ICS 25.100.70
J 43

JB

中华人民共和国机械行业标准

JB/T 7997－1999

www.17jzw.com

石榴石　化学分析方法

www.17bzw.cn
www.17jzw.net
www.3x888.com

1999-05-20 发布　　**2000-01-01** 实施

国 家 机 械 工 业 局　　发 布

标准资料收藏家www.17bzw.cn**易启标准网免费提供十万标准书籍资料下载**
会打字、5**分钟快速自助建网站**www.17jzw.com**易启建站网免费提供建站平台，商业网站**1**年仅**60**元**

www.17jzw.com
www.17bzw.cn
www.17jzw.net
www.3x888.com

前　言

本标准是对 JB/T 7997—95（原 GB 11267—89）《石榴石　化学分析方法》的修订。

本标准与 JB/T 7997—95 的技术内容一致，仅按有关规定进行了重新编辑。

本标准自实施之日起代替 JB/T 7997—95。

本标准由全国磨料磨具标准化技术委员会提出并归口。

本标准起草单位：郑州磨料磨具磨削研究所。

本标准主要起草人：陈文玉、葛素萍。

www.17jzw.com
www.17bzw.cn
www.17jzw.net
www.3x888.com

标准资料收藏家www.17bzw.cn易启标准网免费提供十万标准书籍资料下载
会打字、5分钟快速自助建网站www.17jzw.com易启建站网免费提供建站平台，商业网站1年仅60元

中华人民共和国机械行业标准

JB/T 7997—1999

石榴石　化学分析方法

代替 JB/T 7997—95

1　范围

本标准规定了石榴石中二氧化硅，三氧化二铝，三氧化二铁，二氧化钛，氧化亚铁，氧化钙，氧化镁及氧化锰的测定方法。

本标准适用于石榴石磨料及块状石榴石的化学成分的测定。

2　引用标准

下列标准所包含的条文，通过在本标准中引用而构成为本标准的条文。本标准出版时，所示版本均为有效。所有标准都会被修订，使用本标准的各方应探讨使用下列标准最新版本的可能性。

GB/T 4676—1984　普通磨料取样方法

3　一般规定

3.1　仲裁分析时，同一试样平均份数不得少于三份，分析结果的差值在允许范围内，取其算术平均值为最终分析结果。

3.2　除特殊规格外，分析用试剂均不应低于分析纯。作基准者，应采用基准试剂或高纯试剂。

3.3　除已指明溶剂外，所载溶液均系水溶液。

3.4　未注明浓度的液体试剂，均指浓溶液，如盐酸（相对密度 1.19）、氨水（相对密度 0.90）。未注明的固体试剂，如碳酸钠等，均指原试剂。

3.5　溶液的百分浓度系指 100 mL 溶液中含溶质的克数，（1+1）、（1+2）……（$m+n$）等系指溶质体积与水体积之比。

3.6　配制试剂及分析用水，除特殊说明者外，均为蒸馏水或去离子水。

3.7　所用分析天平，除特殊者外，其感量应达到 0.1 mg。分析天平、砝码及容量器皿均须进行校正。

3.8　所有操作，除特殊说明外，均在玻璃器皿中进行。

3.9　所载“灼烧至恒重”，系指经过连续两次灼烧并于干燥器中冷却至室温后，两次称量之差不超过 0.2 mg。

3.10　所载“干过滤”系指溶液用干滤纸、干漏斗，过滤于干的容器中，干过滤时应弃去最初的滤液。

3.11　试样的取样，按 GB/T 4676。

3.12　粗于 100 号粒度的试样，先用四分法缩分至 15 ~ 20 g，用刚玉研钵研细至全部通过 150 μm 筛（对测定氧化亚铁的试样，则应另通过 80 μm 筛），混合均匀，装入试样袋中，细于 100 号粒度的试样，用四分法缩分至 20 g，装入试样袋中，立即置于干燥器内备用。

4　二氧化硅的测定

4.1　方法提要

试样用硼砂–碳酸钠混合熔剂熔融分解，以盐酸浸出后，蒸发至湿盐状态，加入动物胶使硅酸凝聚，

国家机械工业局 1999-05-20 批准　　2000-01-01 实施

标准资料收藏家www.17bzw.cn易启标准网免费提供十万标准书籍资料下载
会打字、5分钟快速自助建网站www.17jzw.com易启建站网免费提供建站平台，商业网站1年仅60元

www.17jzw.com
www.17bzw.cn
www.17jzw.net
www.3x888.com

将其灼烧至恒重，用氢氟酸和硫酸处理，使硅以四氟化硅逸去，再灼烧至恒重。氢氟酸处理前后重量之差为二氧化硅。用硅钼蓝分光光度法测定滤液中残余的二氧化硅。与前者相加，即得出试样中二氧化硅的含量。

