



中华人民共和国国家标准

GB/T 14563—2008
代替 GB/T 14563~14565—1993

高岭土及其试验方法

Specification and test method of Kaolin clay

2008-02-16 发布

2008-08-01 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 14563—1993《高岭土》、GB/T 14564—1993《高岭土物理性能试验方法》、GB/T 14565—1993《高岭土化学分析方法》。

本标准与 GB/T 14563—1993 相比,主要变化如下:

- “范围”中,新增加适用于软质、砂质、煤系高岭土和煅烧高岭土;
- “产品分类”中,将“橡胶工业”改为“橡塑工业”;
- 新增加煅烧高岭土和涂料用高岭土,分别用“(D)”和“TL-×”表示;
- 表 2 中,煅烧 1 300℃改为 1 280℃;
- 造纸工业用高岭土中,ZT-0A 的白度从 90%降低到 88%,小于 2 μm 含量从 90%提高到 92%,45 μm 筛余量从 0.02%降低到 0.005%,分散沉降物指标从 0.02%降低到 0.01%,粘度浓度指标从 68%提高到 70%;
- 新增“表 4 造纸工业用煅烧高岭土化学成分和物理性能要求”;
- 新增“表 7 橡塑工业用煅烧高岭土化学成分和物理性能要求”;
- 陶瓷工业用高岭土中,TC-0 和 TC-1 指标要求进行了如下调整:Al₂O₃ 从 36%、35%调整为 35%、33%,Fe₂O₃ 从 0.5%、0.8%调整为 0.4%、0.6%,TiO₂ 从 0.2%调整为 0.1%,筛余量从 0.5%(63 μm)调整为 1.0%(45 μm),新增 1 280℃烧成白度要求,TC-0 的 SO₃ 指标从 0.3%调整为 0.2%;TC-2、TC-3 的筛余量从 0.5%(63 μm)调整为 1.0%(63 μm);
- 新增 4.2.5 涂料行业用高岭土的技术要求(表 9、表 10);
- 型式检验、判定规则和包装要求重新改写。

本标准与 GB/T 14564—1993 相比,主要变化如下:

- 粒度的测定中增加了“可以使用各类粒度仪快速检验”的规定(5.3.10.6);
- 增加了吸油量(5.3.12)、遮盖力(5.3.13)、在有机体系中的分散性的测定方法(5.3.14)。

本标准与 GB/T 14565—1993 相比,主要变化如下:

- 将“允许误差”修改为“精密度”。

本标准附录 A 为规范性附录。

本标准由中国建筑材料联合会提出。

本标准由咸阳非金属矿研究设计院技术归口。

本标准负责起草单位:中国高岭土公司。

本标准参加起草单位:苏州中材非金属矿工业设计研究院有限公司、茂名高岭科技有限公司、龙岩高岭土有限公司、淮北金岩高岭土开发有限责任公司、兖矿北海高岭土有限公司、蒙西高岭粉体股份有限公司。

本标准主要起草人:陈丽昆、尤振根、唐靖炎、曾伟能、陈文瑞、耿万义、邓元臣、冯欲晓、钱前、吴巧英。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为:

- GB/T 14563—1993;
- GB/T 14564—1993;
- GB/T 14565—1993。

高岭土及其试验方法

1 范围

本标准规定了高岭土产品的分类、要求、检验规则、包装、标志、运输和贮存,规定了高岭土中的二氧化硅、三氧化二铁、二氧化钛、三氧化二铝、氧化钙、氧化镁、氧化钾、氧化钠、三氧化硫、氧化锰的含量和烧失量的化学测定方法以及高岭土产品的二苯胍吸着率、pH 值、白度、吸附水、筛余量、沉降体积、分散沉降物、悬浮度、粒度、粘度浓度、吸油量、遮盖力、在有机体系中的分散性的物理性能试验方法。

本标准适用于造纸、搪瓷、橡塑、陶瓷和涂料工业用软质、砂质、煤系高岭土、煅烧高岭土及其物理性能和化学组分的测定。其他工业用高岭土也可参照使用。

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 5950 建筑材料与非金属矿产品白度测量方法
- GB/T 5211.15 颜料吸油量的测定
- GB/T 5211.17 白色颜料对比率(遮盖力)的比较
- GB/T 9287 颜料易分散程度的比较振荡法
- GB/T 6003.1 金属丝编织网试验筛(GB/T 6003.1—1997,eqv ISO 3310-1:1990)

3 产品分类

3.1 高岭土产品按工业用途分为造纸工业用高岭土、搪瓷工业用高岭土、橡塑工业用高岭土、陶瓷工业用高岭土和涂料行业用高岭土五类。

3.2 产品类别、代号及主要用途见表 1。

表 1 产品类别、代号及主要用途

产品代号	类别	等级	主要用途
ZT-0A	造纸工业用	优级高岭土	高级加工纸涂料
ZT-0B			
ZT-1		一级高岭土	加工纸涂料
ZT-2		二级高岭土	
ZT-3		三级高岭土	一般加工纸涂料
ZT-(D)1		煅烧一级高岭土	加工纸涂料
ZT-(D)2		煅烧二级高岭土	
TT-0	搪瓷工业用	优级高岭土	釉料
TT-1		一级高岭土	
TT-2		二级高岭土	

表 1(续)

产 品 代 号	类 别	等 级	主 要 用 途
XT-0	橡塑工业用	优级高岭土粉	白色或浅色橡塑制品半补强填料
XT-1		一级高岭土粉	
XT-2		二级高岭土粉	一般橡塑制品半补强填料
XT-(D)0		煅烧优级高岭土	白色或浅色橡塑制品半补强填料
XT-(D)1		煅烧一级高岭土	
XT-(D)2		煅烧二级高岭土	
TC-0	陶瓷工业用	优级高岭土	电子元件、电瓷、高档釉料及坯料等
TC-1		一级高岭土	电子元件、光学玻璃坩埚、砂轮、电瓷及高档陶瓷釉料、坯料等
TC-2		二级高岭土	电瓷、日用陶瓷、建筑卫生瓷坯料及高级钵料等
TC-3		三级高岭土	
TL-(D)1	涂料行业用	煅烧一级高岭土	高级涂料填料
TL-(D)2		煅烧二级高岭土	涂料填料
TL-(D)3		煅烧三级高岭土	一般涂料填料
TL-1		水洗一级高岭土	高级涂料填料
TL-2		水洗二级高岭土	涂料填料
TL-3		水洗三级高岭土	一般涂料填料

4 要求

4.1 产品外观质量

产品外观质量应符合表 2 规定。

表 2 各级产品外观质量要求

产 品 代 号	外观质量要求
ZT-0A	白色,无可见杂质
ZT-0B	
ZT-1	
ZT-2	
ZT-3	白色、稍带淡黄、淡灰及其他浅色,无可见杂质
ZT-(D)1	白色,无可见杂质,色泽均匀
ZT-(D)2	
TT-0	白色,无可见杂质
TT-1	
TT-2	白色、稍带淡黄、淡灰及其他浅色,无可见杂质
XT-0	白色
XT-1	灰白色、微黄色及其他浅色

表 2(续)

产 品 代 号	外观质量要求
XT-2	米黄、浅灰等色
XT-(D)0	白色,无可见杂质,色泽均匀
XT-(D)1	
XT-(D)2	浅白色,无可见杂质,色泽均匀
TC-0	1 280℃锻烧为白色,无明显斑点
TC-1	
TC-2	1 280℃锻烧为白色,稍带其他浅色
TC-3	1 280℃锻烧呈米黄、浅灰或带其他浅色
TL-(D)1	白色,无可见杂质,色泽均匀
TL-(D)2	
TL-(D)3	浅白色,无可见杂质,色泽均匀
TL-1	白色,无可见杂质,色泽均匀
TL-2	
TL-3	

4.2 化学成分和物理性能

4.2.1 造纸工业用高岭土和煅烧高岭土

造纸工业用高岭土和煅烧高岭土产品化学成分和物理性能应符合表 3、表 4 规定。

表 3 造纸工业用高岭土产品化学成分和物理性能要求

产品 代号	白度	小于 2 μm 含量 (质量分数)	45 μm 筛余量 (质量分数)	分散沉 降物 (质量分数)	pH 值	粘度浓度 (500 mPa · s 固含量)	Al ₂ O ₃ (质量 分数)	Fe ₂ O ₃ (质量 分数)	SiO ₂ (质量 分数)	烧失量 (质量 分数)	
	%					%					
	≥		≤			≥	≥		≤		
ZT-0A	88.0	92.0	0.005	0.01	4.0	70.0	37.00	0.60	48.00	15.00	
ZT-0B	87.0	85.0	0.04	0.05		66.0					
ZT-1	85.0	80.0		0.10		65.0	36.00	0.70	49.00		
ZT-2	82.0	75.0	0.05				0.50	35.00	0.80		50.00
ZT-3	80.0	70.0		1.00							

表 4 造纸工业用煅烧高岭土产品化学成分和物理性能要求

产品 代号	白度	小于 2 μm 含量 (质量分数)	45 μm 筛 余量 (质量分数)	分散沉降物 (质量分数)	pH 值	Al ₂ O ₃ (质量分数)	Fe ₂ O ₃ (质量分数)	SiO ₂ (质量分数)	
	%					%			
	≥		≤			≥	≥	≤	
ZT-(D)1	92.0	86.0	0.01	0.01	5.0	42.00	0.80	54.00	
ZT-(D)2	88.0	80.0	0.02	0.02			1.00		

4.2.2 搪瓷工业用高岭土

搪瓷工业用高岭土产品化学成分和物理性能应符合表 5 规定。

表 5 搪瓷工业用高岭土产品化学成分和物理性能要求

产品代号	Al ₂ O ₃ (质量分数)	Fe ₂ O ₃ (质量分数)	SO ₃ (质量分数)	白度	45 μm 筛余量 (质量分数)	悬浮度
	%			%	%	mL
	≥	≤		≥	≤	
TT-0	37.00	0.60	1.50	80.0	0.07	40
TT-1	36.00	0.80		78.0		60
TT-2	35.00	1.00		75.0	0.10	80

4.2.3 橡塑工业用高岭土粉和煅烧高岭土粉

橡塑工业用高岭土粉和煅烧高岭土粉化学成分和物理性能应符合表 6、表 7 规定。

表 6 橡塑工业用高岭土粉化学成分和物理性能要求

产品代号	二苯胍吸着率/%	pH 值	沉降体积	125 μm 筛余量 (质量 分数)	Cu (质量 分数)	Mn (质量 分数)	水分 (质量 分数)	SiO ₂ /Al ₂ O ₃ (质量 分数)	白度
			mL/g	%					%
			≥	≤					≥
XT-0	6.0~10.0	5.0~8.0	4.0	0.02	0.005	0.01	1.50	1.5	78.0
XT-1			3.0						65.0
XT-2	4.0~10.0		—	0.05				1.8	—

表 7 橡塑工业用煅烧高岭土粉化学成分和物理性能要求

产品代号	pH 值	45 μm 筛余量 (质量分数)	水分 (质量分数)	SiO ₂ (质量分数)	Al ₂ O ₃ (质量分数)	小于 2 μm 含量 (质量分数)	白度
		%					
		≤			≥		
XT-(D)0	5.0~8.0	0.03	1.00	55.00	42.00	80.00	90.0
XT-(D)1		0.05				70.00	86.0
XT-(D)2		0.10				60.00	80.0

4.2.4 陶瓷工业用高岭土

陶瓷工业用高岭土化学成分和物理性能应符合表 8 规定。

表 8 陶瓷工业用高岭土产品化学成分和物理性能要求

产品代号	Al ₂ O ₃ (质量分数)	Fe ₂ O ₃ (质量分数)	TiO ₂ (质量分数)	SO ₃ (质量分数)	筛余量 (质量分数)	1 280℃烧成白度
	%					
	≥	≤				≥
TC-0	35.00	0.40	0.10	0.20	1.0(45 μm)	90

表 8(续)

产品代号	Al ₂ O ₃ (质量分数)	Fe ₂ O ₃ (质量分数)	TiO ₂ (质量分数)	SO ₃ (质量分数)	筛余量 (质量分数)	1 280℃烧成白度
	%					
	≥	≤				≥
TC-1	33.00	0.60	0.10	0.30	1.0(45 μm)	88
TC-2	32.00	1.20	0.40	0.80	1.0(63 μm)	—
TC-3	28.00	1.80	0.60	1.00	1.0(63 μm)	—

4.2.5 涂料行业用高岭土和煅烧高岭土

涂料行业用高岭土和煅烧高岭土化学成分和物理性能应符合表 9、表 10 规定。

4.3 产品水分

各类高岭土产品的水分应符合表 11 规定。

表 9 涂料行业用高岭土产品化学成分和物理性能要求

产品 代号	SiO ₂ (质量分数)	Al ₂ O ₃ (质量分数)	白度	pH 值	45 μm 筛余量 (质量分数)	小于 10 μm 含量 (质量分数)
	%				%	
	≤	≥			≤	≥
TL-1	50.00	35.00	85.0	5.0~8.0	0.05	90.00
TL-2			82.0		0.10	80.00
TL-3			78.0		0.20	70.00

