ICS 71.040.40
Q 64
备案号:20457—2007

JC

中华人民共和国建材行业标准

JC/T 1021.7—2007

非金属矿物和岩石化学分析方法 第7部分 重晶石矿化学分析方法

Methods for chemical analysis of nonmetal mineral and rock Part 7: Methods for chemical analysis of barite

2007-04-13 发布　　2007-10-01 实施

中华人民共和国国家发展和改革委员会 发布

目　次

前言 …… Ⅲ
1　范围 …… 1
2　规范性引用文件 …… 1
3　试验方法 …… 1
3.1　硫酸钡的测定 …… 1
3.2　氧化钡的测定 …… 2
3.3　三氧化硫的测定 …… 4
3.4　水溶盐的测定 …… 5
3.5　二氧化硅的测定 …… 5
3.6　三氧化二铁的测定 …… 10
3.7　三氧化二铝的测定 …… 10
3.8　氧化钙、氧化镁的测定 …… 11
3.9　氧化钾、氧化钠的测定 …… 15
3.10　硫酸锶的测定 …… 15
3.11　烧失量的测定 …… 16

标准分享网 www.bzfxw.com 免费下载

前　言

JC/T 1021《非金属矿物和岩石化学分析方法》分为以下部分：

——第1部分：术语和通则；

——第2部分：硅酸盐岩石、矿物及硅质原料化学分析方法；

——第3部分：碳酸盐岩石、矿物化学分析方法；

——第4部分：滑石矿化学分析方法；

——第5部分：石墨矿化学分析方法；

——第6部分：萤石矿化学分析方法；

——第7部分：重晶石矿化学分析方法；

——第8部分：石膏矿化学分析方法；

——第9部分：水镁石矿化学分析方法；

……

本部分为JC/T 1021的第7部分。

本部分由中国建筑材料工业协会提出。

本部分由咸阳非金属矿研究设计院归口。

本部分主要起草单位：中国建筑材料工业地质勘查中心、中国建筑材料工业地质勘查中心陕西总队。

本部分主要起草人：麻娟侠、张雅琴、段大桂、徐晓萌、杨向农。

本部分为首次发布。

非金属矿物和岩石化学分析方法
第7部分　重晶石矿化学分析方法

1　范围

本部分规定了重晶石矿主要成分的化学分析方法。

本部分适用于重晶石矿成分分析。

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。

JC/T 1021.1—2007《非金属矿物和岩石化学分析方法》第1部分：术语和通则

JC/T 1021.2—2007《非金属矿物和岩石化学分析方法》第2部分：硅酸盐岩石、矿物及硅质原料化学分析方法

3　试验方法

本部分遵守JC/T 1021.1—2007中的相关条款。

3.1　硫酸钡的测定

3.1.1　方法类别

硫酸钡重量法(标准法)

测定范围：≥5%。

3.1.2　方法提要

试料经盐酸(1+9)溶解，残渣用碳酸钠熔融、热水浸取、过滤，用盐酸溶解沉淀，分取溶液，在盐酸介质中，用硫酸(1+9)沉淀钡、锶离子，使之成为难溶的硫酸钡、硫酸锶沉淀，经过滤、灼烧、称重，减去硫酸锶得硫酸钡的量。

3.1.3　试剂

3.1.3.1　无水碳酸钠(固体)

3.1.3.2　盐酸(1+3)

3.1.3.3　盐酸(1+9)

3.1.3.4　盐酸(2+98)

3.1.3.5　氨水(1+1)

3.1.3.6　硫酸(1+9)

3.1.3.7　硫酸(0.05 mol/L)

3.1.3.8　碳酸钠溶液(10 g/L)

3.1.3.9　甲基橙溶液(1 g/L)

3.1.4　仪器设备

分析天平：感量不大于0.000 1 g。

3.1.5　试样

3.1.5.1　试样粒度小于100 μm。

3.1.5.2　试样在105℃～110℃干燥2 h～3 h，置于干燥器中冷却至室温。

标准分享网 www.bzfxw.com 免费下载

3.1.6 分析步骤

3.1.6.1 称取约 0.5 g(精确至 0.000 1 g)试样置于 200 mL 烧杯中,加入 40 mL 盐酸(3.1.3.3),盖上表面皿,在电热板上加热微沸 30 min,加水至 50 mL 左右再微沸 3 min,冷却,用定量慢速滤纸过滤,用水洗涤至滤液无氯离子。