4.2 试剂

4.2.1 硼砂–碳酸钠混合熔剂：（1+1）。

称取一份硼砂与一份碳酸钠于玛瑙研钵中研细、混匀，贮存于广口瓶中。

4.2.2 盐酸：（20+80）。

4.2.3 钼酸铵溶液：5%。

4.2.4 对硝基苯酚指示剂 0.2%乙醇溶液。

4.2.5 硫酸亚铁铵溶液：6%。

4.2.6 草硫混合酸溶液：（1+1）。

量取（5%）草酸溶液一份与（1+3）的硫酸溶液一份混合均匀。

4.2.7 二氧化硅标准溶液：1 mL 含二氧化硅 0.03 mg。

称取经 1000℃灼烧过的二氧化硅（高纯试剂）0.3000 g 于铂坩埚中，加入无水碳酸钠（基准试剂）3 g 混匀，加盖送入高温炉中，在 850~900℃熔融 20~30 min，取出，用热水浸取，冷却后，移入 1000 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀，立即移入已预先洗净并干燥过的塑料瓶中，贮存，此溶液 1 mL 含二氧化硅 0.3 mg。

取上述二氧化硅溶液 100 mL 于 1000 mL 容量瓶中，用（5+95）的硫酸溶液中和至微酸性，用水稀释至刻度，摇匀，即为二氧化硅标准溶液，1 mL 含二氧化硅 0.03 mg。

4.2.8 空白溶液

称取 4g 混合熔剂于铂坩埚中，在 1000℃的高温炉中熔融 10 min，取出、冷却，以（20+80）的盐酸溶液 100 mL 加热浸取，移入 250 mL 容量瓶中，冷却，用水稀释至刻度，摇匀。

4.3 工作曲线的绘制

取空白溶液八份各 5 mL，分别放入八个 100 mL 容量瓶中，用微量滴管依次加入二氧化硅标准溶液（0.03 mg/mL）0.00，0.50，1.00，2.00，4.00，6.00，8.00，10.00 mL，加水 10 mL，加 5%钼酸铵溶液 5 mL，摇匀后，放置 10~15 min，边摇动边加入（1+1）的草硫混合酸 20 mL，迅速加入 6%硫酸亚铁铵 5 mL，用水稀释至刻度，摇匀。用水作参比，在分光光度计上，于波长 690 nm 处，用 1 cm 比色皿测其吸光度，减去空白值，绘制工作曲线。

4.4 分析步骤

称取不烘试样 0.5000 g 于铂坩埚中，加 3 g 混合熔剂，混匀，再覆盖 1 g，加盖，将其放入高温炉中，由低温升至 950~1000℃熔融 1~1.5 h，取出，旋转坩锅，使熔融物附于坩埚壁上，冷却后，放入已盛有近沸（20+80）盐酸 100 mL 的烧杯中，于沙浴上加热抽出，用水洗出坩埚，将烧杯置沙浴上蒸发，至湿盐状时，加 0.1 g 动物胶碎片，充分搅拌 2~3 min，在 60~70℃水浴上保温 20 min，取下，加入（5+95）热的盐酸 40 mL，搅拌使盐类溶解，以中速定量滤纸过滤，用热的（5+95）盐酸洗涤 7~8 次，再用水洗至无氯离子，滤液流入 250 mL 容量瓶中，冷却后，以水稀释至刻度，摇匀，此溶液留作测定三氧化二铝、氧化钙、氧化镁。将二氧化硅沉淀物连同滤纸放入铂坩埚中，小心烘干并灰化，移入高温炉中，在 980~1000℃灼烧 1 h，取出，冷却，置于干燥器中，冷却至室温，称量、至恒重。

标准资料收藏家www.17bzw.cn易启标准网免费提供十万标准书籍资料下载
会打字、5分钟快速自助建网站www.17jzw.com易启建站网免费提供建站平台，商业网站1年仅60元

灼烧后的沉淀物用水润湿，加入 1~2 滴硫酸，加入氢氟酸 5 mL，置沙浴上，蒸发，冒硫酸白烟，取下，稍冷，再加氢氟酸 2~3 mL，继续蒸发至干。置于高温炉中，在 980~1000℃烧 15~30 min，取出，冷却，称量至恒重。

取二氧化硅的滤液 5 mL 于 100 mL 容量瓶中，加水 40 mL，加 0.2%对硝基苯酚指示剂 2 滴，以氨水中和至黄色，立即加入（1+4）盐酸 5 mL，加入钼酸铵 5 mL，放置 10~15 min，以下手续同 4.3 所述，查出二氧化硅的毫克数。

4.5 分析结果的计算

按式（1）计算二氧化硅百分含量：

$$SiO_2=\left(\frac{m_1-m_2}{m}+\frac{C}{m\times\frac{5}{250}\times1000}\right)\times100\% \quad \cdots\cdots\cdots\cdots\cdots\cdots\cdots\cdots\cdots\cdots\cdots\cdots（1）$$

式中：m_1——氢氟酸处理前沉淀及坩埚重量，g；

m_2——氢氟酸处理后残渣及坩埚重量，g；

m——被测试样重量，g；

C——从标准曲线上查得二氧化硅的含量，mg。

4.6 允许误差

允许误差按表 1 的规定。

表 1 %

含 量 范 围	同 一 试 验 室	不 同 试 验 室
≤5.00	±0.20	±0.25
＞5.00~10.00	±0.25	±0.30
＞10.00~20.00	±0.30	±0.35
＞20.00~50.00	±0.35	±0.40
＞50.00	±0.40	±0.45