表 10 涂料行业用煅烧高岭土产品化学成分和物理性能要求

产品 代号	SiO ₂ (质量分数)	Al ₂ O ₃ (质量分数)	白度	水分 (质量分数)	pH 值	45 μm 筛余量 (质量分数)	小于 10 μm 含量 (质量分数)
	%					%	
	≤	≥		≤		≤	≥
TL-(D)1	55.00	42.00	92.0	0.80	5.0~8.0	0.05	90.0
TL-(D)2			88.0			0.10	80.0
TL-(D)3			85.0			0.20	70.0

表 11 各类产品水分要求

产 品 形 态	水分要求(质量分数)/% ≤
膏 状	35.0
块(粒) 状	18.0
粉 状	10.0
干粉状	2.0
注：上述要求仅作双方数量补差依据，不作质量验收标准。	

5 试验方法

5.1 外观质量用目测

5.2 化学成分的测定

5.2.1 总则

5.2.1.1 除测定水分及有特殊要求之项目外,试样均应在 105℃~110℃下烘 2 h 并在干燥器中冷却至室温后方可称量(多水高岭土类矿物可根据试样特性适当降低烘样温度)。

5.2.1.2 除非另有说明,试样称量均应精确至 0.1 mg。本标准中所指“恒重”系指两次称量之差不大于 0.2 mg。

5.2.1.3 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去离子水或相当纯度的水。

5.2.1.4 所用溶液如无特殊指明,均系水溶液。

5.2.1.5 每项分析(烧失量测定除外)均应进行“空白试验”。空白试验应与测定平行进行,采用相同的分析步骤,取相同量的所有试剂(滴定法中的标准滴定溶液的用量除外),但空白试验不加试料。

5.2.1.6 除非另有说明,计算结果的百分含量表示到小数点后两位。

5.2.2 试样制备

将按照 6.1 和 6.2 采取和加工的样品,在以高锰钢为内衬的圆盘粉碎机上粉碎,使全部通过孔径为 0.25 mm 的试样筛(如果加工后的样品粒度小于 0.25 mm,则不需再进行粉碎和过筛),充分混匀后以四分法缩分至最后试样为 50 g。将此试样在玛瑙研钵中研磨,使全部通过孔径为 0.15 mm 的试样筛(应符合 GB/T 6003.1 的规定),充分混匀,备用。

5.2.3 试剂和仪器设备

5.2.3.1 试剂

5.2.3.1.1 氢氧化钠(粒状)。

5.2.3.1.2 盐酸:密度 1.19 g/cm³。

5.2.3.1.3 硝酸:密度 1.42 g/cm³。

5.2.3.1.4 氯化钾。

5.2.3.1.5 无水乙醇。

5.2.3.1.6 氯酸钾。

5.2.3.1.7 无水碳酸钠。

5.2.3.1.8 硫酸:密度 1.84 g/cm³。

5.2.3.1.9 氨水:密度 0.9 g/cm³。

5.2.3.1.10 高碘酸钾。

5.2.3.1.11 苯二甲酸氢钾。

5.2.3.1.12 焦硫酸钾。

5.2.3.1.13 氢氟酸:密度 1.15 g/cm³。

5.2.3.1.14 氯化钾溶液(50 g/L):

准确称取 5.000 0 g 氯化钾,溶于适量水中,用水稀释至 100 mL。

5.2.3.1.15 氯化钾-乙醇溶液(50 g/L):

准确称取 50.000 0 g 氯化钾,溶于 500 mL 水中,以无水乙醇稀释至 1 L。

5.2.3.1.16 氟化钾溶液(100 g/L):

准确称取 16.201 8 g 二水氟化钾(KF·2H₂O),溶于适量水中,用水稀释至 100 mL。

5.2.3.1.17 盐酸溶液(体积分数):2 %。

准确量取 2 mL 盐酸(5.2.3.1.2),与 98 mL 水混合。

5.2.3.1.18 磺基水杨酸溶液(250 g/L):

准确称取 25.000 0 g 磺基水杨酸,溶于适量水中,用水稀释至 100 mL。

5.2.3.1.19 氨水溶液(1+1):

将氨水(5.2.3.1.9)与水等体积混合。

5.2.3.1.20 盐酸溶液[$c(\text{HCl})=1\text{ mol/L}$]:

将 84 mL 盐酸(5.2.3.1.2)与 916 mL 水混合。

5.2.3.1.21 磺基水杨酸溶液(100 g/L):

将 10.000 0 g 磺基水杨酸,溶于适量水中,稀释至 100 mL。

5.2.3.1.22 硫酸溶液(体积分数):3%。

将 3 mL 硫酸(5.2.3.1.8)在不断搅拌下慢慢倒入 97 mL 水中(必要时应在冷水浴中进行)。

5.2.3.1.23 硫酸溶液(1+5):

将 1 份硫酸(5.2.3.1.8)在不断搅拌下慢慢倒入 5 份水中(必要时应在冷水浴中进行)。

5.2.3.1.24 硫酸溶液(1+1):

将硫酸(5.2.3.1.8)在不断搅拌下慢慢倒入等体积的水中(必要时应在冷水浴中进行)。

5.2.3.1.25 磷酸溶液(1+1):

将密度为 1.69 g/cm^3 的磷酸在不断搅拌下倒入等体积的水中。

5.2.3.1.26 过氧化氢溶液(1+9):

将 1 份 30% 的过氧化氢与 9 份水混合。

5.2.3.1.27 硫酸铜溶液[$c(\text{CuSO}_4)=0.035\text{ mol/L}$]:

将 8.738 8 g 五水硫酸铜($\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$)溶于有 5 滴硫酸溶液(5.2.3.1.24)的 200 mL 水中,以水稀释至 1 L。

比较:准确吸取 EDTA 标准溶液(5.2.3.1.40)20 mL 于 250 mL 烧杯中,以水稀释至 100 mL,加乙酸-乙酸铵缓冲溶液(5.2.3.1.35)20 mL 及亚硝基红盐指示剂(5.2.3.1.52)2 mL,以硫酸铜溶液进行滴定,溶液由黄色经翠绿突变为草绿色为终点。

比较结果按式(1)计算:

$$K = \frac{V_{\text{EDTA}}}{V} \dots\dots\dots(1)$$

式中:

K ——每毫升硫酸铜溶液相当于 EDTA 标准溶液体积;

V_{EDTA} ——吸取 EDTA 标准溶液体积,单位为毫升(mL);

V ——滴定时消耗硫酸铜溶液体积,单位为毫升(mL)。

5.2.3.1.28 盐酸溶液(1+4):

将 1 份盐酸(5.2.3.1.2)与 4 份水混合。

5.2.3.1.29 三乙醇胺溶液(1+2):

将 1 份三乙醇胺与 2 份水混合。

5.2.3.1.30 氢氧化钾溶液(200 g/L):

将 20.000 0 g 氢氧化钾溶于适量水中,稀释至 100 mL(现配现用或贮于塑料瓶中防止吸收二氧化碳)。

5.2.3.1.31 酒石酸钾钠溶液(200 g/L):

将 20.000 0 g 酒石酸钾钠溶于适量水中,稀释至 100 mL。

5.2.3.1.32 盐酸溶液(1+1):

将盐酸(5.2.3.1.2)与水等体积混合。

5.2.3.1.33 碳酸钠溶液(20 g/L):

将 2.000 0 g 无水碳酸钠溶于适量水中,稀释至 100 mL。

5.2.3.1.34 氯化钡溶液(100 g/L):

将 10.000 0 g 二水氯化钡($\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$)溶于适量水中,稀至 100 mL。

5.2.3.1.35 乙酸-乙酸铵缓冲溶液(pH=4.5):

将 77.000 0 g 乙酸铵溶于 500 mL 水中,加入 58.9 mL 冰乙酸,再用水稀释至 1 L。此溶液 pH 为 4.5。

5.2.3.1.36 氯化铵-氢氧化铵缓冲溶液(pH=10):

将 67.500 0 g 氯化铵溶于 200 mL 水中,加入密度为 0.9 g/cm³ 的氢氧化铵 570 mL,再用水稀释至 1 L。此溶液 pH 为 10。

5.2.3.1.37 乙酸-乙酸钠缓冲溶液(pH=6):

将 136.000 0 g 乙酸钠(NaAc·3H₂O)溶于适量水中,加冰乙酸 3.3 mL,再用水稀至 1 L。此溶液 pH 为 6。

5.2.3.1.38 氢氧化钠标准溶液[c(NaOH)=0.15 mol/L]:

将 5.999 6 g 氢氧化钠溶于 300 mL 水中,加热至近沸,加氯化钡溶液(5.1.34)2 mL,煮沸使沉淀凝聚,取下冷却,以定性滤纸过滤并以除去二氧化碳的水稀释至 1 L。以苯二甲酸氢钾进行标定。

标定:称取在 105℃~110℃烘过 2 h 的苯二甲酸氢钾 0.612 6 g 于 250 mL 烧杯中,加入经煮沸除去二氧化碳的水 150 mL,搅拌使溶解,稍冷,加酚酞指示剂(5.1.51)3 滴,以氢氧化钠标准溶液进行滴定,至溶液出现稳定的微红色为终点。

氢氧化钠标准溶液的浓度 c(mol/L)按式(2)计算:

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

氢氧化钠标准溶液对二氧化硅的滴定度 T(mg/mL)按式(3)计算:

$$T = c \times 15.02 \dots\dots\dots(3)$$

式中:

V——滴定时消耗氢氧化钠标准溶液体积,单位为毫升(mL);

m——苯二甲酸氢钾质量,单位为克(g);

204.21——苯二甲酸氢钾的摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol);

15.02——与 1.00 mL 氢氧化钠标准溶液[c(NaOH)=1.00 mol/L]相当的二氧化硅的质量,单位为毫克(mg)。

5.2.3.1.39 EDTA 标准溶液[c(EDTA)=0.01 mol/L]:

将 3.700 0 g 乙二胺四乙酸二钠溶于 200 mL 水中,再用水稀释至 1 L。

标定:准确吸取氧化锌标准溶液(5.2.3.1.46)10 mL 于 250 mL 烧杯中,以水稀释至 100 mL,加乙酸—乙酸钠缓冲溶液(5.2.3.1.37)20 mL 及二甲酚橙指示剂(5.2.3.1.54)3 滴,以 EDTA 标准溶液进行滴定,溶液由红色变为黄色为终点。

EDTA 标准溶液的浓度 c(mol/L)按式(4)计算:

$$c = \frac{M_{ZnO} \cdot V_{ZnO}}{V_{EDTA}} \dots\dots\dots(4)$$

式中:

M_{ZnO}——氧化锌标准溶液的浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

V_{ZnO}——吸取氧化锌标准溶液体积,单位为毫升(mL);

V_{EDTA}——滴定时消耗 EDTA 标准溶液体积,单位为毫升(mL)。

EDTA 标准溶液对三氧化二铁、氧化钙及氧化镁的滴定度分别按式(5)、式(6)、式(7)计算:

$$T_1 = c \times 79.85 \dots\dots\dots(5)$$

$$T_2 = c \times 56.08 \dots\dots\dots(6)$$

$$T_3 = c \times 40.31 \dots\dots\dots(7)$$

式中:

T₁——EDTA 标准溶液对三氧化二铁的滴定度,单位为毫克每毫升(mg/mL);

T_2 ——EDTA 标准溶液对氧化钙的滴定度,单位为毫克每毫升(mg/mL);

T_3 ——EDTA 标准溶液对氧化镁的滴定度,单位为毫克每毫升(mg/mL);

79.85——与 1.00 mL EDTA 标准溶液[$c(\text{EDTA})=1.00 \text{ mol/L}$]相当的三氧化二铁的质量,单位为毫克(mg);

56.08——与 1.00 mL EDTA 标准溶液[$c(\text{EDTA})=1.00 \text{ mol/L}$]相当的氧化钙的质量,单位为毫克(mg);

40.31——与 1.00 mL EDTA 标准溶液[$c(\text{EDTA})=1.00 \text{ mol/L}$]相当的氧化镁的质量,单位为毫克(mg)。

5.2.3.1.40 EDTA 标准溶液[$c(\text{EDTA})=0.035 \text{ mol/L}$]:

将 13.000 0 g 乙二胺四乙酸二钠溶于 300 mL 水中,再用水稀释至 1 L。

标定:准确吸取氧化锌标准溶液(5.2.3.1.46)20 mL 于 250 mL 烧杯中,按第 5.2.3.1.39 条标定方法及计算步骤进行。

EDTA 标准溶液对三氧化二铝的滴定度 T_4 (mg/mL)按式(8)计算:

$$T_4 = c \times 50.98 \quad \dots\dots\dots(8)$$

式中:

c ——EDTA 标准溶液浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

50.98——与 1.00 mL EDTA 标准溶液[$c(\text{EDTA})=1.00 \text{ mol/L}$]相当的三氧化二铝的质量,单位为毫克(mg)。

5.2.3.1.41 二氧化钛标准溶液(0.1 mg/mL):