3.1.6.2 滤纸及不溶残渣置于铂钳埚中,放入高温炉内,半开炉门,从低温升起进行灰化,待灰化完成后关闭炉门继续升温至 750℃左右,取出冷却,加 4 g～6 g 无水碳酸钠(3.1.3.1),混匀,再覆盖一薄层无水碳酸钠(3.1.3.1),放入高温炉内,于 1 000℃±20℃熔融 30 min 左右,取出稍冷,置于预先盛有 70 mL 左右热水的 250 mL 烧杯中,加热浸取,洗出坩埚,试液在水浴上加热溶解,用玻璃棒捣碎熔块至分散状态,冷却,过滤,用碳酸钠溶液(3.1.3.8)洗涤沉淀至滤液无硫酸根离子,弃去滤液。在有沉淀的漏斗上盖上表面皿,用温热的盐酸(3.1.3.2)溶解沉淀至反应停止,用盐酸(3.1.3.4)洗涤残渣和滤纸 8～10 次,滤液承接于 250 mL 容量瓶中,用水稀释至标线,摇匀。此滤液为试液 A,用以硫酸钡和硫酸锶的测定。

注:也可采用银坩埚中氢氧化钠与碳酸钠混合熔剂(3+1)于 650℃～700℃熔融残渣。

3.1.6.3 分取 100 mL 试液 A(本部分 3.1.6.2)置于 400 mL 烧杯中,加入 1 滴甲基橙溶液(3.1.3.9),用氨水(3.1.3.5)中和至试液变黄色(若出现沉淀,应过滤除去),再用盐酸(3.1.3.2)调至刚变红色并过量 2 mL,加水至 200 mL 左右,加热至沸;缓慢加入 10 mL 硫酸(3.1.3.6),微沸 5 min,保温 2 h 以上或者静置过夜。用定量慢速滤纸过滤,擦净烧杯,用硫酸(3.1.3.7)洗涤沉淀 3～4 次,用水洗涤沉淀至滤液无氯离子,将沉淀及滤纸置于已恒重的瓷坩埚中,放入高温炉内,半开炉门,从低温升起进行灰化,待灰化完成后关闭炉门继续升温至 800℃～850℃灼烧 30 min,取出稍冷(若沉淀显灰黄色或黄绿色而不呈白色,则加几滴硫酸润湿沉淀,在电热板上低温将硫酸赶尽,重新灼烧),放入干燥器中冷却至室温,称重。再在同样温度下反复灼烧,直至恒重。

注:铅干扰沉淀,可在 pH=4.5 的弱酸性介质中,加入一定量的 EDTA 掩蔽。

3.1.7 分析结果计算

3.1.7.1 硫酸钡的含量以质量分数 $\omega(BaSO_4)$ 计,数值以 10^{-2} 或%表示,按式(1)计算:

$$\omega(BaSO_4)=\frac{(m_1-m_2)\times V_S}{m_S\times V_1}\times 100-\omega(SrSO_4)\times 1.270\,6 \quad \cdots\cdots (1)$$

式中:

m_1——坩埚加沉淀质量,单位为克(g);

m_2——空坩埚质量,单位为克(g);

V_S——试液总体积,单位为毫升(mL);

m_S——试料质量,单位为克(g);

V_1——分取试液的体积,单位为毫升(mL);

$\omega(SrSO_4)$——按本部分第 3.10 条测得硫酸锶的百分含量;

1.270 6——硫酸锶相当于硫酸钡的换算系数。

注:样品中硫酸锶含量小于 0.10%时可忽略不计。

3.1.7.2 分析结果表示至小数点后两位有效数字。

3.1.8 允许差

测定结果的允许差(见表 1)。

表 1

同一实验室允许差(%)	不同实验室允许差(%)
0.50	0.60

3.2 氧化钡的测定

3.2.1 方法类别

硫酸钡重量法(标准法)

测定范围：≥3%。

3.2.2 **方法提要**

试料经碳酸钠熔融、热水浸取、过滤，将碳酸盐沉淀与硫酸根分离，用盐酸溶解沉淀，在盐酸介质中，以硫酸(1+9)沉淀钡、锶离子，使之成为难溶的硫酸钡、硫酸锶沉淀(为总钡和总锶合量)，差减得总氧化钡量。

3.2.3 **试剂**

3.2.3.1 无水碳酸钠(固体)

3.2.3.2 盐酸(1+3)

3.2.3.3 盐酸(2+98)

3.2.3.4 氨水(1+1)

3.2.3.5 硫酸(1+9)

3.2.3.6 硫酸(0.05 mol/L)

3.2.3.7 碳酸钠溶液(10 g/L)

3.2.3.8 甲基橙溶液(1 g/L)

3.2.4 **仪器设备**

分析天平：感量不大于0.000 1 g。

3.2.5 **试样**

3.2.5.1 试样粒度小于100 μm。

3.2.5.2 试样在105℃～110℃干燥2 h～3 h，置于干燥器中冷却至室温。

3.2.6 **分析步骤**

3.2.6.1 称取约0.5 g(精确至0.000 1 g)试样置于盛有4 g～5 g无水碳酸钠(3.2.3.1)的铂坩埚中，混匀，再覆盖一薄层无水碳酸钠(3.2.3.1)，置于高温炉中，在950℃～1 000℃熔融30 min左右，取出冷却，放入预先盛有70 mL左右热水的250 mL烧杯中，加热浸取，洗出坩埚，在水浴上加热溶解并用玻璃棒捣碎熔块至分散状态，冷却，过滤，用碳酸钠溶液(3.2.3.7)洗涤烧杯3～4次、洗涤沉淀至滤液无硫酸根离子，滤液承接于250 mL容量瓶中，用水稀释至标线，摇匀。此滤液为试液B，用以三氧化硫的测定。