5 三氧化二铝的测定

5.1 方法提要

在强碱性溶液中，铁钛等生成相应的氢氧化物沉淀，铝则成铝酸钠的形式进入溶液中，过滤后，铁钛等即被除去。

试液中加入过量的 EDTA 使铝形成 Al—EDTA 络合物，过量的 EDTA 用硫酸锌标准溶液滴定。根据消耗 EDTA 标准溶液的毫升数，求得三氧化二铝的含量。

5.2 试剂

5.2.1 氢氧化钠溶液：50%。

5.2.2 盐酸：（1+1）。

5.2.3 甲基橙指示剂：0.05%。

5.2.4 六次甲基四胺：15%。

5.2.5 二甲酚橙指示剂：0.5%。

标准资料收藏家www.17bzw.cn易启标准网免费提供十万标准书籍资料下载
会打字、5分钟快速自助建网站www.17jzw.com易启建站网免费提供建站平台，商业网站1年仅60元

www.17jzw.com
www.17bzw.cn
www.17jzw.net
www.3x888.com

5.2.6 EDTA标准溶液：0.05 *M*。称取EDTA18.61 g于400 mL烧杯中，加水200 mL，低温加热至溶解，冷却后过滤于1000 mL容量瓶中，以水稀释至刻度，摇匀。

标定：准确称取经110℃烘干2 h的碳酸钙（基准试剂）1.7848 g于250 mL烧杯中，加水50 mL，滴加（1+1）盐酸至完全溶解并过量2~3滴，加热煮沸逐去二氧化碳，冷却后移入1000 mL容量瓶中，以水稀释至刻度，摇匀。此氧化钙标准溶液每毫升含氧化钙1.00 mg。

移取此氧化钙标准溶液50 mL于300 mL锥形瓶中，加水100 mL、20%氢氧化钠溶液10 mL，摇匀。加少量钙试剂羧酸钠盐指示剂，用制备的EDTA标准溶液滴定至纯蓝色为终点。并在相同条件下做空白试验。

计算按式（2）：

$$T_{CaO}=\frac{m}{V} \quad \cdots\cdots\cdots\cdots\cdots\cdots\cdots\cdots\cdots\cdots\cdots\cdots\cdots\cdots\cdots\cdots\cdots\cdots (2)$$

式中：m——氧化钙的重量，g；

V——滴定时消耗EDTA标准溶液的总体积，mL（已减空白值）；

T_{CaO}——EDTA标准溶液对氧化钙的滴定度，g/ mL。

5.2.7 硫酸锌标准溶液（0.025 *M*）。称取硫酸锌7.2 g于250 mL烧杯中，加水100 mL搅拌溶解，滴加（1+1）硫酸使其清亮，移入1000 mL容量瓶中，以水稀释至刻度，摇匀，备用。

标定：由滴定管准确放取0.05 *M* EDTA标准溶液10 mL于250 mL锥形瓶中，加水50 mL，15%六次甲基四胺溶液5 mL，加二甲酚橙指示剂1滴，以配制的硫酸锌标准溶液滴定至由黄色变为橙红色为终点。

计算按式（3）：

$$K=\frac{V_1}{V_2} \quad \cdots\cdots\cdots\cdots\cdots\cdots\cdots\cdots\cdots\cdots\cdots\cdots\cdots\cdots\cdots\cdots\cdots\cdots (3)$$

式中：K——1 mL EDTA标准溶液相当于硫酸锌标准溶液的体积，mL；

V_1——滴定时消耗硫酸锌标准溶液的总体积，mL；

V_2——所取EDTA标准溶液的体积，mL。

按式（4）计算硫酸锌标准溶液对三氧化二铝滴定度：

$$T_{Al_2O_3}=\frac{T_{CaO}\times 0.9091}{K} \quad \cdots\cdots\cdots\cdots\cdots\cdots\cdots\cdots\cdots\cdots\cdots\cdots (4)$$

式中：$T_{Al_2O_3}$——硫酸锌标准溶液对三氧化二铝滴定度，g/mL；

T_{CaO}——EDTA标准溶液对氧化钙的滴定度，g/mL；

0.9091——由氧化钙换算成三氧化二铝的系数；

K——1 mL EDTA标准溶液相当于硫酸锌标准溶液的体积。

5.3 分析步骤

取4.4中分离二氧化硅后的滤液50 mL于250 mL烧杯中，用水稀释至100 mL，加50%氢氧化钠溶液至有大量沉淀产生后再过加10 mL，将试液加热至40~60℃并保温30 min，取下烧杯，冷却至室温，移入250 mL容量瓶中，以水稀释至刻度，摇匀，稍放置，使沉淀物下沉后，以中速滤纸干过滤于干烧杯中，漏斗和容量瓶内的沉淀用（1+1）热盐酸溶解于原烧杯中，再用（5+95）的热盐酸洗至无黄色，用热水洗8~10次，此溶液留做测定三氧化二铁用，滤液供测三氧化二铝用。