准确称取于 950℃灼烧过的基准二氧化钛 0.250 0 g 于瓷坩埚中,以 6 g~8 g 焦硫酸钾在 750℃熔 20 min,取出冷却,以 100 mL 热的硫酸溶液(5.2.3.1.23)浸取熔块,冷却后移入 250 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度摇匀。

准确吸取上述溶液 50 mL 于 500 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,摇匀。此溶液 1 mL 相当于 0.1 mg 二氧化钛(TiO_2)。

5.2.3.1.42 氧化钾、氧化钠标准溶液(0.1 mg/mL):

称取在 600℃灼烧过的基准氯化钾 0.158 4 g 和氯化钠 0.188 6 g 溶于 100 mL 水中,移入 1 L 容量瓶,以水稀释至刻度,摇匀。此溶液 1 mL 相当于 0.1 mg 氧化钾(K_2O)+0.1 mg 氧化钠(Na_2O)。

5.2.3.1.43 氢氧化钠标准溶液[$c(\text{NaOH})=0.05 \text{ mol/L}$]:

将 1.999 9 g 氢氧化钠溶于 300 mL 水中,加热至近沸,加氯化钡溶液(5.2.3.1.34)2 mL,煮沸使沉淀凝聚,取下冷却,以定性滤纸过滤并用除去二氧化碳的水稀释至 1 L。

标定:称取在 105℃~110℃烘过 2 h 的苯二甲酸氢钾 0.204 2 g 于 250 mL 烧杯中,按第 5.2.3.1.38 条之标定方法和计算步骤进行。

5.2.3.1.44 三氧化二铁标准溶液(0.1 mg/mL):

称取纯铁丝(或基准铁粉)0.069 9 g,以 25 mL 盐酸(5.2.3.1.32)溶解后移入 1 L 容量瓶,用水稀释至刻度,摇匀。此溶液 1 mL 相当于 0.1 mg 三氧化二铁(Fe_2O_3)。

5.2.3.1.45 氧化锰标准溶液(0.05 mg/mL):

称取电解金属锰 0.38 3 g 溶于 100 mL 硫酸溶液(5.2.3.1.22)中,冷至室温,移入 1 L 容量瓶,用水稀释至刻度,摇匀。

准确吸取上述溶液 50 mL 于 500 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,摇匀。此溶液 1 mL 相当于 0.05 mg 氧化锰(MnO)。

5.2.3.1.46 氧化锌标准溶液[$c(\text{ZnO})=0.01 \text{ mol/L}$]:

称取经 900℃灼烧过的基准氧化锌 0.813 8 g 于 250 mL 烧杯中,以 20 mL 盐酸溶液(5.2.3.1.32)溶解,移入 1 L 容量瓶,用水稀释至刻度,摇匀。

5.2.3.1.47 硝酸溶液(1+1):

将硝酸(5.1.3)与水等体积混合。

5.2.3.1.48 硝酸铜标准溶液(0.05 mg/mL):

准确称取金属铜(纯度 $\geq 99.9\%$)0.010 0 g 于 150 mL 烧杯中加硝酸溶液(5.2.3.1.47)10 mL,加热溶解,冷却后移入 200 mL 容量瓶中,用水稀释到刻度,摇匀。此溶液 1 mL 相当于 0.05 mg 铜(Cu)。

5.2.3.1.49 钙指示剂。

5.2.3.1.50 酸性铬蓝 K-萘酚绿 B 混合指示剂:

将 1 份酸性铬蓝 K 与 2 份萘酚绿 B 混合。

5.2.3.1.51 酚酞指示剂(10 g/L):

将 1.000 0 g 酚酞溶于 100 mL 无水乙醇中。

5.2.3.1.52 亚硝基红盐指示剂(2 g/L):

将 0.200 0 g 亚硝基红盐溶于 100 mL 水中。

5.2.3.1.53 甲基红指示剂(1 g/L):

将 0.100 0 g 甲基红溶于 100 mL 无水乙醇中。

5.2.3.1.54 0.2%二甲酚橙指示剂(2 g/L):

将 0.200 0 g 二甲酚橙溶于 100 mL 水中。

5.2.3.2 仪器设备

5.2.3.2.1 瓷坩埚。

5.2.3.2.2 银坩埚。

5.2.3.2.3 铂坩埚。

5.2.3.2.4 马福炉。

5.2.3.2.5 电炉。

5.2.3.2.6 恒温干燥箱。

5.2.3.2.7 药物天平:感量为 1 g,0.1 g。

5.2.3.2.8 分析天平:感量为 1 mg,0.1 mg。

5.2.3.2.9 分光光度计。

5.2.3.2.10 火焰光度计。

5.2.3.2.11 原子吸收光谱仪。

5.2.3.2.12 管式燃烧炉(附瓷舟、瓷管)。

5.2.3.2.13 烧杯:100 mL,150 mL,250 mL,300 mL。

5.2.3.2.14 塑料杯:250 mL。

5.2.3.2.15 滴定管:10 mL,25 mL。

5.2.3.2.16 容量瓶:100 mL,200 mL,250 mL。

5.2.3.2.17 移液管:10 mL,20 mL,50 mL,100 mL。

5.2.3.2.18 干燥器。

5.2.3.2.19 称量瓶。

5.2.3.3 二氧化硅的测定

5.2.3.3.1 二次盐酸脱水重量法(仲裁法)

5.2.3.3.1.1 方法提要

试样经分解、酸化、蒸干后在 105℃~110℃烘干脱水分离二氧化硅,一次分离后的滤液再经蒸干,进行二次烘干脱水,将二次分离出的二氧化硅合并灼烧、称量,计算二氧化硅含量。

5.2.3.3.1.2 分析步骤

准确称取 0.500 0 g 试样,放入底部有一薄层无水碳酸钠的铂坩埚中,加无水碳酸钠 4 g~5 g,以尖

头玻璃棒搅匀,用滤纸角擦净玻璃棒上沾附物一并置于坩埚中,表面再加盖一薄层无水碳酸钠。将坩埚加盖,放入马福炉,于 950℃~1 000℃ 熔融 30 min。取出坩埚冷却至室温。将坩埚连盖一同放入 250 mL 烧杯中,以 50 mL 热的盐酸溶液(5.2.3.1.32)浸取熔块,待熔块全部脱落后以热水和淀帚洗净坩埚及坩埚盖,以玻璃棒压碎熔块。将溶液加热蒸发至干,放入恒温干燥箱中于 105℃~110℃ 烘 1 h,取出烧杯,加盐酸 5 mL,放置数分钟,加沸水 50 mL,搅拌使盐类溶解,以中速定量滤纸过滤,用热的盐酸溶液(5.2.3.1.17)以倾泻法洗烧杯 2 次~3 次,将沉淀全部移到滤纸上,以淀帚及盐酸溶液(5.2.3.1.17)洗净烧杯并继续洗沉淀 5 次~6 次,最后以热水洗至无氯离子。

将上述滤液按前步骤再次蒸干、烘干脱水、过滤、洗涤,滤液以 300 mL 烧杯承接。

将两张盛有硅酸沉淀的滤纸置于同一铂坩埚中,低温灰化后放入马福炉于 950℃~1 000℃ 灼烧 40 min,取出坩埚放入干燥器中冷至室温,称量,反复灼烧至恒重。

向坩埚中加硫酸溶液(5.2.3.1.24)0.5 mL 及氢氟酸(5.2.3.1.13)5 mL,将坩埚置于通风橱内加热直至冒白烟,再加氢氟酸(5.2.3.1.13)5 mL,加热蒸干并加强热使白烟冒尽,将坩埚放入马福炉内于 1 000℃ 灼烧 10 min 取出放入干燥器中冷至室温,称量,反复灼烧,直至恒重。

两次滤液合并,蒸发至适当体积,移入 200 mL 容量瓶,稀释至刻度,摇匀。此溶液为溶液 A,可用于其他化学组分的测定。

当沉淀经氢氟酸处理后如仍有明显残渣存在,应以焦硫酸钾处理,其滤液与溶液 A 合并。

5.2.3.3.1.3 结果计算

二氧化硅质量分数 $X_1(\%)$ 按式(9)计算:

$$X_1 = \frac{m_1 - m_2}{m_0} \times 100 \quad \dots\dots\dots(9)$$

式中:

m_1 ——氢氟酸处理前沉淀及坩埚质量,单位为克(g);

m_2 ——氢氟酸处理后坩埚质量,单位为克(g);

m_0 ——试样质量,单位为克(g)。

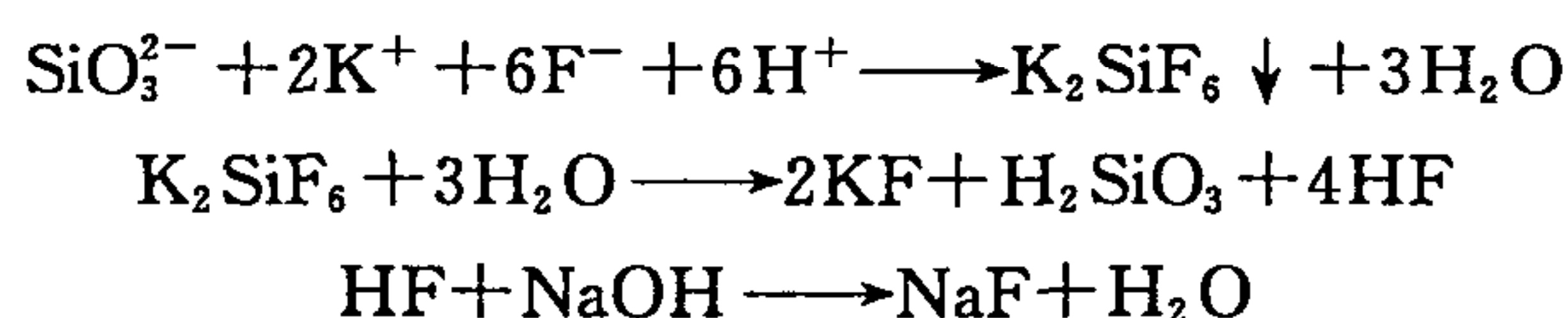
5.2.3.3.1.4 精密度

在重复性条件下获得的两次独立测试结果的绝对差值不大于 0.4%,以大于 0.4% 的情况不超过 5% 为前提。

5.2.3.3.2 氟硅酸钾容量法

5.2.3.3.2.1 方法提要

试样经分解,在硝酸介质中加入足够 K^+ 和 F^- ,使硅酸呈氟硅酸钾沉淀析出。沉淀经过滤、洗涤、中和后加沸水使氟硅酸钾水解,以氢氧化钠标准溶液滴定沉淀水解形成的氟氢酸,根据氢氧化钠标准溶液消耗量计算二氧化硅含量:



5.2.3.3.2.2 分析步骤

准确称取 0.500 0 g 试样放入银坩埚中,加数滴无水乙醇使试样润湿,加氢氧化钠 4 g~6 g,加坩埚盖并将坩埚置于马福炉中,逐渐升温至 600℃~650℃,在此温度保持 10 min,取出冷却。

将坩埚外部擦净,连盖一同放入 250 mL 烧杯中,以沸水浸取熔块,用热水及淀帚洗净坩埚及坩埚盖,在不断搅拌下一次加入 25 mL 盐酸(5.2.3.1.2)使沉淀全部溶解,冷至室温,将溶液移入 200 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,摇匀。此溶液为溶液 B,可用于其他化学组分的测定。

用移液管准确吸取上述溶液 20 mL 于塑料杯中,加氯化钾 2 g~3 g 及硝酸(5.2.3.1.3)10 mL,搅拌使氯化钾溶解,溶液经流水冷却后,加氟化钾溶液(5.2.3.1.16)10 mL,充分搅拌数次,静置 5 min,以

快速定性滤纸过滤,以氯化钾溶液(5.2.3.1.14)洗塑料杯及沉淀4次~5次,将沉淀连同滤纸放入原塑料杯中,加氯化钾-乙醇溶液(5.2.3.1.15)10 mL及酚酞指示剂(5.2.3.1.51)10滴,以氢氧化钠标准溶液(5.2.3.1.38)边中和边将滤纸捣碎,直至溶液出现稳定的粉红色,以杯中碎滤纸擦拭杯壁,并继续中和至红色不退为止。加入经煮沸除去二氧化碳的水150 mL,充分搅拌使沉淀水解完全,以氢氧化钠标准溶液(5.2.3.1.38)进行滴定,至溶液出现稳定的微红色为终点。

为防止沉淀水解,过滤、洗涤等操作应尽量缩短时间,当试样较多时,应分批进行沉淀,每一批不宜超过5只~6只。

注:室温在32℃以上可用冰水冷却。

5.2.3.3.2.3 结果计算

二氧化硅质量分数 X_2 (%)按式(10)计算:

$$X_2 = \frac{T \cdot V \times 10}{m_0 \times 1\,000} \times 100 \quad \dots\dots\dots (10)$$

式中:

T ——氢氧化钠标准溶液对二氧化硅的滴定度,单位为毫克每毫升(mg/mL);