3.2.6.2 在有沉淀的漏斗上盖上表面皿，用热的盐酸(3.2.3.2)溶解沉淀至反应停止，用盐酸(3.2.3.3)洗涤残渣和滤纸8～10次，滤液承接于250 mL的容量瓶中，用水稀释至标线，摇匀。此滤液为试液C，用以总钡量和总锶量的测定。

3.2.6.3 分取100 mL试液C(本部分3.2.6.2)置于400 mL烧杯中，加入1滴甲基橙溶液(3.2.3.8)，以下按本部分第3.1.6.3条分析步骤进行。

3.2.7 **分析结果计算**

3.2.7.1 氧化钡的含量以质量分数$\omega(BaO)$计，数值以10^{-2}或%表示，按式(2)计算：

$$\omega(BaO)=\frac{(m_1-m_2)\times V_S\times 0.657\,2}{m_S\times V_1}\times 100-\omega(SrSO_4)\times 0.834\,8 \quad \cdots\cdots (2)$$

式中：

m_1——坩埚加沉淀质量，单位为克(g)；

m_2——空坩埚质量，单位为克(g)；

V_S——试液总体积，单位为毫升(mL)；

m_S——试料质量，单位为克(g)；

V_1——分取试液的体积，单位为毫升(mL)；

0.657 2——硫酸钡相当于氧化钡的换算系数；

$\omega(SrSO_4)$——按本部分第3.10条测得总锶量(硫酸锶形式)的百分含量；

0.834 8——硫酸锶相当于氧化钡的换算系数。

3.2.7.2 分析结果表示至小数点后两位有效数字。

标准分享网 www.bzfxw.com 免费下载

3.2.8 **允许差**

测定结果的允许差(见表2)。

表2

同一实验室允许差(%)	不同实验室允许差(%)
0.50	0.60

3.3 **三氧化硫的测定**

3.3.1 **方法类别**

硫酸钡重量法(标准法)

测定范围:≥2%。

3.3.2 **方法提要**

试料用碳酸钠熔融,使钡转化为碳酸钡沉淀,经过滤与硫酸根分离,分取含硫酸根的滤液用盐酸酸化,加入氯化钡,使硫酸根沉淀为硫酸钡,经过滤、灼烧、称重,计算三氧化硫的含量。

3.3.3 **试剂**

3.3.3.1 盐酸(1+1)

3.3.3.2 氯化钡溶液(100 g/L)

3.3.3.3 硝酸银溶液(10 g/L):称取1 g硝酸银,溶于水中,加入5 mL硝酸(1+1),用水稀释至100 mL,摇匀后保存于棕色瓶中。

3.3.3.4 甲基红溶液(1 g/L):称取0.1 g甲基红($C_{15}H_{15}N_3O_2$),溶于60 mL无水乙醇中,用水稀释至100 mL,摇匀。

3.3.4 **仪器设备**

分析天平:感量不大于0.000 1 g。

3.3.5 **分析步骤**

3.3.5.1 分取100 mL试液B(本部分3.2.6.1)置于400 mL烧杯中,加水至250 mL左右,加入2滴甲基红溶液(3.3.3.4),用盐酸(3.3.3.1)中和至试液刚变红色并过量3 mL,放入一小片滤纸用玻璃棒压住,微沸2 min～3 min,用水冲洗杯壁,继续加热,在不断搅拌下加入10 mL～30 mL氯化钡溶液(3.3.3.2)(视硫含量而定,如试料中含萤石,则在加入氯化钡前加1 g硼酸以消除氟的干扰),煮沸后保温2 h以上或者放置过夜。

3.3.5.2 用定量慢速滤纸过滤,擦净杯壁,用温水洗涤滤纸及沉淀至滤液无氯离子[用硝酸银溶液(3.3.3.3)检验],将沉淀连同滤纸一并放入已恒重的瓷坩埚中,置于高温炉内,半开炉门,从低温升起进行灰化,待灰化完成后关闭炉门继续升温至800℃～850℃灼烧30 min,取出稍冷(若沉淀显灰黄色或黄绿色而不呈白色,则加几滴硫酸润湿沉淀,在电热板上低温将硫酸赶尽,重新灼烧),放入干燥器中冷至室温,称重。再在同样温度下反复灼烧,直至恒重。

3.3.6 **分析结果计算**

3.3.6.1 三氧化硫的含量以质量分数$\omega(SO_3)$计,数值以10^{-2}或%表示,按(3)式计算:

$$\omega(SO_3)=\frac{(m_1-m_2)\times V_S\times 0.343\,0}{m_S\times V_1}\times 100 \quad \cdots\cdots (3)$$