标准资料收藏家www.17bzw.cn易启标准网免费提供十万标准书籍资料下载
会打字、5分钟快速自助建网站www.17jzw.com易启建站网免费提供建站平台，商业网站1年仅60元

取上述滤液 100 mL 于 250 mL 锥形瓶中，加甲基橙指示剂 1 滴，用（1+1）盐酸调至呈稳定红色，并过量 2 滴，加 0.05 *M* EDTA 标准溶液 15 mL，以水吹洗瓶壁，加热微沸 3 min，以流水冷却至室温，加 15%六次甲基四胺 10 mL、0.5%二甲酚橙指示剂 1 滴，用 0.025 *M* 硫酸锌标准溶液滴至由黄色变为橙红色为终点。

5.4 分析结果的计算

按式（5）计算三氧化二铝的百分含量：

$$Al_2O_3=\frac{(V_1K-V_2)\times T_{Al_2O_3}}{m}\times 100\% \quad \cdots\cdots\cdots\cdots (5)$$

式中：V_1——加入 EDTA 标准溶液的体积，mL；

V_2——滴定时消耗硫酸锌标准溶液的体积，mL；

K——1 mL EDTA 标准溶液相当于硫酸锌标准溶液的体积，mL；

$T_{Al_2O_3}$——硫酸锌标准溶液对三氧化二铝滴定度，g/mL；

m——被测试样重量，g。

5.5 允许误差

允许误差按表 2 的规定。

表 2 %

含 量 范 围	同 一 试 验 室	不 同 试 验 室
＞10.00~20.00	±0.10	±0.15
＞20.00~30.00	±0.15	±0.20

6 三氧化二铁的测定

6.1 方法提要

在盐酸介质中，用氯化亚锡还原三价铁离子生成二价，再用二氯化汞氧化过量的氯化亚锡，以二苯胺磺酸钠为指示剂，用重铬酸钾标准溶液滴定二价铁。

6.2 试剂

6.2.1 盐酸（1+1）。

6.2.2 硫酸–磷酸混合溶液：量取硫酸 150 mL 缓慢注入已盛有 700 mL 水的 1000 mL 烧杯中，再加磷酸 150 mL，搅拌备用。

6.2.3 二氯化锡溶液：10%。将 10 g 二氯化锡加热溶于 20 mL 盐酸中，用水稀释至 100 mL，摇匀。

6.2.4 氯化汞饱和溶液：5%。称取氯化汞 5 g 溶于 100 mL 热水中，冷却后，取上层清液使用。

6.2.5 二苯胺磺酸钠指示剂：0.5%。

6.2.6 重铬酸钾标准溶液：0.05 *N*。准确称取 150℃烘干 2 h 的重铬酸钾（基准试剂）2.4517 g 于 250 mL 烧杯中，加水溶解后移入 1000 mL 容量瓶中以水稀释至刻度，摇匀备用。

6.3 分析步骤

将 5.3 中原烧杯中的测铁溶液低温浓缩到 30 mL 左右，趁热滴加氯化亚锡溶液至黄色消失，再过量 1~2 滴，以流水冷却至室温，迅速加入饱和氯化汞溶液 15 mL，充分搅拌并放置 3~5 min，加水 50 mL 并加硫磷混合酸 10 mL，加二苯胺磺酸钠指示剂 2~3 滴，立即用重铬酸钾标准溶液滴定至出现稳定的蓝

标准资料收藏家www.17bzw.cn易启标准网免费提供十万标准书籍资料下载
会打字、5分钟快速自助建网站www.17jzw.com易启建站网免费提供建站平台，商业网站1年仅60元

www.17jzw.com
www.17bzw.cn
www.17jzw.net
www.3x888.com

紫色即为终点。

6.4 分析结果计算

按式（6）计算三氧化二铁的百分含量：

$$Fe_2O_3=\frac{N V\times 0.07985}{m}\times 100\%-FeO\%\times 1.1113 \quad \cdots\cdots\cdots\cdots\cdots\cdots\cdots\cdots\cdots\cdots（6）$$

式中：N——重铬酸钾标准溶液的当量浓度；

V——消耗重铬酸钾标准溶液的体积，mL；

0.07985——三氧化二铁的毫克当量；

m——被测试样重量，g；

1.1113——氧化亚铁换算成为三氧化二铁的系数。

6.5 允许误差

允许误差按表 3 的规定。

表 3 %

含量范围	同一试验室	不同试验室
＞5.00~10.00	±0.10	±0.15
＞10.00~20.00	±0.15	±0.20

7 氯化钙的测定

7.1 方法提要

用六次甲基四胺–铜试剂分离铝、铁、钛、锰等干扰元素。根据钙离子在 pH8~13 时，可与 EDTA 定量络合的原理，本法采用 pH≥12 时，少量镁离子形成 Mg（OH）$^{+}$或 Mg（OH）$_2$ 沉淀，不干扰测定，此时钙离子与钙试剂生成紫红色络合物，但钙离子能与 EDTA 生成更稳定的络合物，以 EDTA 络合物滴定时，从中夺取钙离子而游离出钙试剂，当溶液呈现蓝色时即为终点，由 EDTA 标准溶液消耗的量求出氧化钙的含量。其反应式如下：