V ——滴定时消耗氢氧化钠标准溶液的体积,单位为毫升(mL);

m_0 ——试样质量,单位为克(g)。

5.2.3.3.2.4 精密度

同第5.2.3.3.1.4条。

5.2.3.4 三氧化二铁的制定

5.2.3.4.1 比色法(仲裁法)

5.2.3.4.1.1 方法提要

在氨性溶液中,铁离子与磺基水杨酸生成黄色络合物,以分光光度计于420 nm波长处测定溶液吸光度,根据标准曲线查得的质量(mg),计算三氧化二铁含量。

5.2.3.4.1.2 分析步骤

5.2.3.4.1.2.1 标准曲线的绘制

以滴定管准确分取0 mL、1 mL、3 mL、5 mL、7 mL、10 mL、15 mL三氧化二铁标准溶液(5.2.3.1.44)分别置于100 mL容量瓶中,以水稀释至40 mL,加25%磺基水杨酸溶液(5.2.3.1.18)10 mL,在不断摇动下逐滴加入氨水(5.2.3.1.19)至溶液出现黄色并过量2 mL,以水稀释至刻度,摇匀,在分光光度计上于420 nm波长处以5 cm比色槽测定吸光度,并绘制标准曲线。

5.2.3.4.1.2.2 试样分析

用移液管吸取溶液A或溶液B20 mL于100 mL容量瓶中,以水稀释至40 mL,以下按第5.2.3.4.1.2.1条标准曲线绘制之操作步骤进行,在分光光度计上测定吸光度。

以溶液B进行测定时,氨水加入速度宜快,显色后在15 min内比色完毕,以防止溶液出现浑浊。

5.2.3.4.1.3 结果计算

三氧化二铁质量分数 X_3 (%)按式(11)计算:

$$X_3 = \frac{m_3 \times 10}{m_0 \times 1\,000} \times 100 \quad \dots\dots\dots (11)$$

式中:

m_3 ——自标准曲线中查得之三氧化二铁质量,单位为毫克(mg);

m_0 ——试样质量,单位为克(g)。

5.2.3.4.1.4 精密度

当三氧化二铁含量(质量分数)小于0.50%时,在重复性条件下获得的两次独立测试结果的绝对差值不大于0.06%,以大于0.06%的情况不超过5%为前提。

当三氧化二铁含量(质量分数)等于或大于 0.50% 时,在重复性条件下获得的两次独立测试结果的绝对差值不大于这两个测定值的算术平均值的 15%,以大于这两个测定值的算术平均值的 15% 的情况不超过 5% 为前提。

5.2.3.4.2 络合滴定法

5.2.3.4.2.1 方法提要

铁离子在 pH 为 1~3 范围内能与 EDTA 定量络合,借磺基水杨酸为指示剂,以 EDTA 标准溶液进行滴定,溶液由紫红色突变为亮黄色为终点,根据 EDTA 标准溶液消耗量计算三氧化二铁含量。

5.2.3.4.2.2 分析步骤

以移液管吸取溶液 A 或溶液 B 20 mL 于 250 mL 烧杯中,加氯酸钾 0.1 g,以水稀释到 100 mL,将烧杯置于电炉上加热,使氯酸钾溶解并继续加热至近沸,取下烧杯以氨水(5.2.3.1.19)中和至 pH 为 6~7,加 1 mol/L 盐酸 3 mL~4 mL,搅拌使沉淀溶解,加 10% 磺基水杨酸溶液 2 mL,以盐酸溶液(5.2.3.1.20)调节溶液酸度使 pH 在 1.3~1.5 范围内,以 EDTA 标准溶液(5.2.3.1.39)进行滴定,溶液由紫红色突变为亮黄色(含铁较低时为无色)为终点。

5.2.3.4.2.3 结果计算

三氧化二铁质量分数 X_4 (%)按式(12)计算:

$$X_4 = \frac{T_1 \cdot V_1 \times 10}{m_0 \times 1\,000} \times 100 \quad \dots\dots\dots (12)$$

式中:

T_1 ——EDTA 标准溶液对三氧化二铁的滴定度,单位为毫克每毫升(mg/mL);

V_1 ——滴定时消耗 EDTA 标准溶液体积,单位为毫升(mL);

m_0 ——试样质量,单位为克(g)。

5.2.3.4.2.4 精密度

同第 5.2.3.3.1.4 条。

5.2.4 二氧化钛的测定

5.2.4.1 方法提要

钛离子与过氧化氢在酸性介质中生成黄色络合物,以磷酸作掩蔽剂消除 Fe^{3+} 的干扰,以分光光度计于 420 nm 波长处测定溶液吸光度,根据标准曲线查得的质量(mg)计算二氧化钛含量。

5.2.4.2 分析步骤

5.2.4.2.1 标准曲线的绘制

以滴定管准确分取 0 mL、1 mL、2 mL、3 mL、5 mL、7 mL、10 mL 二氧化钛标准溶液(5.2.3.1.41)分别置于 100 mL 容量瓶中,以水稀释至 50 mL,加硫酸溶液(5.2.3.1.24)10 mL、磷酸溶液(5.2.3.1.25)2 mL 和过氧化氢溶液(5.2.3.1.26)5 mL,以水稀释至刻度,摇匀,在分光光度计上于 420 nm 波长处以 5 cm 比色槽测定吸光度并绘制标准曲线。

5.2.4.2.2 试样分析

以移液管吸取溶液 A 或溶液 B 20 mL 于 100 mL 烧杯中,加硫酸溶液(5.2.3.1.24)10 mL 于通风橱内加热蒸发至冒白烟,取下冷却,以水冲洗杯壁并稀释至 40 mL,以定性滤纸过滤,以水洗烧杯 3 次,洗沉淀 5 次~6 次,滤液用 100 mL 容量瓶承接。加磷酸溶液(5.2.3.1.25)2 mL 和过氧化氢溶液(5.2.3.1.26)5 mL,以水稀释至刻度,摇匀,在分光光度计上于 420 nm 波长处以 5 cm 比色槽测定吸光度。

注:冒白烟后如无沉淀析出,可不进行过滤。

5.2.4.3 结果计算

二氧化钛质量分数 X_5 (%)按式(13)计算:

$$X_5 = \frac{m_4 \times 10}{m_0 \times 1\,000} \times 100 \quad \dots\dots\dots (13)$$

式中:

m_4 ——自标准曲线中查得之二氧化钛质量,单位为毫克(mg);

m_0 ——试样质量,单位为克(g)。

5.2.4.4 精密度

当二氧化钛含量(质量分数)小于 0.10% 时,在重复性条件下获得的两次独立测试结果的绝对差值不大于 0.03%,以大于 0.03% 的情况不超过 5% 为前提。

当二氧化钛含量(质量分数)等于或大于 0.10% 时,在重复性条件下获得的两次独立测试结果的绝对差值不大于这两个测定值的算术平均值的 30%,以大于这两个测定值的算术平均值的 30% 的情况不超过 5% 为前提。

5.2.5 三氧化二铝的测定

5.2.5.1 方法提要

铝离子与 EDTA 在 pH 为 3~6 范围内可定量络合,但由于常温条件下络合速度缓慢,必须先加入过量 EDTA,加热促使反应加速进行。本法以亚硝基红盐为指示剂,以铜盐进行返滴定,在 pH 为 4.5 条件下,指示剂由黄色经翠绿色突变为草绿色为终点,根据硫酸铜溶液消耗量计算三氧化二铝含量。

5.2.5.2 分析步骤

以移液管吸取溶液 A 或溶液 B 20 mL 于 250 mL 烧杯中,准确加入 EDTA 标准溶液(5.2.3.1.40) 20 mL 和乙酸-乙酸铵缓冲溶液(5.2.3.1.35) 20 mL,以水稀释至 100 mL,取小块滤纸压于玻璃棒下,加盖表面皿,加热煮沸 3 min,取下冷却至室温,以水冲洗表面皿及杯壁,加亚硝基红盐(5.2.3.1.52) 2 mL,以硫酸铜溶液(5.2.3.1.27)进行滴定,溶液由黄色经翠绿色突变为草绿色为终点。

此法测定结果为铁、铝、钛含量。

如以铁、铝连续测定法进行三氧化二铝的测定,则向以络合滴定法测定过三氧化二铁的溶液中加入 EDTA 标准溶液(5.2.3.1.40) 20 mL 和乙酸-乙酸铵缓冲溶液(5.2.3.1.35) 20 mL,以下均同上述操作步骤进行。此法测得结果为铝、钛含量。

5.2.5.3 结果计算

三氧化二铝质量分数 X_6 (%)按式(14)计算:

$$X_6 = \frac{(20 - V_2 \cdot K) \times T_4 \times 10}{m_0 \times 1000} \times 100 - X_5 \times 0.6381 - X_4 \times 0.6384 \quad \dots\dots\dots(14)$$

式中:

V_2 ——滴定时消耗硫酸铜溶液体积,单位为毫升(mL);

K ——每毫升硫酸铜溶液相当于 EDTA 标准溶液的体积,单位为毫升(mL);

T_4 ——EDTA 标准溶液对三氧化二铝的滴定度,单位为毫克每毫升(mg/mL);

m_0 ——试样质量,单位为克(g);

0.6381——二氧化钛对三氧化二铝的换算因数;

0.6384——三氧化二铁对三氧化二铝的换算因数。

注:铁、铝连续测定不作三氧化二铁(Fe_2O_3)项校正。

5.2.5.4 精密度

在重复性条件下获得的两次独立测试结果的绝对差值不大于 0.4%,以大于 0.4% 的情况不超过 5% 为前提。

5.2.6 氧化钙和氧化镁的测定

5.2.6.1 方法提要

在 pH 为 10 的碱性溶液中,钙离子和镁离子能和 EDTA 定量络合,当 $\text{pH} \geq 12$ 时,镁离子形成氢氧化物沉淀,可单独测定钙的含量。本法以强碱分离法分离大量硅、铝及其他干扰元素,以酸性铬蓝 K-茶

酚绿 B 混合指示剂测定钙、镁含量,以钙指示剂测定钙的含量,以差减法求得镁的含量。

5.2.6.2 分析步骤

以移液管吸取溶液 A 或溶液 B 100 mL 于 250 mL 烧杯中,加热近沸,以氢氧化钾溶液(5.2.3.1.30)中和至溶液有大量沉淀出现并过量 20 mL~25 mL,加无水碳酸钠 2 g,搅拌使溶解,烧杯置于电炉上加热煮沸 3 min,取下放置使慢慢冷却至室温(或放置过夜)。

以慢速滤纸过滤,以碳酸钠溶液(5.2.3.1.33)洗烧杯 3 次,将沉淀全部移至滤纸上,继续洗沉淀 3 次。

以 20 mL 热盐酸溶液(5.2.3.1.28)分次将沉淀溶于原烧杯中,以热水洗滤纸 5 次~6 次,转动烧杯使杯壁残余沉淀溶解,将溶液移入 250 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,摇匀。

5.2.6.2.1 氧化钙的测定

以移液管吸取上述溶液 50 mL 于 250 mL 烧杯中,以水稀释至 100 mL,加三乙醇胺溶液(5.2.3.1.29)和酒石酸钾钠溶液(5.2.3.1.31)各 2 mL~3 mL,搅匀,加甲基红指示剂(5.2.3.1.53) 1 滴,以氢氧化钾溶液(5.2.3.1.30)中和至溶液出现黄色,加氯化铵-氢氧化铵缓冲溶液(5.2.3.1.36) 8 mL~10 mL 及适量酸性铬蓝 K-萘酚绿 B 混合指示剂(5.2.3.1.50),以 EDTA 标准溶液(5.2.3.1.39)进行滴定,溶液由酒红色突变为纯蓝色为终点。

5.2.6.2.2 氧化镁的测定

以移液管吸取上述溶液 50 mL 于 250 mL 烧杯中,以水稀释至 100 mL,加三乙醇胺溶液(5.2.3.1.29)和酒石酸钾钠溶液(5.2.3.1.31)各 2 mL~3 mL,搅匀,加甲基红指示剂(5.2.3.1.53) 1 滴,以氢氧化钾溶液(5.2.3.1.30)中和至溶液出现黄色,加氯化铵-氢氧化铵缓冲溶液(5.2.3.1.36) 8 mL~10 mL 及适量酸性铬蓝 K-萘酚绿 B 混合指示剂(5.2.3.1.50),以 EDTA 标准溶液(5.2.3.1.39)进行滴定,溶液由酒红色突变为钢蓝色为终点。

注:试样或蒸馏水中如有微量重金属或有色金属离子存在,可在滴定前加入 1 mL~2 mL 10% 硫化钠或 0.2% 铜试剂溶液以消除干扰。如有少量锰离子存在,可在加三乙醇胺前加 2% 盐酸羟胺溶液 2 mL 消除干扰。

5.2.6.3 结果计算

氧化钙质量分数 X_7 (%) 和氧化镁质量分数 X_8 (%) 分别按式(15)、式(16)计算:

$$X_7 = \frac{V_3 \cdot T_2 \times 10}{m_0 \times 1000} \times 100 \quad \dots\dots\dots(15)$$

$$X_8 = \frac{(V_4 - V_3) \cdot T_3 \times 10}{m_0 \times 1000} \times 100 \quad \dots\dots\dots(16)$$

