氧化铅的测定	
	氧化铝、氧化锌的测定 氧化锆的测定	
	氧化锡的测定 氧化钙、氧化镁的测定	
	氧化钾、氧化钠的测定	
第二节	铁红颜料的化学分析·····	(109)
	试样溶液的制备 二氧化硅的测定	
	氧化硼的测定 氧化铅的测定 氧化	

	铝、氧化锌的测定 三氧化二铁的测定 氧化镁的测定 氧化钾、氧化钠的测定	
第三节	蓝、绿色颜料的化学分析.....	(111)
	试样溶液的制备 氧化硼的测定 二氧化硅的测定 氧化铅的测定 氧化钴的测定 三氧化二铬的测定 氧化钙、氧化镁的测定 氧化钠、氧化钾的测定 氧化铝、氧化锌的测定	
第四节	钒-钴蓝高温快烧无铅颜料的化学分析.....	(117)
	试样溶液的制备 氧化钴的测定 五氧化二钒的测定 氧化铝的测定 氧化铁、二氧化钛的测定 氧化钙、氧化镁的测定 氧化钠、氧化钾的测定 二氧化硅的测定 三氧化二硼的测定 氟的测定	
第五节	黑色颜料的化学分析.....	(127)
	试样溶液的制备 氧化硼的测定 二氧化硅的测定 二氧化锡的测定 氧化铅的测定 氧化铝、氧化锌的测定 氧化铁的测定 氧化钴的测定 三氧化二铬的测定 氧化锰的测定 氧化镁的测定 氧化钠、氧化钾的测定	
第六节	锑黄颜料的化学分析.....	(134)
	试样溶液的制备 氧化硼的测定 二氧化硅的测定 氧化铅的测定 氧化锑的	

	测定 氧化铝、氧化锌的测定 氧化锡 的测定 氧化钙、氧化镁的测定 氧化 铁的测定 氧化钾、氧化钠的测定	
第七节	钒-锆黄、钒-锡黄高温快烧无铅颜 料的化学分析.....	(136)
第八节	金红颜料的化学分析.....	(136)
	含金量的测定 银的测定	
第九节	桔红高温快烧无铅颜料的化学分析.....	(140)
	试样溶液的制备 二氧化硅的测定 氧 化锆的测定 氧化铝、氧化镉的测定、 氧化钙、氧化镁的测定 氧化硼的测定 氧化钠、氧化钾的测定	
第十节	铬-锡红颜料的化学分析	(144)
	试样溶液的制备 二氧化硅的测定 氧 化硼的测定 氧化锡、氧化铅的测定 三氧化二铬的测定 氧化钠、氧化钾的 测定 氧化钙的测定 氟的测定	
第十一节	铬-铝红、锰-铝红颜料的化学分 析.....	(148)
第七章	金水的化学分析.....	(149)
第一节	三氯化金的测定.....	(149)
	含金量的测定 酸度的测定	
第二节	硫化香金膏含金量的测定.....	(152)
第三节	树脂铈、铬、钴、铈、锆、银的测定.....	(153)
第四节	树脂铈、钒的测定.....	(155)
第五节	树脂铅的测定.....	(156)

	EDTA络合滴定法 重量法	
第六节	树脂锌的测定.....	(158)
	EDTA络合滴定法 重量法	
第七节	树脂镉的测定.....	(160)
	EDTA络合滴定法 重量法	
第八节	钡膏中钡含量的测定.....	(162)
第九节	硫化油含硫量的测定.....	(163)
第十节	酸值的测定.....	(165)
第十一节	金水中含金量的测定.....	(166)
第十二节	白金水中金、钡含量的测定.....	(167)
	金含量的测定 钡含量的测定	
第八章	陶瓷生产常用化工原料的纯度测定.....	(170)
第一节	水玻璃的分析.....	(170)
	氧化钠的测定 二氧化硅的测定	
第二节	氧化锌的测定.....	(172)
第三节	二氧化锡的测定.....	(173)
第四节	二氧化钛的测定.....	(175)
第五节	氧化锆的测定.....	(177)
第六节	碳酸钡的测定.....	(179)
	附着水分的测定 烧失量的测定 氧化钡的测定	
第七节	四氧化三铅的测定.....	(181)
第八节	硼酸的测定.....	(183)
第九节	硼砂的测定.....	(185)
	氧化钠的测定 氧化硼的测定	
第十节	三氧化二钴的测定.....	(186)