式中:

m_1——坩埚加沉淀质量,单位为克(g);

m_2——空坩埚质量,单位为克(g);

V_S——试液总体积,单位为毫升(mL);

m_S——试料质量,单位为克(g);

V_1——分取试液的体积,单位为毫升(mL);

0.343 0——硫酸钡相当于三氧化硫的换算系数。

3.3.6.2 分析结果表示至小数点后两位有效数字。

3.3.7 允许差

测定结果的允许差(见表3)。

表3

同一实验室允许差(%)	不同实验室允许差(%)
0.50	0.60

3.4 水溶盐的测定(标准法)

3.4.1 方法提要

试料用150 mL水分三次溶解、过滤,合并滤液蒸干,于105℃～110℃烘干至恒重,所得质量即为水溶盐量。

3.4.2 仪器设备

分析天平:感量不大于0.000 1 g。

3.4.3 试样

3.4.3.1 试样粒度小于100 μm。

3.4.3.2 试样在105℃～110℃干燥2 h～3 h,置于干燥器中冷却至室温。

3.4.4 分析步骤

称取约25 g(精确至0.000 1 g)试样置于150 mL烧杯中,加50 mL水,搅拌5 min,放置澄清,将清液倾滤于定量慢速滤纸上,滤液承接于250 mL烧杯中,再加50 mL水于溶解过的试料中,搅拌澄清,将清液倾滤于同一滤纸上,再加50 mL沸水于两次溶解过的试料中,搅拌5 min,澄清,过滤于同一滤纸上,将三次滤液一并转入已在105℃～110℃烘干至恒重的蒸发皿中,在电热板上缓慢蒸干,放入烘箱中于105℃～110℃干燥2 h左右,取出,置于干燥器中冷至室温,称重。再在同样温度下反复烘干,直至恒重。

3.4.5 分析结果计算

3.4.5.1 水溶盐的含量以质量分数$\omega(R_{SY})$计,数值以10^{-2}或%表示,按式(4)计算:

$$\omega(R_{SY})=\frac{m_1-m_2}{m_S}\times 100 \quad \cdots\cdots (4)$$

式中:

m_1——蒸发皿加干固物的质量,单位为克(g);

m_2——蒸发皿的质量,单位为克(g);

m_S——试料质量,单位为克(g)。

3.4.5.2 分析结果表示至小数点后两位有效数字。

3.4.6 允许差

测定结果的允许差(见表4)。

表4

水溶盐的含量(%)	同一实验室允许差(%)	不同实验室允许差(%)
<0.50	0.060	0.080
0.50～1	0.15	0.20
>1	0.25	0.30

3.5 二氧化硅的测定

3.5.1 方法类别

a) 硅钼蓝分光光度法(标准法)

测定范围:<10%。

适用范围:不含萤石的重晶石矿的测定。

b) 氟硅酸钾容量法(标准法)

测定范围:≥5%。

标准分享网 www.bzfxw.com 免费下载

适用范围：不纯的或含萤石的重晶石矿的测定。

c) 动物胶凝聚重量法(代用法)

测定范围：>2%。

适用范围：不含萤石的重晶石矿的测定。

3.5.2 硅钼蓝分光光度法

3.5.2.1 方法提要

试料经碳酸钠、氢氧化钾熔融，稀盐酸浸取，分取溶液，在0.05 mol/L～0.2 mol/L盐酸介质中，硅酸根离子与钼酸铵生成硅钼杂多酸黄色络合物，以乙醇为稳定剂，提高试液酸度(0.3 mol/L～1.2 mol/L)，加入还原剂将其还原成硅钼蓝，在波长680 nm～700 nm处进行吸光度测定。

3.5.2.2 试剂

3.5.2.2.1 无水碳酸钠(固体)

3.5.2.2.2 氢氧化钾(固体)

3.5.2.2.3 乙醇(无水)

3.5.2.2.4 盐酸(1+1)

3.5.2.2.5 盐酸(1+9)

3.5.2.2.6 盐酸(1+99)

3.5.2.2.7 氨水(1+9)

3.5.2.2.8 硫酸钠溶液(100 g/L)

3.5.2.2.9 抗坏血酸溶液(5 g/L)：现用现配。

3.5.2.2.10 钼酸铵溶液(30 g/L)：称取30 g钼酸铵[$(NH_4)_6Mo_7O_{24}\cdot 4H_2O$]置于烧杯中，加400 mL水，加热至50℃～60℃搅拌使之溶解，用水稀释至1 000 mL，摇匀，过滤后使用。现用现配。

3.5.2.2.11 钼蓝显色液：称取20 g草酸($C_2H_2O_4\cdot 2H_2O$)、10 g硫酸亚铁铵[$(NH_4)_2SO_4\cdot FeSO_4\cdot 6H_2O$]置于盛有65 mL硫酸(1+1)的烧杯中，加适量水加热溶解，冷却后用水稀释至1 000 mL，摇匀、过滤后使用。