$$Ca^{2+}+H_2Y^{2-}\rightarrow CaY^{2-}+2H^{+}$$

$$Ca^{2+}+HInd^{2-}\rightarrow CaInd^{-}+H^{+}$$

纯蓝色　紫红色

$$CaInd^{-}+H_2Y^{2-}\rightarrow CaY^{2-}+HInd^{2-}+H^{+}$$

紫红色　纯蓝色

7.2 试剂

7.2.1 六次甲基四胺：15%。

7.2.2 氢氧化钠：20%。

7.2.3 铜试剂。

7.2.4 钙试剂羧酸钠盐指示剂：（1+100）。

称取钙试剂羧酸钠盐 0.5 g，与氯化钠 50 g 混匀。

7.2.5 EDTA 标准溶液：0.01 M。

称取 EDTA 3.75 g 于 400 mL 烧杯中，加水 200 mL，低温加热溶解，冷却后过滤于 1000 mL 容量瓶中，以水稀释至刻度，摇匀。

标准资料收藏家www.17bzw.cn易启标准网免费提供十万标准书籍资料下载
会打字、5分钟快速自助建网站www.17jzw.com易启建站网免费提供建站平台，商业网站1年仅60元

标定：准确称取经110℃烘干2 h的碳酸钙（基准试剂）1.7848 g于250 mL烧杯中，加水50 mL，滴加（1+1）盐酸至完全溶解，并过量2~3滴，加热煮沸，除去二氧化碳，冷却后，移入1000 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。此溶液即为氧化钙标准溶液，1 mL含1.00 mg氧化钙。

移取氧化钙标准溶液10 mL于300 mL锥形瓶中。加水100 mL，加入20%氢氧化钠10 mL，摇动，放置2~3 min。加少量钙羧酸钠盐指示剂，用配制的0.01 *M* EDTA标准溶液滴定至纯蓝色为终点。在相同条件下做空白试验。

计算按式（7）、式（8）：

$$T_{CaO}=\frac{G}{V} \quad \cdots\cdots (7)$$

$$T_{MgO}=T_{CaO}\times 0.7188 \quad \cdots\cdots (8)$$

式中：G——氧化钙的重量，g；

V——滴定时消耗的EDTA标准溶液的体积，mL；

T_{CaO}——EDTA标准溶液对氧化钙的滴定度，g/mL；

T_{MgO}——EDTA标准溶液对氧化镁的滴定度，g/mL；

0.7188—CaO换算成MgO的系数。

7.3 分析试液制备

移取二氧化硅的滤液（见4.4）50 mL于250 mL烧杯中，加水80 mL，用20%氢氧化钠溶液调至有沉淀生成，再滴加（1+1）盐酸至沉淀溶解，加15%六次甲基四胺5 mL，加热至沉淀凝聚，冷却后，加0.3 g铜试剂，放置1 h以上，过滤于250 mL容量瓶中，用2%六次甲基四胺洗涤8~10次，用水稀释至刻度，摇匀。此溶液供测定CaO、MgO之用。

7.4 分析步骤

移取分析试液（见7.3）100 mL于300 mL锥形瓶中，加入20%氢氧化钠20 mL，放置5~10 min，加少量钙试剂羧酸钠盐指示剂，以0.01 *M* EDTA标准溶液滴定至纯蓝色为终点。并在相同条件下做空白试验。

7.5 分析结果的计算

按式（9）计算氧化钙的含量：

$$CaO=\frac{T_{CaO}V}{m}\times 100\% \quad \cdots\cdots (9)$$

式中：V——滴定时消耗的0.01 *M* EDTA标准溶液的体积（已减去空白值），mL；

T_{CaO}——EDTA标准溶液对氧化钙的滴定度，g/mL；

m——被测试样重量，g。

7.6 允许误差

允许误差按表4规定。

表4 %

含量范围	同一试验室	不同试验室
≤1.00	±0.15	±0.18

标准资料收藏家www.17bzw.cn易启标准网免费提供十万标准书籍资料下载
会打字、5分钟快速自助建网站www.17jzw.com易启建站网免费提供建站平台，商业网站1年仅60元

www.17jzw.com
www.17bzw.cn
www.17jzw.net
www.3x888.com

＞1.00~3.00	±0.20	±0.23
＞3.00~5.00	±0.25	±0.28
＞5.00~10.00	±0.30	±0.33

8 氧化镁的测定

8.1 方法提要

用六次甲基四胺–铜试剂分离铁、钛、铝、锰等干扰元素，根据镁离子在碱性溶液中能与 EDTA 定量络合的原理，本法采用在 pH10 时，使试液中的镁、钙离子与络黑 T 生成紫红色络合物，用 EDTA 标准溶液滴定，镁、钙离子与 EDTA 形成更稳定的无色络合物，从而游离出络黑 T 指示剂。当溶液出现蓝色即为终点，由 EDTA 标准溶液消耗的量减去滴定钙时消耗 EDTA 标准溶液的量，求得氧化镁的含量。其反应式如下：