第十一节	二氧化锰的测定	(188)
第十二节	三氧化二铬的测定	(190)
第十三节	三氧化二铁的测定	(191)
第十四节	硫酸亚铁 (绿矾) 的测定	(194)
第十五节	氧化锑的测定	(195)
第十六节	二氯化锡的测定	(196)
第十七节	碳酸锂的测定	(198)
第九章	陶瓷画面铅溶出量的测定	(200)
第一节	取样与制样	(200)
第二节	双硫脲分光光度法	(201)
第三节	双硫脲目视比色法	(204)
第四节	原子吸收分光光度法	(207)
第五节	离子选择性电极快速分析法	(208)
第十章	工业用水的分析	(211)
第一节	pH值的测定	(211)
第二节	碱度的测定	(214)
第三节	硬度的测定	(216)
	暂时硬度的测定 总硬度的测定 永久硬度的测定	
第四节	氯离子的测定	(220)
第五节	硫酸根的测定	(221)
第六节	总铁的测定	(223)
第十一章	煤的工业分析	(226)
第一节	概述	(226)
第二节	取样与试样制备	(228)
第三节	水分的测定	(229)

第四节	灰分的测定·····	(231)
第五节	挥发分的测定·····	(231)
第六节	固定碳的计算·····	(233)
第七节	发热量的计算·····	(233)
第八节	硫分的测定·····	(234)
第十二章	窑炉烟气分析 ·····	(237)
第一节	一般原理·····	(237)
第二节	气体的取样·····	(237)
第三节	气体分析·····	(239)

附录

一、用于比色分析及其它应用的一些标准溶液的配制·····	(245)
二、常用标准溶液的配制与标定·····	(250)
三、弱酸、弱碱在水中的离解常数(25℃)·····	(265)
四、氨羧络合剂类络合物的稳定常数(18~25℃)·····	(267)
五、部分酸碱的比重及浓度·····	(269)
六、常用酸的比重与当量浓度·····	(269)
七、常用无机化合物在水中的溶解度(20℃)·····	(270)
八、常用指示剂变色的pH范围及配制·····	(274)
九、常用金属离子指示剂·····	(277)
十、常用标准缓冲溶液的配制·····	(279)
十一、常用混合指示剂·····	(282)
十二、常用试纸的制备·····	(284)
十三、部分国产离子选择性电极的类型和特	

性参数.....	(286)
十四、常用的分析仪器.....	(291)
主要参考文献.....	(293)

绪 论

一、陶瓷化学分析的任务和作用

应用化学分析的方法，鉴定陶瓷制品及其原材料的化学组成，是目前陶瓷工业普遍采用的分析方法。在科学实验中，也是不可缺少的分析手段。它的主要任务是：

(1)对陶瓷生产所用的原材料进行分析化验，检查其是否合乎规定的标准或使用要求，为产品配方的确定、原材料的选择、工艺控制提供可靠的依据。

(2)对生产过程中的坯、釉料及半成品进行控制分析，保证生产出合格产品。

(3)对产品的坯釉组成进行全分析，检查各组分含量是否符合配方的要求。

(4)完成某些产品出厂前特定项目的检验（如出口陶瓷铅溶出量、金水的含金量），对产品应用特性进行评定。

(5)分析化验生产过程中的废水、废渣、废气，为治理和应用三废提出科学根据。

由此可见，化学分析在陶瓷工业中肩负着极其重要的任务，它对控制生产过程，提高产品质量，降低生产成本，以及对科学研究和总结我国陶瓷工艺技术成就，改进工艺，发展新产品，起着重要作用。