3.5.2.2.12 二氧化硅标准溶液

3.5.2.2.12.1 称取0.200 0 g预先经1 000℃±20℃灼烧1 h左右的二氧化硅置于铂坩埚中，加4 g无水碳酸钠，在1 000℃±20℃熔融15 min，用热水浸取，冷却后移入1 000 mL容量瓶中，用水稀释至标线，摇匀，移入塑料瓶中保存。此溶液为$\rho(SiO_2)=200.0\ \mu g/mL$。

3.5.2.2.12.2 移取25 mL二氧化硅标准溶液(3.5.2.2.12.1)置于100 mL容量瓶中，用水稀释至标线，摇匀，移入塑料瓶中保存。此溶液为$\rho(SiO_2)=50.0\ \mu g/mL$。

3.5.2.2.13 对硝基苯酚溶液(1 g/L)

3.5.2.3 仪器设备

3.5.2.3.1 分析天平：感量不大于0.000 1 g。

3.5.2.3.2 分光光度计

3.5.2.4 试样

3.5.2.4.1 试样粒度小于100 μm。

3.5.2.4.2 试样在105℃～110℃干燥2 h～3 h，置于干燥器中冷却至室温。

3.5.2.5 分析步骤

3.5.2.5.1 称取约0.5 g(精确至0.000 1 g)试样置于银坩埚中，加2 g无水碳酸钠(3.5.2.2.1)，混匀，再加4 g氢氧化钾(3.5.2.2.2)，置于高温炉中，升温至700℃～750℃熔融10 min，取出冷却，放入塑料杯中，加40 mL沸水浸取，依次用水和盐酸(3.5.2.2.6)洗净坩埚。在试液中缓慢加入40 mL盐酸(3.5.2.2.4)，边加边搅拌，再加入20 mL硫酸钠溶液(3.5.2.2.8)，搅匀，冷却，转入250 mL容量瓶中，用水稀释至标线，摇匀，静置过夜使溶液澄清(若试料中含有萤石时需采用氟硅酸钾容量法，其操作步骤为摇匀后立即移入塑料杯中静置澄清，分取清液测定)。此溶液为试液D，用以硅、铁、铝、钙、镁等测定。

注：也可采用铂坩埚以碳酸钠为熔剂在950℃～1 000℃熔融10 min。

3.5.2.5.2 分取5 mL～10 mL试液D(本部分3.5.2.5.1)的上层清液(或干过滤)于100 mL容量瓶中，加入1滴对硝基苯酚溶液(3.5.2.2.13)，加水至40 mL左右，用氨水(3.5.2.2.7)中和至黄色，加入4 mL盐酸(3.5.2.2.5)、5 mL乙醇(3.5.2.2.3)，摇匀，再加入10 mL钼酸铵溶液(3.5.2.2.10)，摇匀，放置10 min～20 min。

a) 钼蓝显色液还原法：在试液(本部分3.5.2.5.2)中加入20 mL钼蓝显色液(3.5.2.2.11)，用水稀释至标线，摇匀。放置10 min(室温控制为15℃～30℃)，在波长680 nm～700 nm处进行吸光度测定。

b) 抗坏血酸还原法：在试液(本部分3.5.2.5.2)中加入20 mL盐酸(3.5.2.2.4)、5 mL抗坏血酸溶液(3.5.2.2.9)，用水稀释至标线，摇匀。放置1 h左右(室温控制为15℃～30℃)，在波长680 nm～700 nm处进行吸光度测定。

3.5.2.6 **标准系列溶液**

移取0.00、0.50、1.00、2.00、3.00、4.00、6.00、8.00、10.00 …… mL二氧化硅标准溶液(3.5.2.2.12.2)分别置于100 mL容量瓶中，加入1滴对硝基苯酚溶液(3.5.2.2.13)，加水至40 mL左右，用氨水(3.5.2.2.7)中和至黄色，加入4 mL盐酸(3.5.2.2.5)、5 mL乙醇(3.5.2.2.3)，摇匀，再加入10 mL钼酸铵溶液(3.5.2.2.10)，摇匀，放置10 min～20 min，以下按本部分第3.5.2.5.2条中的a)或b)分析步骤进行，绘制标准系列曲线或者采用仪器浓度直读。

3.5.2.7 **分析结果计算**

3.5.2.7.1 二氧化硅的含量以质量分数$\omega(SiO_2)$计，数值以10^{-2}或%表示，按式(5)计算：

$$\omega(SiO_2)=\frac{m_1\times V_S\times 10^{-6}}{m_S\times V_1}\times 100 \quad \cdots\cdots (5)$$