$$Mg^{2+}+H_2Y^{2-}\rightarrow MgY^{2-}+2H^+$$

$$Mg^{2+}+HInd^{2-}\rightarrow MgInd^{-}+H^+$$

$$MgInd^{-}+H_2Y^{2-}\rightarrow MgY^{2-}+HInd^{2-}+H^+$$

紫红色　　　　　　　　纯蓝色

8.2 试剂

8.2.1 六次甲基四胺：15%。

8.2.2 铜试剂。

8.2.3 络黑 T 指示剂：（1+100）。

称取 0.5 g 络黑 T 与氯化钠 50 g 研细、混匀。

8.2.4 EDTA 标准溶液：0.01 *M*（见 7.2.5）。

8.2.5 氯化铵–氢氧化铵缓冲溶液：pH 为 10。

称取氯化铵 67.50 g 溶于 250 mL 水中，加氢氧化铵 570 mL，以水稀释至 1000 mL 摇匀。

8.3 分析步骤

移取分析试液(见 7.3)100 mL 于 300 mL 锥形瓶中，加 pH 为 10 的氯化铵–氢氧化铵缓冲溶液 10 mL，加少量络黑 T 指示剂，摇匀，以 0.01 *M* EDTA 标准溶液滴定至纯蓝色为终点。此为钙、镁的含量。并在同一条件下做空白试验。

8.4 分析结果的计算

按式（10）计算氧化镁的含量：

$$MgO=\frac{T_{MgO}(V_1-V_2)}{m}\times 100\% \qquad (10)$$

式中：T_{MgO}——EDTA 标准溶液对氧化镁的滴定度，g/mL；

V_1——滴定时消耗 0.01 *M* EDTA 标准溶液的体积（已减去空白值），mL；

V_2——滴定钙时消耗 0.01 *M* EDTA 标准溶液的体积（已减去空白值），mL；

m——被测试样重，g。

8.5 允许误差

允许误差按表 5 的规定。

标准资料收藏家www.17bzw.cn易启标准网免费提供十万标准书籍资料下载
会打字、5分钟快速自助建网站www.17jzw.com易启建站网免费提供建站平台，商业网站1年仅60元

表 5 %

含 量 范 围	同 一 试 验 室	不 同 试 验 室
≤1.00	±0.15	±0.18
＞1.00~3.00	±0.20	±0.23
＞3.00~5.00	±0.25	±0.28
＞5.00~10.00	±0.30	±0.33

9 二氧化钛的测定

9.1 方法提要

在 pH1.2~3.5 的酸性介质中，四价钛与过氧化氢生成黄色络合物，在波长 420~430 nm 处测量显色溶液的吸光度。

三价铁离子的黄色干扰测定，铁的干扰借测定络合物吸光度时，以试样空白（不加过氧化氢）为参比溶液来消除，为使溶液中二价铁全部呈三价形式，加入少量亚硝酸钠氧化剂。

9.2 试剂

9.2.1 混合熔剂：一份无水碳酸钠与两份硼砂研细混匀。

9.2.2 硫酸：（10+90）。

9.2.3 硫酸：（1+3）。

9.2.4 二氧化钛：基准试剂。

9.2.5 硫酸铵。

9.2.6 过氧化氢：3%。（以市售过氧化氢用水稀释 10 倍）。

9.2.7 亚硝酸钠溶液：3%。

9.2.8 二氧化钛标准溶液：准确称取经 980~1000℃灼烧 1 h 的二氧化钛（基准试剂）0.2500 g 于 300 mL 烧杯中，加硫酸铵 20 g，硫酸 30 mL，加盖表面皿，于明丝电炉上加热到完全溶解，待完全冷却后，在搅拌下缓慢注入另一预先盛有 250 mL 水的 400 mL 烧杯中，冷却后移入 1000 mL 容量瓶中，洗净两只烧杯，洗液合并入 1000 mL 容量瓶中，以水稀释至刻度，摇匀，此标准溶液每毫升含二氧化钛 0.25 mg。

9.2.9 空白溶液：取 2 g 混合熔剂于铂坩埚中，在 950℃的高温炉中熔融 20 min，取出，冷却，洗净坩埚外壁，以（10+90）硫酸 100 mL 加热浸出，移入 250 mL 容量瓶中，冷却后，以水稀释至刻度，摇匀，备用。

9.3 工作曲线的绘制

移取空白溶液 25 mL 共六份，分别放入六个 50 mL 容量瓶中，用微量滴定管依次加入二氧化钛标准溶液 0.00，0.20，0.50，1.00，2.00，3.00 mL（即二氧化钛百分含量为 0.00，0.20，0.50，1.00，2.00，3.00）。加（1+3）硫酸 10 mL、3%过氧化氢 5 mL、用水稀释至刻度，摇匀。用 1 cm 比色槽在比色计上 420 nm 波长处以试剂空白作参比测量其吸光度，绘制工作曲线。

9.4 分析步骤

称取 0.25 g 不烘试样于铂坩埚中，加 1.5 g 混合熔剂仔细混匀，再覆盖混合熔剂 0.5 g，送入高温炉中，于 950~1000℃熔融 1 h，取出，旋转坩埚，使内熔物附于坩埚内壁上，冷却后，洗净坩埚外壁，放入已盛有煮沸的（10+90）硫酸 100 mL 的 250 mL 烧杯中，于沙浴上加热浸出，用水洗出坩埚及盖，移