式中:

V_3 ——滴定氧化钙时消耗 EDTA 标准溶液的体积,单位为毫升(mL);

V_4 ——滴定钙镁含量时消耗 EDTA 标准溶液的体积,单位为毫升(mL);

T_2 ——EDTA 标准溶液对氧化钙的滴定度,单位为毫克每毫升(mg/mL);

T_3 ——EDTA 标准溶液对氧化镁的滴定度,单位为毫克每毫升(mg/mL);

m_0 ——试样质量,单位为克(g)。

5.2.6.4 精密度

当氧化钙含量(质量分数)小于 0.50% 时,在重复性条件下获得的两次独立测试结果的绝对差值不大于 0.06%,以大于 0.06% 的情况不超过 5% 为前提;当氧化钙含量(质量分数)等于或大于 0.50% 时,在重复性条件下获得的两次独立测试结果的绝对差值不大于这两个测定值的算术平均值的 20%,以大于这两个测定值的算术平均值的 20% 的情况不超过 5% 为前提。

当氧化镁含量(质量分数)小于 0.20% 时,在重复性条件下获得的两次独立测试结果的绝对差值不大于 0.04%,以大于 0.04% 的情况不超过 5% 为前提;当氧化镁含量(质量分数)等于或大于 0.20% 时,在重复性条件下获得的两次独立测试结果的绝对差值不大于这两个测定值的算术平均值的 20%,以大于这两个测定值的算术平均值的 20% 的情况不超过 5% 为前提。

5.2.7 氧化钾和氧化钠的测定

5.2.7.1 方法提要

试样经酸分解后,过滤于 100 mL 容量瓶中,稀释,摇匀,在火焰光度计上分别测量钾、钠发射光谱强度,自标准曲线中查出相应毫克数,计算试样中氧化钾和氧化钠含量。

5.2.7.2 分析步骤

5.2.7.2.1 标准曲线的绘制

以 10 mL 滴定管准确分取氧化钾、氧化钠标准溶液(5.2.3.1.42)0 mL、1 mL、2 mL、3 mL、4 mL、5 mL、6 mL、7 mL 分别置于 100 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,摇匀。在火焰光度计上分别测定各溶液氧化钾、氧化钠的发射光谱强度,并绘制标准曲线。

5.2.7.2.2 试样的测定

准确称取 0.500 0 g 试样放入铂坩埚中,以少量水润湿,加硫酸溶液(5.2.3.1.24)5 mL 及氢氟酸(5.2.3.1.13)10 mL,加热分解试样并蒸发至冒白烟,继续加热使白烟冒尽并在 600℃~700℃灼烧 5 min,取出坩埚冷却,加水 20 mL,以玻璃棒将坩埚中残渣捣碎,加热至沸,以慢速滤纸过滤,滤液以 100 mL 容量瓶承接,以热水洗坩埚 3 次~4 次,洗沉淀 5 次~6 次,以水稀释至刻度,摇匀。在火焰光度计上分别测定氧化钾和氧化钠之发射光谱强度。

注:滤液如有浑浊可以加数滴盐酸(1+1)使澄清。

5.2.7.3 结果计算

氧化钾质量分数 X_9 (%) 和氧化钠质量分数 X_{10} (%) 分别按式(17)、(18)计算:

$$X_9 = \frac{m_5}{m_0 \times 1\,000} \times 100 \quad \dots\dots\dots(17)$$

$$X_{10} = \frac{m_6}{m_0 \times 1\,000} \times 100 \quad \dots\dots\dots(18)$$

式中:

m_5 ——自标准曲线中查得氧化钾质量,单位为毫克(mg);

m_6 ——自标准曲线中查得氧化钠质量,单位为毫克(mg);

m_0 ——试样质量,单位为克(g)。

5.2.7.4 精密度

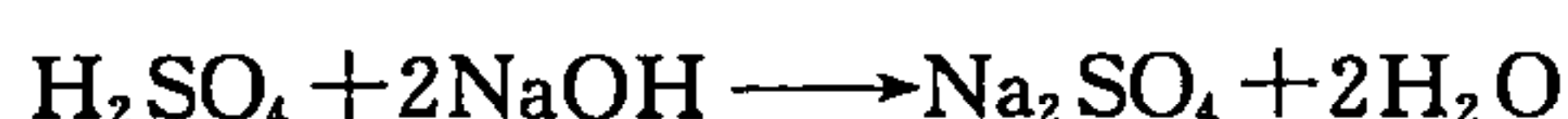
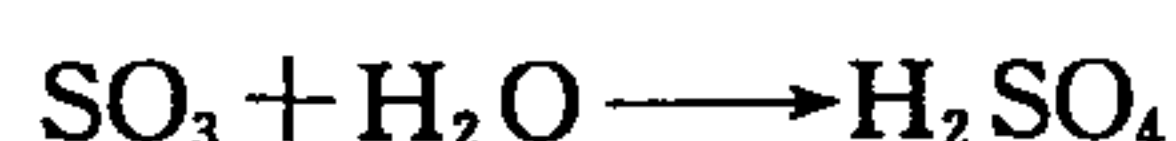
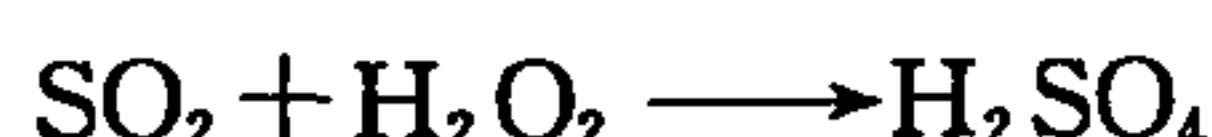
当氧化钾含量(质量分数)小于 0.50% 时,在重复性条件下获得的两次独立测试结果的绝对差值不大于 0.06%,以大于 0.06% 的情况不超过 5% 为前提;当氧化钾含量(质量分数)等于或大于 0.50% 时,在重复性条件下获得的两次独立测试结果的绝对差值不大于这两个测定值的算术平均值的 20%,以大于这两个测定值的算术平均值的 20% 的情况不超过 5% 为前提。

当氧化钠含量(质量分数)小于 0.20% 时,在重复性条件下获得的两次独立测试结果的绝对差值不大于 0.04%,以大于 0.04% 的情况不超过 5% 为前提;当氧化钠含量(质量分数)等于或大于 0.20% 时,在重复性条件下获得的两次独立测试结果的绝对差值不大于这两个测定值的算术平均值的 20%,以大于这两个测定值的算术平均值的 20% 的情况不超过 5% 为前提。

5.2.8 三氧化硫的测定

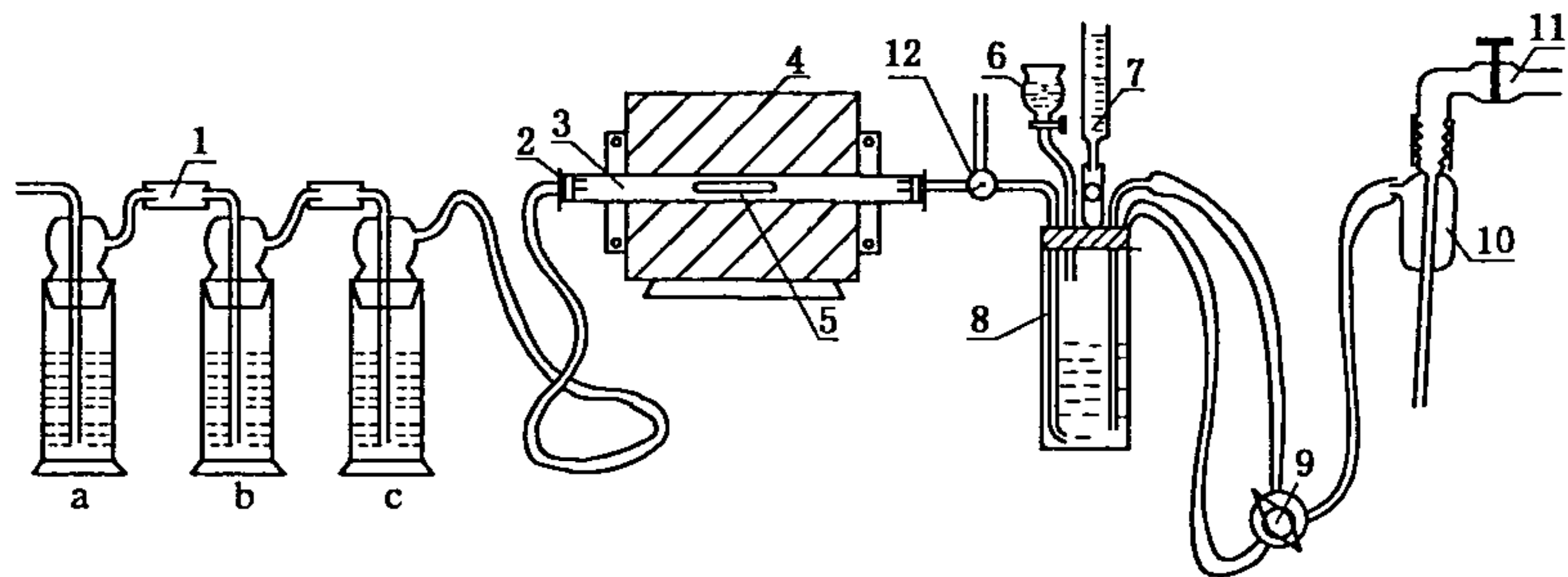
5.2.8.1 方法提要

试样在 1 250℃~1 300℃灼烧放出二氧化硫和部分三氧化硫,经过氧化氢吸收液吸收转为硫酸后,以氢氧化钠标准溶液进行滴定,根据氢氧化钠标准溶液消耗量,计算三氧化硫的含量。



5.2.8.2 仪器装置

测定三氧化硫的仪器装置见图 1。



- 1——洗气瓶(a 中 10%硫酸铜;b 中 5%高锰酸钾,c 中浓硫酸);
- 2——橡胶塞;
- 3——燃烧管;
- 4——燃烧炉;
- 5——瓷舟;
- 6——分液漏斗;
- 7——碱式滴定管;
- 8——吸收瓶;
- 9——三通活塞;
- 10——抽气管;
- 11——水龙头;
- 12——三通活塞。

图 1 三氧化硫测定仪器装置示意图

5.2.8.3 分析步骤

5.2.8.3.1 准备工作

- a) 按管式炉规定之升温速度将炉温升至 1 250℃。
- b) 检查仪器各接头处是否漏气(如有漏气应重新装配或以石蜡封闭)。
- c) 将瓷舟及燃烧管在 1 000℃~1 100℃预烧 1 h,冷却备用。
- d) 调节自来水之流量使洗气瓶中气泡速度达 300 个/min。
- e) 从分液漏斗向吸收瓶中加入过氧化氢溶液(5.2.3.1.26) 20 mL、0.1%甲基红指示剂(5.2.3.1.53)10 滴及盐酸溶液(5.2.3.1.20)1 滴,以水稀释至 100 mL,将三通活塞转向水平直通状态,在抽气条件下,以氢氧化钠标准溶液(5.2.3.1.43)滴定,使溶液刚变黄色。

5.2.8.3.2 试样的测定

准确称取 0.500 0 g 试样放入瓷舟中,在抽气的情况下将瓷舟用粗镍铬丝(或紫铜丝)送至管内最高温处(含硫化物的试样先送至管内低温处),迅速塞紧管端橡胶塞,待吸收液出现红色后以 0.05 mol/L 氢氧化钠标准溶液(5.2.3.1.43)进行滴定,至出现 1 min 不变的黄色(含硫化物的试样当滴定至红色出现缓慢时,将瓷舟再送至管内最高温处继续滴定到 1 min 不变的黄色)将三通活塞转向上支口与吸收瓶通路,以洗瓶将水由三通活塞上支口加入,冲洗管壁三次,再以氢氧化钠标准溶液(5.2.3.1.43)滴定到出现 1 min 不变的黄色为终点。将三通活塞再转向水平直通状态以备下一个试样的测定。

5.2.8.4 结果计算

三氧化硫质量分数 X_{11} (%)按式(19)计算:

$$X_{11} = \frac{c \cdot V \times 49 \times 0.816\ 3}{m_0 \times 1\ 000} \times 100 \dots\dots\dots(19)$$

式中：

c ——氢氧化钠标准溶液的浓度，单位为摩尔每升(mol/L)；

V ——滴定消耗氢氧化钠标准溶液的体积，单位为毫升(mL)；

m_0 ——试样质量，单位为克(g)；

49——与 1.00 mL 氢氧化钠标准溶液[$c(\text{NaOH})=1.00 \text{ mol/L}$]相当的硫酸的质量，单位为毫克(mg)；

0.816 3——换算因数。

5.2.8.5 精密度

当三氧化硫含量(质量分数)小于 0.30%时，在重复性条件下获得的两次独立测试结果的绝对差值不大于 0.06%，以大于 0.06%的情况不超过 5%为前提。

当三氧化硫含量(质量分数)等于或大于 0.30%时，在重复性条件下获得的两次独立测试结果的绝对差值不大于这两个测定值的算术平均值的 20%，以大于这两个测定值的算术平均值的 20%的情况不超过 5%为前提。