式中：

m_1——从标准系列曲线上(或浓度直读)所得待测溶液中二氧化硅的量，单位为微克(μg)；

V_S——试液总体积，单位为毫升(mL)；

m_S——试料质量，单位为克(g)；

V_1——分取试液的体积，单位为毫升(mL)。

3.5.2.7.2 分析结果表示至小数点后两位有效数字。

3.5.2.8 **允许差**

测定结果的允许差(见表5)。

表5

二氧化硅的含量(%)	同一实验室允许差(%)	不同实验室允许差(%)
<1	0.20	0.25
≥1	0.35	0.40

3.5.3 **氟硅酸钾容量法**

3.5.3.1 **方法提要**

试料经氢氧化钾熔融、热水浸取、盐酸酸化，分取溶液，在强酸性介质中及钾离子的存在下，可溶性硅酸与过量的氟离子作用，定量生成氟硅酸钾沉淀，经过滤、洗涤除去游离酸后，在热水中水解，生成等量的氢氟酸用氢氧化钠标准滴定溶液滴定，根据其消耗量计算二氧化硅的含量。

3.5.3.2 **试剂**

3.5.3.2.1 氯化钾(固体)

3.5.3.2.2 硝酸(ρ1.42 g/mL)

3.5.3.2.3 氟化钾溶液(150 g/L)：称取15 g氟化钾，加入5 mL无水乙醇及少量水，溶解后用水稀释至100 mL，摇匀，贮存于塑料瓶中。

3.5.3.2.4 硝酸钾、氟化钾混合洗液(70 g/L)：称取50 g硝酸钾、20 g氟化钾置于烧杯中，加水溶解，用

标准分享网 www.bzfxw.com 免费下载

水稀释至1 000 mL，加入几滴溴甲酚紫溶液(5 g/L)，用氢氧化钠标准滴定溶液(0.15 mol/L)调节至明显的紫色，贮存于塑料瓶中。

3.5.3.2.5 二氧化硅标准溶液：称取0.100 0 g预先经1 000℃±20℃灼烧1 h左右的二氧化硅，置于铂坩埚中，加4 g无水碳酸钠，在1 000℃±20℃熔融15 min，用热水提取，冷却后移入1 000 mL容量瓶中，用水稀释至标线，摇匀，移入塑料瓶中保存。此溶液为$\rho(SiO_2)=100.0\ \mu g/mL$。

3.5.3.2.6 氢氧化钠标准滴定溶液[$c(NaOH)=0.15\ mol/L$]

3.5.3.2.6.1 氢氧化钠标准滴定溶液的配制

称取6 g氢氧化钠溶解于水(3.5.3.2.7)中，冷却后用水(3.5.3.2.7)稀释至1 000 mL，摇匀，保存于塑料瓶中(或硬质玻璃瓶中)，瓶塞上装有一支内盛钠石灰的球形管，以防止空气中二氧化碳的影响。

3.5.3.2.6.2 氢氧化钠标准滴定溶液的标定

移取10 mL～20 mL二氧化硅的标准溶液(3.5.3.2.5)于塑料杯中，加入10 mL硝酸(3.5.3.2.2)，以下按本部分第3.5.3.4条分析步骤进行。

3.5.3.2.6.3 氢氧化钠标准滴定溶液对二氧化硅的滴定度按式(6)计算，其值修约至四位小数：

$$T=\frac{\rho\times V_1\times 10^{-3}}{V_2} \quad \cdots\cdots (6)$$

式中：

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

ρ——移取二氧化硅标准溶液的浓度，单位为微克每毫升(μg/mL)；

V_1——移取二氧化硅标准溶液的体积，单位为毫升(mL)；

V_2——消耗氢氧化钠标准滴定溶液的体积，单位为毫升(mL)。

3.5.3.2.7 水：经煮沸过的冷却水，现用现煮。

3.5.3.2.8 酚酞溶液(10 g/L)：称取1 g酚酞($C_{20}H_{14}O_4$)，溶于80 mL无水乙醇中，用水稀释至100 mL，摇匀。

3.5.3.3 **仪器设备**

分析天平：感量不大于0.000 1 g。

3.5.3.4 **分析步骤**

分取50 mL试液D(本部分3.5.2.5.1)的上层清液(或干过滤)于250 mL塑料杯中，加入10 mL硝酸(3.5.3.2.2)、10 g～15 g氯化钾(3.5.3.2.1)，用塑料棒充分搅拌，加入10 mL氟化钾溶液(3.5.3.2.3)，经充分搅拌后放置15 min以上，用定量快速滤纸在塑料漏斗上过滤，以硝酸钾、氟化钾混合洗液(3.5.3.2.4)洗涤塑料杯和沉淀至滤液显紫色，将沉淀连同滤纸一并放入原塑料杯中，加150 mL～200 mL沸水、1 mL酚酞溶液(3.5.3.2.8)，用氢氧化钠标准滴定溶液(3.5.3.2.6)滴定至红色为终点。