二、陶瓷化学分析与仪器分析

陶瓷化学分析的方法，主要是重量法和容量法。

重量法又称经典方法。它是将被测组分以微溶化合物的形式沉淀出来，再将沉淀过滤、洗涤、烘干或灼烧。最后直接用分析天平称量而获得结果。其特点是不需要标准试样或基准物质进行比较，结果准确，相对误差小（约在0.1~0.2%）。因此，目前不少厂矿的化验室仍以重量法测定硅、硫、磷、锆等元素。这种方法的缺点是：试样需进行反复沉淀分离，操作繁琐，费时较多。

容量法是将一种已知准确浓度的标准溶液滴加到被测物质的溶液中，直到所加的标准溶液滴定到终点（等当点）为止，然后根据标准溶液的浓度和用量计算被测物质的含量。这种方法所以又叫滴定分析。其中氧化还原法、中和法、络合滴定法应用最多，它的特点是比重量法简便、快速，也具有一定的准确度。随着科学技术的发展，容量法不断改进更新，逐步向快速方面发展。其中，络合滴定法随着EDTA（乙二胺四乙酸）络合滴定剂的广泛应用与越来越多的金属离子指示剂的出现，方法的灵活性和测定范围越来越大，在不少分析中取代了以往的老方法，如用直接滴定法测定铅、铁、锆；返滴定法测定铝；同时用滴定法测定钙、镁等，都已普遍采用。

陶瓷化学分析所用方法的灵活性大，不需要特殊的仪器设备，操作简便，结果准确等特点，但与仪器分析相比还有它的局限性和不足之处。主要是微量组分的测定不如仪器分析灵敏、快速、精确。因此，陶瓷某些分析项目需要借助于仪器进行。

仪器分析，通常分为光学分析和电化学分析两大类。光学分析是基于物质对光的选择性吸收来完成定量分析。常用

的有光电比色法，分光光度法、发射光谱法、原子吸收分光光度法以及荧光分析法等。电化学分析法是根据被测物质溶液的各种电化学性质来确定其组分含量。主要包括电位分析法、极谱分析法、电重量分析、电解电离、库仑分析法、电导分析法以及离子选择性电极分析法等。

上述仪器分析方法，近年来陶瓷科研部门使用的越来越普遍，一些大的企业也在逐步采用。如用光电比色法测定坯釉、颜料及原料中的铁、钛、铜、锰等；用火焰光度法测定钾、钠、锂；用离子选择性电极法测定钾、钠、氟、铅等，对科研和生产发挥了很大的作用。

化学分析和仪器分析，是生产和科研不可缺少的两种检验方法，各有其不同的特点。对于我国陶瓷工业来说，应该尽量应用这两种方法，以取长补短。但是，由于仪器分析普遍存在着设备复杂，价格昂贵的问题，加之日用陶瓷行业基础薄弱，不易采购高价的仪器，所以还很难普遍采用。当前陶瓷分析化验部门主要是提高化学分析技术水平，推广应用新的分析方法和分析技术，在普及的基础上提高。同时，尽快配备和完善必要的仪器分析。特别值得指出的是离子选择性电极法，不仅具备了仪器分析的一系列优点，而且设备简单、操作方便，投资少，对中小企业和偏僻的厂矿来说尤为适用。这是当前陶瓷行业值得重视和推广的一项新分析技术。基于这种认识，因此本书在重点介绍化学分析的同时，也介绍了一些仪器分析在实际工作中的应用，并把部分常用的分析仪器列表于附录中提供参考。

三、一般规定

(1) 试剂配制及分析所用的水, 除有要求外均为蒸馏水。

(2) 试剂除有特殊要求外, 均用分析纯品。

(3) 方法中所载的溶液除指明溶剂者外, 均为水溶液。
如30%氢氧化钠溶液, 习惯上系指100毫升水中含有氢氧化钠30克。

(4) 方法中所载的标准溶液, 其配制与标定, 均按附录中规定的方法进行。

(5) 腐蚀性药品(如强酸、强碱等)及一切发生有毒气体的操作(如氢氟酸蒸发), 必须在通风橱内进行。

(6) 加入试剂的次序应按测定步骤中的要求进行, 每加入一种试剂必须摇匀。

(7) 比色溶液必须清澈, 发现浑浊时应进行过滤。

(8) 分析工作完毕, 应立即把仪器洗刷干净, 用过的废液要倒入指定的地点, 不能随便倒入下水道。