标准资料收藏家www.17bzw.cn易启标准网免费提供十万标准书籍资料下载
会打字、5分钟快速自助建网站www.17jzw.com易启建站网免费提供建站平台，商业网站1年仅60元

www.17jzw.com
www.17bzw.cn
www.17jzw.net
www.3x888.com

入 250 mL 容量瓶中，冷却后，以水稀释至刻度，摇匀，备用。

移取上述溶液 25 mL 两份，分别置于两个 50 mL 容量瓶中，向其中一份加入（1+3）硫酸 10 mL。在摇动中滴加 3%亚硝酸钠 5 滴，以水稀释至刻度，摇匀。于另一份溶液中加（1+3）硫酸 10 mL，3%过氧化氢 5 mL，用水稀释至刻度，摇匀。用 1 cm 比色槽在比色计上 420 nm 波长处，以上述加亚硝酸钠的溶液为参比，测量其吸光度，于工作曲线上求出二氧化钛的量。

9.5 分析结果的计算

按式（11）计算二氧化钛的百分含量：

$$TiO_2=\frac{m_1}{m\times\frac{V_1}{V}}\times100\% \quad\cdots\cdots(11)$$

式中：m_1——自工作曲线上查得二氧化钛的量，g；

m——试样重量，g；

V——试液的总体积，mL；

V_1——分取试液的体积，mL。

9.6 允许误差

允许误差按表 6 的规定。

表 6 %

含量范围	同一试验室	不同试验室
0.5~3.00	±0.05	±0.07

10 氧化亚铁的测定

10.1 方法提要

试样用氢氟酸–硫酸快速分解，剩余氟离子加入饱和硼酸消除其影响，以二苯胺磺酸钠为指示剂，重铬酸钾滴定。

10.2 试剂

10.2.1 氢氟酸。

10.2.2 硫酸：（1+1）。

10.2.3 二苯胺磺酸钠指示剂：0.5%。

10.2.4 硫酸–磷酸混合溶液。量取硫酸 150 mL 缓慢注入已盛有 700 mL 水的 1000 mL 烧杯中，再加磷酸 150 mL，搅拌，备用。

10.2.5 硼酸饱和溶液。称取 25 g 硼酸溶于 100 mL 热水中，冷却后取清液使用。

10.2.6 重铬酸钾标准溶液：0.05 *N*。准确称取经 150℃烘干 2 h 的重铬酸钾（基准试剂）2.4517 g 于 250 mL 烧杯中，加水溶解后，移入 1000 mL 容量瓶中，以水稀释至刻度，摇匀，备用。

10.3 分析步骤

称取 0.1 g 不烘试样置于铂坩埚中，用水润湿，加入氢氟酸 5 mL 和已加热至近沸的（1+1）硫酸 10 mL，盖上铂盖，加热微沸 15 min，将坩埚迅速移入预先盛有 200 mL 含有 25 mL 饱和硼酸的新煮沸冷却的蒸馏水中，加入硫磷混合酸 15 mL，二苯胺磺酸钠指示剂 1~2 滴，用 0.05 *N* 重铬酸钾标准溶液滴定至呈现稳定的紫色即为终点。

标准资料收藏家www.17bzw.cn易启标准网免费提供十万标准书籍资料下载
会打字、5分钟快速自助建网站www.17jzw.com易启建站网免费提供建站平台，商业网站1年仅60元

10.4 分析结果的计算

按式（12）计算氧化亚铁的百分含量：

$$FeO=\frac{NV\times 0.07185}{m}\times 100\% \quad \cdots\cdots\cdots\cdots\cdots\cdots\cdots\cdots\cdots\cdots（12）$$

式中：N——重铬酸钾标准溶液的当量浓度；

V——消耗重铬酸钾标准溶液的体积，mL；

m——被测试样重量，g；

0.07185—氧化亚铁的毫克当量。

10.5 允许误差

允许误差按表 7 的规定。

表 7 %

含 量 范 围	同 一 试 验 室	不 同 试 验 室
＞10.00~20.00	±0.10	±0.15
＞20.00~30.00	±0.20	±0.25

11 氧化锰的测定

11.1 方法提要

试样在硫酸、磷酸介质中，以硝酸银为触媒剂，加过硫酸铵将锰氧化为七价，在室温下，加氯化钠使银沉淀，用亚砷酸钠–亚硝酸钠标准溶液滴定，使锰还原成二价，当溶液红色消失即为终点，由标准溶液消耗的量，求得氧化锰的含量。其反应式如下：

$$2MnSO_4+5(NH_4)_2S_2O_8+8H_2O\rightarrow 2HMnO_4+5(NH_4)_2SO_4+7H_2SO_4$$

$$AgNO_3+NaCl\rightarrow AgCl\downarrow+NaNO_3$$

$$2HMnO_4+5Na_3AsO_3+2H_2SO_4\rightarrow 2MnSO_4+5Na_3AsO_4+3H_2O$$

$$2HMnO_4+5NaNO_2+2H_2SO_4\rightarrow 2MnSO_4+5NaNO_3+3H_2O$$

11.2 试剂

11.2.1 硼砂–碳酸钠混合熔剂（1+1）：

称取硼砂一份与一份碳酸钠于玛瑙研钵中研细、混匀，贮于广口瓶中。

11.2.2 硫酸：（10+90），（2+3）。

11.2.3 磷酸：（1+1）。

11.2.4 硝酸银：1%。

11.2.5 氯化钠：1%水溶液。

11.2.6 锰标准溶液：1 mL 含锰 0.4 mg。

准确称取金属锰（基准试剂）0.4000 g 于 250 mL 烧杯中，加（1+4）硫酸 20 mL，低温加热溶解，取下冷却，移入 1000 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