3.5.3.5 **分析结果计算**

3.5.3.5.1 二氧化硅的含量以质量分数$\omega(SiO_2)$计，数值以10^{-2}或%表示，按式(7)计算：

$$\omega(SiO_2)=\frac{T\times V_3\times V_S\times 10^{-3}}{m_S\times V_4}\times 100 \quad \cdots\cdots (7)$$

式中：

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

V_3——消耗氢氧化钠标准滴定溶液的体积，单位为毫升(mL)；

V_S——试液总体积，单位为毫升(mL)；

V_4——分取试液的体积，单位为毫升(mL)；

m_S——试料质量，单位为克(g)。

3.5.3.5.2 分析结果表示至小数点后两位有效数字。

3.5.3.6 **允许差**

测定结果的允许差(见表6)。

表 6

同一实验室允许差(%)	不同实验室允许差(%)
0.40	0.45

3.5.4 动物胶凝聚重量法

3.5.4.1 方法提要

试料经碳酸钠、氢氧化钾熔融，热水浸取后用盐酸酸化，分取分离硫酸钡的溶液并蒸发至湿盐状，在盐酸介质中，加入动物胶使硅酸凝聚，析出的沉淀经过滤、灼烧、称重，计算二氧化硅含量。

3.5.4.2 试剂

3.5.4.2.1 盐酸(ρ1.19 g/mL)

3.5.4.2.2 盐酸(1+5)

3.5.4.2.3 盐酸(1+99)

3.5.4.2.4 硫氰酸钾溶液(10 g/L)

3.5.4.2.5 硝酸银溶液(10 g/L)：称取 1 g 硝酸银，溶于水中，加入 5 mL 硝酸(1+1)，用水稀释至 100 mL，摇匀后贮存于棕色瓶中。

3.5.4.2.6 动物胶溶液(10 g/L)：称取 1 g 动物胶，溶于 100 mL 热水中。现用现配。

3.5.4.3 仪器设备

分析天平：感量不大于 0.000 1 g。

3.5.4.4 分析步骤

3.5.4.4.1 分取 100 mL 试液 D(本部分 3.5.2.5.1)的上层清液(或干过滤)置于 250 mL 烧杯中，在沸水浴或电热板上蒸发至湿盐状，取下冷却，用玻璃棒捣碎盐块，继续蒸干，取下冷却。加入 20 mL 盐酸(3.5.4.2.1)，微沸 5 min，降低温度至 70℃～80℃时，加入 10 mL 动物胶溶液(3.5.4.2.6)，充分搅拌后在 70℃～80℃的水浴或电热板上保温 15 min，用定量中速滤纸过滤，用温热的盐酸(3.5.4.2.2)洗涤烧杯 3～4 次，擦净杯壁，再用温热的盐酸(3.5.4.2.3)洗涤沉淀至滤液无铁离子[用硫氰酸钾溶液(3.5.4.2.4)检验]，用水洗涤沉淀至滤液无氯离子[用硝酸银溶液(3.5.4.2.5)检验]，弃去滤液。

3.5.4.4.2 将沉淀连同滤纸一并放入已恒重的瓷坩埚中，置于高温炉内，半开炉门，从低温升起进行灰化，待灰化完成后关闭炉门继续升温至 950℃～1 000℃灼烧 2 h 左右，取出稍冷，放入干燥器中冷却至室温，称重。再在同样温度下反复灼烧，直至恒重。

3.5.4.5 分析结果计算

3.5.4.5.1 二氧化硅的含量以质量分数 $\omega(SiO_2)$ 计，数值以 10^{-2} 或%表示，按式(8)计算：

$$\omega(SiO_2)=\frac{(m_1-m_2)\times V_S}{m_S\times V_1}\times 100 \quad \cdots\cdots (8)$$

式中：

m_1——沉淀加坩埚质量，单位为克(g)；

m_2——空坩埚质量，单位为克(g)；

V_S——试液总体积，单位为毫升(mL)；

m_S——试料质量，单位为克(g)；

V_1——分取试液的体积，单位为毫升(mL)。

3.5.4.5.2 分析结果表示至小数点后两位有效数字。

3.5.4.6 允许差

测定结果的允许差(见表 7)。

表 7

同一实验室允许差(%)	不同实验室允许差(%)
0.40	0.50

标准分享网 www.bzfxw.com 免费下载

3.6 三氧化二铁的测定

3.6.1 方法类别

a) 磺基水杨酸分光光度法(标准法)

测定范围:0.050%～10%。

b) 原子吸收分光光度法(代用法)

测定范围:0.010%～5%。

3.6.2 磺基水杨酸分光光度法

按 JC/T 1021.2—2007 中第 3.3.3 条进行。分取 10 mL～25 mL 试液 D(本部分 3.5.2.5.1)的上层清液(或干过滤)。

3.6.3 原子吸收分光光度法

按 JC/T 1021.2—2007 中第 3.3.5 条进行。分取 5 mL～20 mL 试液 D(本部分 3.5.2.5.1)的上层清液(或干过滤);称取 0.2 g～0.5 g(精确至 0.000 1 g)试样,试样粒度小于 100 μm。