5.2.9 氧化锰的测定

5.2.9.1 分光光度法(仲裁法)

5.2.9.1.1 方法提要

试液以硫酸驱赶氯离子后在磷酸介质中以高碘酸钾将二价锰氧化为七价锰，借分光光度计于 520 nm 波长处测定试液吸光度，自标准曲线中查出氧化锰质量(mg)，计算含量。

5.2.9.1.2 分析步骤

5.2.9.1.2.1 标准曲线的绘制

以 10 mL 滴定管准确分取氧化锰标准溶液(5.2.3.1.45)0 mL、1 mL、2 mL、3 mL、5 mL、7 mL、10 mL 分别置于 150 mL 烧杯中，加硫酸溶液(5.2.3.1.24)10 mL 及磷酸溶液(5.2.3.1.25)10 mL，以水稀释至 80 mL，加高碘酸钾 0.5 g，煮沸 3 min 并保温 10 min，取下冷至室温，移入 100 mL 容量瓶中以水稀释至刻度，摇匀，在分光光度计上于 520 nm 波长处以 5 cm 比色槽测定吸光度并绘制标准曲线。

5.2.9.1.2.2 试样的测定

以移液管吸取溶液 A 或溶液 B 20 mL 于 100 mL 烧杯中，加硫酸溶液(5.2.3.1.24)10 mL 于通风橱内加热蒸发至冒白烟，取下冷却，以水冲洗杯壁并稀释至 40 mL，以定性滤纸过滤，以水洗烧杯 3 次，洗沉淀 5 次~6 次，滤液以 150 mL 烧杯承接，加磷酸溶液(5.2.3.1.25)10 mL 及高碘酸钾约 0.5 g，以下按第 5.2.9.1.2.1 条标准曲线绘制步骤进行。

注：冒白烟后无沉淀析出可不进行过滤。

5.2.9.1.3 结果计算

氧化锰质量分数 X_{12} (%)按式(20)计算：

$$X_{12} = \frac{m_7 \times 10}{m_0 \times 1\,000} \times 100 \quad \dots\dots\dots (20)$$

式中：

m_7 ——自标准曲线中查得之氧化锰质量，单位为毫克(mg)；

m_0 ——试样质量，单位为克(g)。

5.2.9.1.4 精密度

当氧化锰含量(质量分数)小于 0.10%时，在重复性条件下获得的两次独立测试结果的绝对差值不大于 0.02%，以大于 0.02%的情况不超过 5%为前提。

当氧化锰含量(质量分数)等于或大于 0.10%时，在重复性条件下获得的两次独立测试结果的绝对差值不大于这两个测定值的算术平均值的 20%，以大于这两个测定值的算术平均值的 20%的情况不超过 5%为前提。

5.2.9.2 原子吸收光谱法

5.2.9.2.1 方法提要

试样经硫酸、氢氟酸分解，加水溶解后干过滤，滤液与标准系列同在原子吸收光谱仪上测定吸收度。根据标准曲线查出的毫克数计算氧化锰的百分含量。

5.2.9.2.2 分析步骤

5.2.9.2.2.1 标准曲线的绘制

以 10 mL 滴定管准确分取氧化锰标准溶液(5.2.3.1.45)0 mL、1 mL、2 mL、3 mL、5 mL、7 mL、10 mL于 50 mL 容量瓶中，加硫酸溶液(5.2.3.1.24)4 mL，以水稀释至刻度，摇匀，在原子吸收光谱仪上按仪器说明书规定的技术条件调试仪器并分别测定吸收度，绘制标准曲线。

5.2.9.2.2.2 试样的测定

准确称取 0.500 0 g 试样放于铂坩埚中，加硫酸溶液(5.2.3.1.24)2 mL、氢氟酸(5.2.3.1.13)5 mL，将坩埚置于通风橱内加热分解试样至冒白烟，取下冷却，残渣以少量水加热溶解后移入 50 mL 容量瓶中，加硫酸溶液(5.2.3.1.24)4 mL，以水稀至刻度摇匀，干过滤，滤液与标准系列一同在原子吸收光谱仪上测定吸收度。

5.2.9.2.3 结果计算

氧化锰质量分数 X_{13} (%)按式(21)计算：

$$X_{13} = \frac{m_8}{m_0 \times 1\,000} \times 100 \dots\dots\dots(21)$$

式中：

m_8 ——自标准曲线查得的氧化锰质量，单位为毫克(mg)；

m_0 ——试样质量，单位为克(g)。

5.2.9.2.4 精密度

同第 5.2.9.1.4 条。

5.2.10 烧失量的测定

5.2.10.1 方法提要

试样在 950℃~1 000℃灼烧使结构水及有机物挥发，根据试样灼烧前后质量差，计算烧失量含量。

5.2.10.2 分析步骤

准确称取 1.000 0 g 试样放入已恒重的瓷坩埚中，将坩埚放入马福炉，自低温逐渐升至 950℃~1 000℃并保温 1 h，取出坩埚置于干燥器中冷至室温，称量，反复灼烧称至恒重。

5.2.10.3 结果计算

烧失量质量分数 X_{14} (%)按式(22)计算：

$$X_{14} = \frac{m_9 - m_{10}}{m_0} \times 100 \dots\dots\dots(22)$$

式中：

m_9 ——灼烧前坩埚及试样质量，单位为克(g)；

m_{10} ——灼烧后坩埚及试样质量，单位为克(g)；

m_0 ——试样质量，单位为克(g)。

5.2.10.4 精密度

在重复性条件下获得的两次独立测试结果的绝对差值不大于 0.50%，以大于 0.50%的情况不超过 5%为前提。

5.2.11 铜的测定

5.2.11.1 方法提要

试样经酸分解后，蒸至湿盐状，加适量水溶解，移入容量瓶中进行干过滤，滤液与标准系列同在原子

吸收光谱仪上测定吸收度。根据标准曲线查出铜的质量(mg),计算含量。

5.2.11.2 分析步骤

5.2.11.2.1 标准曲线的绘制

以 10 mL 滴定管准确分取硝酸铜标准溶液(5.2.3.1.48)0 mL,0.5 mL、1 mL、2 mL、3 mL、4 mL、6 mL、8 mL,分别置于 50 mL 容量瓶中,以水稀至刻度,摇匀,在原子吸收光谱仪上按仪器说明书规定的技术条件调试仪器并分别测定吸收度,绘制标准曲线。

5.2.11.2.2 试样的测定

准确称取 0.500 0 g 试样放入 200 mL 烧杯中,以水润湿试样后加盐酸(5.2.3.1.2)15 mL 加热分解,待硫化氢气体逸出后加硝酸(5.2.3.1.3)5 mL,继续加热分解试样并蒸至湿盐状,取下烧杯,加 5 mL 盐酸(5.2.3.1.2)和 5 mL 水,加热溶解盐类,移入 50 mL 容量瓶后以水稀释至刻度,摇匀,进行干过滤。滤液与标准系列一同在原子吸收光谱仪上测定吸收度。

5.2.11.3 结果计算

铜的质量分数 X_{15} (%)按式(23)计算:

$$X_{15} = \frac{m_{11}}{m_0 \times 1\,000} \times 100 \quad \dots\dots\dots(23)$$

式中:

m_{11} ——自标准曲线查得铜的质量,单位为毫克(mg);

m_0 ——试样质量,单位为克(g)。

5.2.11.4 精密度

在重复性条件下获得的两次独立测试结果的绝对差值不大于这两个测定值的算术平均值的 20%,以大于这两个测定值的算术平均值的 20%的情况不超过 5%为前提。

5.3 物理性能和水分的测定

5.3.1 试样制备

除试验方法有特殊规定外,按 5.2.1.1 和 5.2.2 制备试样。

5.3.2 二苯胍吸着率的测定

5.3.2.1 方法提要

借二苯胍溶于乙醇呈碱性反应之特性,以酸碱滴定法测定二苯胍乙醇溶液与试样作用前后之不同碱量,计算试样的二苯胍吸着率。

5.3.2.2 试剂和仪器设备

- a) 0.01 mol/L 二苯胍乙醇溶液(以体积分数为 95%乙醇配制)。
- b) 0.01 mol/L 盐酸。
- c) 0.1%(质量分数)溴甲酚绿-0.2%(质量分数)甲基红混合指示剂,(三份 0.1%溴甲酚绿指示剂与一份 0.2%甲基红指示剂混合)。
- d) 移液管:25 mL、50 mL。
- e) 酸式滴定管:50 mL。
- f) 具塞三角瓶:250 mL。
- g) 振荡机:振荡频率 243 次/min。
- h) 分析天平:感量 0.1 mg。
- i) 漏斗、滤纸。

5.3.2.3 测定步骤

称取 1.000 g 试样,放于 250 mL 烘干的具塞三角瓶中,以移液管准确加入二苯胍乙醇溶液 50 mL,加塞,于振荡机上摇振 30 min,取下进行干过滤(漏斗及滤液盛接容器上均加盖表面皿,以减少乙醇的挥发),最初 5 mL 滤液弃去。

用移液管准确吸取滤液 25 mL 于另一三角瓶中,加混合指示剂 4 滴,以 0.01 mol/L 盐酸进行滴定,溶液由翠绿经灰白突变为酒红色为终点。随同试样作空白试验。

5.3.2.4 结果计算

二苯胍吸着率 w_1 (%)按式(24)进行计算:

$$w_1 = \frac{V_0 - V}{V_0} \times 100 \quad \dots\dots\dots (24)$$

式中:

V_0 ——滴定空白消耗 0.01 mol/L 盐酸体积,单位为毫升(mL);

V ——滴定试样消耗 0.01 mol/L 盐酸体积,单位为毫升(mL)。

所得结果修约至二位小数。

5.3.2.5 复验规则

同一试样两次测定结果绝对误差不得大于 0.5%。

当测定结果在允许误差范围内时,取两者算术平均值为试验报告值,如测定结果超过允许误差,应另行称样进行复验。

复验结果与原测定之任一结果绝对误差不超过 0.5%时,取其算术平均值作为试验报告值。

5.3.3 pH 值的测定

5.3.3.1 方法提要

试样分散于一定量的水中,经搅拌,用酸度计测定泥浆的酸碱度,其量值以 pH 值表示。

5.3.3.2 仪器设备

- a) 酸度计:精度 0.1 pH。
- b) 烧杯:50 mL,250 mL。
- c) 天平:感量 0.1 g。
- d) 电动搅拌器。

5.3.3.3 测定步骤

称取 10.0 g 试样,放入 250 mL 烧杯中,加 100 mL pH 为 6.8~7.2 的蒸馏水,以电动搅拌器搅拌 5 min,将部分悬浮液移入 50 mL 烧杯中,用酸度计测定悬浮液 pH 值。

所得结果表示至一位小数。

5.3.3.4 复验规则

同一试样两次测定结果绝对误差不大于 0.2。

当测定结果在允许误差范围内时,取两者算术平均值作为试验报告值,如测定结果超过允许误差,应另行称样复验,复验结果与原测定之任一结果误差不大于 0.2 时,取其算术平均值作为试验报告值。

5.3.4 白度的测定

5.3.4.1 1 280℃烧成样品的制备

称取用 5.2.2 方法制备成的样品约 100 g,置入瓷坩埚中煅烧缓慢升温至 1 280℃,并保温 60 min,自然冷却至室温,再次按 5.2.2 方法制备得到 1 280℃烧成白度的测试样品。

5.3.4.2 测定白度和烧成白度按 GB/T 5950 进行。

5.3.5 水分的测定

5.3.5.1 方法提要

试样在 105℃~110℃条件下烘干,根据吸附水挥发量的多少计算试样水分含量。

5.3.5.2 仪器设备

- a) 搪瓷盘。
- b) 恒温干燥箱。
- c) 天平:感量 1 g,1 mg。

- d) 称量瓶。
- e) 干燥器。

5.3.5.3 测定步骤

5.3.5.3.1 块状试样

称取 500 g~1 000 g 试样,准确到 2 g,放入已称量的搪瓷盘中,将搪瓷盘放入恒温干燥箱于 105℃~110℃烘 3 h。取出冷却至室温,称量,以后每烘 1 h 冷却称量一次,直到两次称量差不大于 2 g 止。

5.3.5.3.2 粉状试样

称取约 10 g 试样,精确至 0.001 g,放入已称量的称量瓶中,将称量瓶放入恒温干燥箱于 105℃~110℃烘 2 h,加盖取出放入干燥器中冷却至室温,称量,以后每烘 1 h 称量一次,直至两次称量差不大于 0.002 g 止。

5.3.5.4 结果计算

水分含量(质量分数) w_2 (%) 按式(25)进行计算:

$$w_2 = \frac{m_1 - m_2}{m_0} \times 100 \quad \dots\dots\dots(25)$$

式中:

- m_1 ——烘干前试样及搪瓷盘或称量瓶质量,单位为克(g);
- m_2 ——烘干后试样及搪瓷盘或称量瓶质量,单位为克(g);
- m_0 ——试样质量,单位为克(g)。

所得结果修约至一位小数。

5.3.5.5 复验规则

同一试样两次测定结果块状试样绝对误差不大于 0.5%,粉状试样绝对误差不大于 0.1%。当测试结果在允许误差范围内时,取两者算术平均值作为试验报告值,如测定结果超过允许误差应另行称样复验,复验结果与原测定之任一结果误差不大于规定误差时,取其算术平均值作为试验报告值。

5.3.6 筛余量的测定

5.3.6.1 干筛法(适用于颗粒直径大于 0.1 mm 的试样)

5.3.6.1.1 方法提要

试样通过标准规定孔径的试样筛后,对筛上剩余物进行称量,计算筛余物百分含量。

5.3.6.1.2 仪器设备

- a) 试样筛:应符合 GB/T 6003.1 的规定。
- b) 中楷羊毛笔:毛长 25 mm~30 mm。
- c) 天平:感量 0.1 mg。

5.3.6.1.3 测定步骤

称取约 10 g 试样,精确至 0.01 g,放入按产品标准规定选用的试样筛内。手持筛子的上端轻轻摇动,用中楷羊毛笔将试样轻轻刷下,直至无粉粒下落为止,然后将剩余物仔细刷出称量,精确至 0.1 mg。

5.3.6.1.4 结果计算

干筛法筛余量(质量分数) w_3 (%)按式(26)进行计算:

$$w_3 = \frac{m}{m_0} \times 100 \quad \dots\dots\dots(26)$$

式中:

- m ——筛余物质量,单位为克(g);
- m_0 ——试样质量,单位为克(g)。

所得结果修约至二位小数。

5.3.6.1.5 复验规则

同一试样两次测定结果平均相对误差不得大于 15%。当测定结果在允许误差范围内时,取其算术平均值为试验报告值,如测定结果超过允许误差,应另行称样复验,复验结果与原测定之任一结果平均相对误差不大于 15%时,取其算术平均值作为试验报告值。

5.3.6.2 湿筛法(适用于颗粒直径小于 0.1 mm 的试样)

5.3.6.2.1 方法提要

试样经搅拌分散后,移入产品标准规定孔径的筛内,试样筛应符合 GB/T 6003.1 中的规定,以压力为 0.03 MPa~0.05 MPa 的水冲洗旋转筛,筛上物经干燥后称量,计算筛余物含量。

5.3.6.2.2 试剂和仪器设备

- a) 六偏磷酸钠溶液(质量分数):10%。
- b) 恒温干燥箱。
- c) 电动搅拌器。
- d) 带旋转筛座的试样筛:应符合 GB/T 6003.1 的规定。
- e) 中楷羊毛笔:毛长 25 mm~30 mm。
- f) 喷头:可控制水压在 0.03 MPa~0.05 MPa。
- g) 天平:感量 0.1 g,0.1 mg。

5.3.6.2.3 测定步骤

称取约 100 g 试样,精确至 0.1 g,放于适当容器中,加六偏磷酸钠溶液 10 mL 及水 400 mL,浸泡 10 min,将容器置于搅拌机下以 1 200 r/min 转速搅拌 30 min,以水冲净搅拌叶片后取出容器。

将容器内的悬浮液和沉淀物全部倒入置于水池内的旋转筛中,洗净容器并控制水压在 0.03 MPa~0.05 MPa 范围内,连续冲洗筛内残余物,直至筛座下溢出的全部是清水时为止。

将试样筛从筛座上取下,于 105℃~110℃的恒温干燥箱内烘 1 h,取出冷却,用毛笔刷出筛中残余物,进行称量,精确至 0.1 mg。

5.3.6.2.4 结果计算

湿筛法筛余量(质量分数) w_4 (%)按式(27)进行计算:

$$w_4 = \frac{m}{m_0} \times 100 \quad \dots\dots\dots(27)$$

式中:

m ——筛余物质量,单位为克(g);

m_0 ——试样质量,单位为克(g)。

所得结果修约至三位小数。

5.3.6.2.5 复验规则

同一试样两次测定结果平均相对误差不得大于 25%。当测定结果在允许误差范围内时,取其算术平均值为试验报告值,如测定结果超过允许误差,应另行称样复验,复验结果与原测定之任一结果平均相对误差不大于 25% 时,取其算术平均值作为试验报告值。

5.3.7 沉降体积的测定

5.3.7.1 方法提要

试样加水浸润后经充分振荡,使试样均匀分散于水中,经一定时间后观察试样沉降所占的体积大小。

5.3.7.2 仪器设备

- a) 具塞量筒:100 mL(每刻度 1 mL)。
- b) 天平:感量 0.1 g。
- c) 振荡机:振荡频率 243 次/min。

5.3.7.3 测定步骤

准确称取 10.0 g 试样,仔细倒入预先盛有 40 mL 蒸馏水的具塞量筒中,以少量 L 蒸馏水冲洗筒壁,轻轻摇动量筒数次,使试样完全浸润,静置 10 min,以 L 蒸馏水稀释至 100 mL,盖好玻塞,将具塞量筒水平固定于振荡机上,振荡 2 min,取下量筒,竖立静置 3 h,读取试样沉降毫升数。

5.3.7.4 结果计算

沉降体积 w_5 (mL/g)按式(28)进行计算:

$$w_5 = \frac{V_1}{m_0}$$

.....(28)

式中:

V_1 ——试样沉降后所占体积,单位为毫升(mL);

m_0 ——试样质量,单位为克(g)。

所得结果修约至一位小数。

5.3.7.5 复验规则

同一试样两次测定结果绝对误差不得大于 0.5 mL/g。当测定结果在允许误差范围内时,取两者算术平均值作为试验报告值,如测定结果超过允许误差,应另行称样复验,复验结果与原测定之任一结果误差不大于 0.5 mL/g 时,取其算术平均值作为试验报告值。

5.3.8 分散沉降物的测定

5.3.8.1 方法提要

在有分散剂存在的条件下,加水将试样制成均匀分散体,由于细粒级非塑性物质不受分散剂影响,经一定时间后沉积于容器底部,根据沉积量的多少计算分散沉降物含量。

5.3.8.2 试剂和仪器设备

- a) 六偏磷酸钠溶液(质量分数):10%。
- b) 烧杯:50 mL,600 mL(距杯底 5 cm 高度处有刻度标记)。
- c) 天平:感量 0.1 g,0.1 mg。
- d) 恒温干燥箱。
- e) 电动搅拌器。

5.3.8.3 测定步骤

称取约 50 g 试样,精确至 0.1 g,放入适当容器中,加 10%(质量分数)六偏磷酸钠溶液 10 mL,加水 200 mL,浸泡 10 min 后,将容器置于电动搅拌器下以 1 700 r/min 转速搅拌 30 min,用水洗净搅拌叶片后取出容器,将容器内的悬浮液和沉淀物全部移入 600 mL 烧杯内,洗涤容器的水也倒入该烧杯内。向烧杯内加水稀释至 500 mL 刻度处,用玻璃棒将悬浮液搅匀后放置 1 min,仔细将上层浑浊液慢慢倒出,注意防止将杯底沉淀物倒出。再加水至刻度,同上操作直至加入的清水不再出现浑浊止。

仔细将杯中清水倒出,将沉淀物全部移至已知质量(准确到 0.1 mg)的 50 mL 烧杯中,将沉淀物冲洗干净后放置 1 min,仔细倒出烧杯上层清水,将烧杯置于恒温干燥箱中于 105℃~110℃烘干,取出置于干燥器中冷至室温,称量(准确到 0.1 mg)。

5.3.8.4 结果计算

分散沉降物含量(质量分数) w_6 (%)按式(29)进行计算:

$$w_6 = \frac{m_4 - m_3}{m_0} \times 100$$

.....(29)

式中:

m_4 ——沉降物及烧杯质量,单位为克(g);

m_3 ——烧杯质量,单位为克(g);

m_0 ——试样质量,单位为克(g)。

所得结果修约至二位小数。

5.3.8.5 复验规则

同一试样两次测定结果平均相对误差不得大于 20%。当测定结果在允许误差范围内时,取两者算术平均值作试验报告值,如测定结果超过允许误差,应另行称样复验,复验结果与原测定之任一结果平均相对误差不大于 20%时,取其算术平均值作为试验报告值。

5.3.9 悬浮度的测定

5.3.9.1 方法提要

试样经加水搅拌成均匀分散体后移入 1 000 mL 量筒中,经一定时间后,观察由于泥浆沉降出现之清液面体积大小。

5.3.9.2 仪器设备

- a) 量筒:1 000 mL(每刻度不大于 10 mL)。
- b) 烧杯:600 mL。
- c) 恒温干燥箱。
- d) 天平,感量 0.1 g。
- e) 搅棒:上形漏板状。
- f) 电动搅拌器。

5.3.9.3 测定步骤

准确称取于 105℃~110℃烘干的块状试样 30.0 g,将块样破碎成最大尺寸不大于 5 mm 的细粒置于 600 mL 烧杯中,加蒸馏水 200 mL 浸泡 10 min,将烧杯置于搅拌器下以 1 200 r/min 的转速搅拌 10 min,用蒸馏水洗净搅拌叶片取出烧杯,将杯中悬浮液全部移入 1 000 mL 量筒中,用蒸馏水洗净烧杯并稀释至刻度,以专用搅棒(上形漏板状)上下搅动 0.5 min,取出搅棒静置 20 min,读取上层清液毫升数。

5.3.9.4 复验规则

同一试样两次测定结果绝对误差不得大于 10 mL。当测定结果在允许误差范围内时,取其算术平均值作为试验报告值,如测定结果超过允许误差,应另行称样复验,复验结果与原测定之任一结果误差不大于 10 mL 时,取其算术平均值作为试验报告值。

5.3.10 粒度的测定(适用于颗粒直径小于 45 μm 试样)

5.3.10.1 方法提要

将试样预分散成均匀悬浮体,根据 Stokes 定律以 Andreasen 移液管法测定各当量球径粒级含量。

5.3.10.2 试剂和仪器设备

- a) 六偏磷酸钠溶液(质量分数):10%。
- b) 氢氧化铵(1+1)。
- c) 蒸馏水。
- d) 恒温干燥箱。
- e) 烧杯:250 mL。
- f) 超声波振荡器(功率 250 W,频率 26 kHz)
- g) Andreasen 沉降瓶(零位沉降高度 20 cm,总体积约 550 mL)。
- h) 恒温干燥箱。
- i) 吸气球。
- j) 电炉。
- k) 干燥器。
- l) 天平:感量 0.1 mg。

m) 烧杯:50 mL。

5.3.10.3 测定步骤

称取约 5 g 试样,精确到 0.001 g,放入 250 mL 烧杯中,加 10%(质量分数)六偏磷酸钠溶液 10 mL 及氢氧化铵(1+1)0.5 mL,加水稀释至 100 mL 搅匀,将烧杯置于超声波振荡器内振荡 15 min,取出烧杯,将杯中悬浮液全部移入沉降瓶中,洗净烧杯,以水稀释至沉降瓶上部刻度下 5 mm 处。

将沉降瓶移液管插入沉降瓶中并转动三通活塞使移液管与沉降瓶接通,用吸气球将悬浮液吸至三通活塞处,转动三通活塞使移液管与沉降瓶断路,提起移液管少许,逐滴加水使插入移液管后悬浮液正好达到刻度高度,将沉降瓶静置 2 h 使与室温平衡,转动三通活塞使移液管与沉降瓶接通,由移液管上口加压将移液管三通活塞以下悬浮液压入沉降瓶中,关闭三通活塞。

用手指封闭沉降瓶出气孔,将沉降瓶用力摇动 2 min,将沉降瓶直立于台面后转动三通活塞使移液管与沉降瓶接通,立即吸取 10 mL 悬浮液由三通活塞侧口放入已知质量(准确到 0.1 mg)的 50 mL 烧杯中,用水洗净移液管,洗涤液一并放入烧杯中,将沉降瓶再次摇动 1 min 直立后立即记录沉降起始时间。

同上操作按预先计算好的时间(沉降时间计算方法见附录 A)分别定时吸取不同粒级悬浮液于各已知质量的烧杯中,将小烧杯放于电炉上蒸发至近干后放入恒温干燥箱于 105℃~110℃烘 1 h,将烧杯取出放入干燥器中冷却至室温,称量。

吸取悬浮液时如超过移液管刻度,可将多余悬浮液放回沉降瓶,但操作必须缓慢进行防止沉降物泛起。

吸取悬浮液不宜过快,一般控制在 15 s~20 s 范围内。

在测试过程中应保持温度变化不超过 1℃。

为达到充分分散的目的,根据不同试样特性,可调整分散剂加入量或选用其他分散剂和分散方法。

5.3.10.4 结果计算(见附录 A)