11.2.7 亚砷酸钠–亚硝酸钠标准溶液：0.05 N。

称取亚砷酸钠 3.2 g 于已盛有 15 mL 氢氧化钠溶液（1% N）的烧杯中，搅拌溶解，用水稀释至约 200 mL，加酚酞指示剂，用硫酸（1+1）中和，再用 10%碳酸钠溶液调节溶液呈微碱性（pH 约 6~7），加 1.7 g 亚硝酸钠，移入 1000 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

标准资料收藏家www.17bzw.cn易启标准网免费提供十万标准书籍资料下载
会打字、5分钟快速自助建网站www.17jzw.com易启建站网免费提供建站平台，商业网站1年仅60元

www.17jzw.com
www.17bzw.cn
www.17jzw.net
www.3x888.com

标定：移取锰标准溶液 25 mL 于 500 mL 锥形瓶中，加（2+3）硫酸 10 mL、加（1+1）磷酸 10 mL、加水稀释至 100 mL 左右，加 1%硝酸银 5 mL，过硫酸铵 3 g，加热至溶液冒大气泡 1~2 min，取下，冷却至室温后，加入 1%氯化钠溶液 5 mL，充分摇动，立即用 0.05 *N* 亚砷酸钠–亚硝酸钠标准溶液滴定呈粉红色消失呈现乳白色为终点。并在相同条件下做空白试验。

计算按式（13）：

$$T_{Mn}=\frac{m}{V} \quad \cdots\cdots\cdots\cdots (13)$$

式中：T_{Mn}——亚砷酸钠–亚硝酸钠标准溶液对锰的滴定度，g/mL；

V——滴定时消耗亚砷酸钠–亚硝酸钠标准溶液的体积，mL；

m——所取锰的重量，g。

11.3 分析步骤

称取不烘试样 0.2000 g 于已盛有 2 g 混合熔剂的铂坩埚中，混匀，再覆盖 1 g 熔剂，将其放入高温炉中，由低温升至 950~1000℃熔融 1 h，取出，冷却，放入已盛有近沸（10+90）硫酸 100 mL 的烧杯中，加热浸取，用水洗出坩埚，稍冷，加（1+1）磷酸 10 mL，加入 1%硝酸银 5 mL，过硫酸铵 3 g，加热至溶液冒大气泡 1 min，取下，冷却至室温，加入 1%氯化钠溶液 5 mL，摇动后，用 0.05 *N* 亚砷酸钠–亚硝酸钠标准溶液滴定至粉红色消失出现乳白色为终点。并在相同条件下做空白试验。

11.4 分析结果的计算

按式（14）计算氧化锰的百分含量：

$$MnO=1.2912\times\frac{T_{Mn}V}{m}\times 100\% \quad \cdots\cdots\cdots\cdots (14)$$

式中：T_{Mn}——亚砷酸钠–硝酸钠标准溶液对锰的滴定度，g/mL；

V——滴定时消耗亚砷酸钠–亚硝酸钠标准溶液的体积，mL；

m——被测试样重，g；

1.2912——由金属锰换算为氧化锰的系数。

11.5 允许误差

允许误差按表 8 的规定。

表 8 %

含量范围	同一试验室	不同试验室
≤1.00	±0.10	±0.15
＞1.00~2.00	±0.15	±0.20
＞2.00~3.00	±0.20	±0.25

标准资料收藏家www.17bzw.cn易启标准网免费提供十万标准书籍资料下载
会打字、5分钟快速自助建网站www.17jzw.com易启建站网免费提供建站平台，商业网站1年仅60元

www.17jzw.com
www.17bzw.cn
www.17jzw.net
www.3x88e.com

中 华 人 民 共 和 国
机 械 行 业 标 准
石榴石　化学分析方法
JB/T 7997－1999
*
机 械 工 业 部 机 械 标 准 化 研 究 所 出 版 发 行
机 械 工 业 部 机 械 标 准 化 研 究 所 印 刷
（北京首体南路 2 号　邮编 100044）
*
开本 880×1230　1/16　印张 1　字数 26,000
1999 年 9 月第一版　1999 年 9 月第一次印刷
印数 1－500　定价 **10.00** 元
编号　**99—572**

标准资料收藏家www.17bzw.cn**易启标准网免费提供十万标准书籍资料下载**
会打字、5**分钟快速自助建网站**www.17jzw.com**易启建站网免费提供建站平台，商业网站**1**年仅**60**元**