小于 D_1 的颗粒含量(质量分数) w_7 (%)按式(30)进行计算:

$$w_7 = \frac{m_7 - m_6}{m_5 - m_6} \times 100 \quad \dots\dots\dots(30)$$

小于 D_2 的颗粒含量(质量分数) w_8 (%)按式(31)进行计算:

$$w_8 = \frac{m_8 - m_6}{m_5 - m_6} \times 100 \quad \dots\dots\dots(31)$$

以此类推。

式中:

- m_5 ——零位吸取悬浮液干量,单位为克(g);
- m_6 ——分散剂空白干量,单位为克(g);
- m_7 ——零位后第一次吸取悬浮液干量,单位为克(g);
- m_8 ——零位后第二次吸取悬浮液干量,单位为克(g)。

所得结果修约至一位小数。

5.3.10.5 复验规则

同一试样小于某粒级累计含量两次测定结果绝对误差不得大于 3%。测定结果在允许误差范围内时,取两者的算术平均值作为试验报告值,如测定结果超过允许误差,应另行称样复验,复验结果与原测定之任一结果绝对误差不大于 3%时,取其算术平均值作为试验报告值。

5.3.10.6 代用方法

在实际应用时,为提高测试效率,可以使用依据离心、沉降、光散射原理制作的各类粒度仪快速检验,有分歧时用上述沉降瓶法仲裁复验。

5.3.11 粘度浓度的测定

5.3.11.1 方法提要

试样在最佳分散条件下测定试样在不同固含量时的粘度值 η (mPa · s), 由于 $1/\sqrt{\eta}$ 与 c (试样浓度, %) 呈负相关关系, 根据相应固含量和粘度值计算试样在 500 mPa · s 时的固含量。

5.3.11.2 试剂和仪器设备

- a) 六偏磷酸钠溶液(质量分数):10%。
- b) 氢氧化铵(1+1)。
- c) 聚丙烯酸钠溶液(体积分数):20%。
- d) 蒸馏水。
- e) 恒温干燥箱。
- f) 天平:感量 0.1 g。
- g) 烧杯:100 mL(高型)、200 mL。
- h) 滴定管:25 mL。
- i) 电动搅拌器。
- j) 旋转式粘度计。

5.3.11.3 测定步骤

5.3.11.3.1 试样流动固含量的测定

准确称取 20.0 g 试样,放入 200 mL 烧杯中,加入 10%(质量分数)六偏磷酸钠溶液 1 mL,氢氧化铵(1+1)1 滴及水 4 mL,用搅棒搅匀。然后用滴定管加水,每加 0.2 mL 水搅匀并用搅棒试挑悬浮液一次,直到悬浮液用搅棒挑起刚能顺搅棒连续流下为止。

试样流动固含量 w_9 (%)按式(32)进行计算:

$$w_9 = \frac{20}{\text{悬浮液总量}} \times 100 \quad \dots\dots\dots (32)$$

5.3.11.3.2 最佳分散剂用量试验

将 200.0 g 烘干的试样分成 100.0 g,65.0 g 和 35.0 g 三份备用。

先将 100.0 g 试样倒入搅拌容器中,加 10%六偏磷酸钠溶液 3 mL 和氢氧化铵(1+1)0.5 mL 并按“流动固含量加 2%”计算加水量加入容器中,将电动搅拌器逐渐调到转速为(3 000~4 000) r/min 并保持这一转速,继续向容器中加入 65.0 g 试样,分散后再加入 35.0 g 试样,直至分散完全。

如在加入 65.0 g 试样时有分散不开情况出现,可向悬浮液中补加 20%聚丙烯酸钠 2 mL 搅拌并继续加样分散;如在加入 35.0 g 试样时有分散不开现象出现,可加 20%聚丙烯酸钠 1 mL 继续搅拌直至分散完全。

对粘度特别大的试样两次加入聚丙烯酸钠溶液后仍不能完全分散,则以每次降低 0.5%固含量的方式逐次加水以促使分散完全。

将完全分散后的悬浮液在 3 000 r/min 转速下搅拌 10 min,取下在 60 r/min 测定粘度值(不管粘度值能否测出均继续以下操作)。

将测定粘度后的悬浮液全部移入搅拌容器中,以滴定管向泥浆中每加 20%聚丙烯酸钠 0.1 mL 搅匀测定一次粘度,直至取得最低粘度值。记录最低粘度值时加水量及所加各分散剂总量。

5.3.11.3.3 粘度浓度的测定

将根据第 5.3.11.3.2 条试验得出的最低粘度值时的加水量及各分散剂总量加入搅拌容器中,在不断搅拌下慢慢加入 200.0 g 试样,加完试样后在 3 000 r/min 转速下搅拌 10 min,将泥浆移入 100 mL 高型烧杯中在 60 r/min 下测定粘度值 η_1 (此时固含量 S_1 可根据所加试剂及水量计算求得)。

将测定粘度后的悬浮液全部返回搅拌容器中,加水 10 mL 以电动搅拌器搅匀后再测定粘度值 η_2 , 并取部分悬浮液以烘干法测定固含量 S_2 。

粘度浓度测定中,两次粘度测定均应在 24℃±1℃条件下进行并在 20 min 内完成。

操作过程中出现以下情况,分别处理:

- a) 试样完全分散后如连续两次加入调节分散剂均测不出粘度,应以每次降低 0.5%固含量的方式逐次加水直到刚可测出粘度值止,此后继续进行下步操作。
- b) 对粘度特别低的试样进行最佳分散剂用量试验时,初始分散剂 10%六偏磷酸钠加入 1 mL~2 mL,加水量按“流动固含量加 3%”进行计算,以 25%(质量分数)六偏磷酸钠或 10%(体积分数)聚丙烯酸钠进行调节。

注:为达到试样充分分散的目的,根据不同试样特性也可选用其他分散剂进行分散。

5.3.11.4 结果计算

粘度浓度含量 w_{10} (%)按式(33)进行计算:

$$w_{10} = S_1 - \frac{(S_1 - S_2)(1/\sqrt{\eta_1} - 1/\sqrt{500})}{1/\sqrt{\eta_1} - 1/\sqrt{\eta_2}} \dots\dots\dots(33)$$

式中:

- S_1 ——测定 η_1 时的固含量(计算值), %;
- S_2 ——测定 η_2 时的固含量(测定值), %;
- η_1 ——固含量为 S_1 时测定的粘度值,单位为厘泊/秒(mPa·s);
- η_2 ——固含量为 S_2 时测定的粘度值,单位为厘泊/秒(mPa·s)。

5.3.11.5 复验规则

同一试样两次测定结果绝对误差不得大于 0.5%。当测定结果在允许误差范围内时,取其算术平均值作为试验报告值,如测定结果超过允许误差应另行称样复验,复验结果与原测定之任一结果误差不大于 0.5%时,取其算术平均值作为试验报告值。

5.3.12 吸油量的测定

高岭土的吸油量的测定,按 GB/T 5211.15 进行。

5.3.13 遮盖力的测定

高岭土的遮盖力的测定,按 GB/T 5211.17 进行。

5.3.14 在有机体系中的分散性的测定

高岭土在有机体系中的分散性的测定,按 GB/T 9287 进行。

6 检验规则

6.1 组批与抽样

6.1.1 袋装产品以 2 000 袋为一批(不足 2 000 袋按一批计),按表 12 规定进行随机抽样。块状产品每袋取样不少于 2 kg;粉状产品每袋取样不少于 100 g。

表 12 袋装产品随机取样表

批装运量/袋	<100	100~500	501~1 000	1 001~2 000
取样量/袋	5~10	15	20	30

6.1.2 散装产品以 30 t 为取样单位(不足 30 t 按 30 t 计),在矿堆之不同部位进行随机取样,取样点不应少于 20 个,每点取样 2 kg。大于 30 t 时,将各个取样单位的样品混合作为总混合试样。

6.2 样品加工

6.2.1 将所取块状试样全部混合,将试样破碎至最大尺寸不超过 30 mm,混匀,以四分法缩分一次(装运量 500 袋以上或散装 30 t 以上缩分两次)。将缩分后试样继续破碎至最大尺寸不超过 10 mm,混匀,再缩分至最后试样为 2 kg。取 1 kg 送试验室,其余部分封存备查。

6.2.2 粉状试样可直接混匀,以四分法缩分至最后试样为 0.5 kg。取 0.25 kg 送试验室,其余部分封存备查。

6.3 检验分类

6.3.1 出厂检验

出厂检验项目应符合表 13 规定。

表 13 出厂检验项目

产 品 代 号	出 厂 检 验 项 目
ZT-0A~ZT-3	白度、小于 2 μm 含量、分散沉降物、粘度浓度、Al ₂ O ₃
ZT-(D)1~ZT-(D)2	白度、小于 2 μm 含量、45 μm 筛余量、分散沉降物、Al ₂ O ₃
TT-0~TT-2	外观、Fe ₂ O ₃ 、Al ₂ O ₃ 、悬浮度
XT-0~XT-2	沉降体积、125 μm 筛余量、水分
XT-(D)0~XT-(D)2	白度、小于 2 μm 含量、45 μm 筛余量、Al ₂ O ₃
TC-0~TC-3	外观、Fe ₂ O ₃ 、TiO ₂ 、Al ₂ O ₃
TL-1~TL-3	白度、水分、小于 10 μm 含量、45 μm 筛余量、Al ₂ O ₃
TL-(D)1~TL-(D)3	白度、小于 10 μm 含量、45 μm 筛余量、Al ₂ O ₃

6.3.2 型式检验

型式检验项目为第 4 章规定的所有项目。有下情况之一时,应进行型式检验:

- a) 正常生产情况下一年进行一次;
- b) 当矿源质量波动较大时;
- c) 加工工艺变更时;
- d) 长期停产后刚恢复生产时;
- e) 出厂检验结果与上次型式检验结果有较大差异时;
- f) 国家质量监督机构提出型式检验要求时。

6.4 判定规则

产品的各项质量指标全部符合第 4 章的要求时,判定该批产品合格。当产品的某项质量指标不符合第 4 章的要求时,应重新抽样复验不合格项,若复验结果全部符合第 4 章的要求时,仍判定该批产品合格;若复验结果至少有一项不符合第 4 章的要求时,则判定该批产品不合格。

7 标志、包装、运输和贮存

7.1 标志

袋装产品外包装袋上均应有产品名称、生产单位名称、净重等标志。

产品应附“质量检验证书”,质量检验证书内容包括:

- a) 生产企业的名称;
- b) 产品名称和代号;
- c) 质量检验证书号码和日期;
- d) 批发货量;
- e) 产品检验和测试结果;
- f) 标准编号。

7.2 包装

袋装产品可以内衬塑料薄膜的塑料编结袋、以单层塑料编结袋、涂塑袋、各种类型纸袋进行包装,不

能造成显著的粉尘外漏,每袋净重 $50\text{ kg}\pm 1\text{ kg}$ 或 $25\text{ kg}\pm 0.5\text{ kg}$ 。需方如有特殊要求可按协议进行。

经双方协商可由需方自备包装物进行包装或散装。

7.3 运输和贮存

7.3.1 各种运输工具均应有防雨设施,防止产品受潮。

7.3.2 产品贮存、中转堆放应有防雨设施,防止产品受潮。

7.3.3 装卸过程中应小心轻放,严禁抛掷和用钩子提拉。严防铁屑、煤屑、黄砂等杂质污染。

附 录 A
(规范性附录)
粒度测定沉降时间计算方法

A.1 根据 Stokes 定律求某极限 Stokes 直径颗粒沉降所需时间,按式(A.1)进行计算:

$$t = \frac{18\eta \cdot h}{(\sigma - \rho)g \cdot d^2} \times 10^8 \dots\dots\dots (A.1)$$

式中:
T——某极限 Stokes 直径颗粒所需沉降时间,单位为秒(s);
η——介质粘度,单位为 0.1 帕秒(1/10 Pa · s);
h——沉降高度,单位为厘米(cm);
σ——试样密度,单位为克每立方厘米(g/cm³);
ρ——介质密度,单位为克每立方厘米(g/cm³);
g——重力加速度,单位为厘米每平方秒(cm/s²);
d——所求极限 Stokes 直径,单位为微米(μm)。

A.2 高岭土以水作分散介质时,不同温度下所需沉降时间可按式(A.2)~式(A.7)进行计算:

$$t_{15} = 13\,000h/d^2 \dots\dots\dots (A.2)$$
$$t_{18} = 12\,100h/d^2 \dots\dots\dots (A.3)$$
$$t_{20} = 11\,500h/d^2 \dots\dots\dots (A.4)$$
$$t_{22} = 10\,800h/d^2 \dots\dots\dots (A.5)$$
$$t_{25} = 10\,200h/d^2 \dots\dots\dots (A.6)$$
$$t_{30} = 9\,200h/d^2 \dots\dots\dots (A.7)$$

A.3 悬浮液每吸取一次,沉降高度下降 0.4 cm~0.5 cm,准确数值应以所用仪器反复试验确定。

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
高岭土及其试验方法
GB/T 14563—2008

*

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 2.25 字数 60 千字
2008年5月第一版 2008年5月第一次印刷

*

书号: 155066 · 1-31276

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



GB/T 14563-2008