3.7 三氧化二铝的测定

3.7.1 方法类别

铝试剂分光光度法(标准法)

测定范围:<10%。

3.7.2 方法提要

试料经碳酸钠、氢氧化钾熔融,热水浸取后用盐酸酸化,分取分离硫酸钡的溶液,在 pH=4.6～4.8 的条件下,以铝试剂为显色剂,生成红色的络合物,在波长 530 nm～540 nm 处进行吸光度测定。

3.7.3 试剂

3.7.3.1 盐酸(1+9)

3.7.3.2 氨水(1+1)

3.7.3.3 氨水(1+9)

3.7.3.4 硫酸(1+1)

3.7.3.5 抗坏血酸溶液(20 g/L):现用现配。

3.7.3.6 铝试剂显色液(1 g/L):称取 1 g 铝试剂($C_{22}H_{33}N_3O_9$),溶于 200 mL 水中,加 150 g 乙酸铵、60 mL 盐酸(ρ1.19 g/mL),用水稀释至 1 000 mL,摇匀,过滤后使用。

3.7.3.7 三氧化二铝标准溶液

3.7.3.7.1 称取 0.529 3 g 金属铝片[铝表面有氧化膜时,用盐酸(1+9)除去,用水洗净后再用乙醇及乙醚依次洗过,风干后使用]置于 250 mL 烧杯中,加入 50 mL 盐酸(1+4),在水浴上低温溶解,冷却后移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至标线,摇匀。此溶液为 $\rho(Al_2O_3)=1.00$ mg/mL。

3.7.3.7.2 移取 20 mL 三氧化二铝标准溶液(3.7.3.7.1)于 1 000 mL 容量瓶中,加入 5 mL 盐酸(1+1),用水稀释至标线,摇匀。此溶液为 $\rho(Al_2O_3)=20.0$ μg/mL。

3.7.3.8 对硝基苯酚溶液(1 g/L)

3.7.4 仪器设备

3.7.4.1 分析天平:感量不大于 0.000 1 g。

3.7.4.2 分光光度计

3.7.5 分析步骤

分取 5 mL～25 mL 试液 D(本部分 3.5.2.5.1)的上层清液(或干过滤)置于 100 mL 烧杯中,加入 0.5 mL～1 mL 硫酸(3.7.3.4),加热至冒三氧化硫白烟 5 min,移入 100 mL 容量瓶中,加入 1 滴对硝基苯酚溶液(3.7.3.8),先后用氨水(3.7.3.2)、氨水(3.7.3.3)中和至试液呈黄色,再用盐酸(3.7.3.1)中和至恰到无色,加入 1 mL～2 mL(根据铁含量高低而定)抗坏血酸溶液(3.7.3.5),用水冲洗瓶壁并稀释至体积为 50 mL 左右,准确加入 10 mL 铝试剂显色液(3.7.3.6),用水稀释至标线,摇匀。放置 2 h～3 h(放置温度为 25℃～30℃),在波长 530 nm～540 nm 处进行吸光度测定。

注：试料中不含氟时可不加入硫酸(3.7.3.4)，直接分取溶液置于 100 mL 容量瓶中，加入 1 滴对硝基苯酚溶液(3.7.3.8)按本部分第 3.7.5 条分析步骤进行。

3.7.6 标准系列溶液

移取 0.00、1.00、2.00、3.00、4.00、5.00、6.00、8.00、10.00、12.00……mL 三氧化二铝标准溶液(3.7.3.7.2)分别置于 100 mL 容量瓶中，加入 1 滴对硝基苯酚溶液(3.7.3.8)，以下按本部分第 3.7.5 条分析步骤进行，绘制标准系列曲线或者采用仪器浓度直读。

3.7.7 分析结果计算

3.7.7.1 三氧化二铝的含量以质量分数 $\omega(Al_2O_3)$ 计，数值以 10^{-2} 或%表示，按式(9)计算：

$$\omega(Al_2O_3)=\frac{m_1\times V_S\times 10^{-6}}{m_S\times V_1}\times 100 \quad \cdots\cdots (9)$$

式中：

m_1——从标准系列曲线上(或浓度直读)所得待测溶液中三氧化二铝的量，单位为微克(μg)；

V_S——试液总体积，单位为毫升(mL)；

m_S——试料质量，单位为克(g)；

V_1——分取试液的体积，单位为毫升(mL)。

3.7.7.2 分析结果表示至小数点后两位有效数字。

3.7.8 允许差

测定结果的允许差(见表 8)。

表 8

三氧化二铝的含量(%)	同一实验室允许差(%)	不同实验室允许差(%)
<0.10	0.025	0.030
0.10～0.50	0.050	0.060
>0.50～1	0.15	0.20
>1	0.30	0.35

3.8 氧化钙、氧化镁的测定

3.8.1 方法类别

a) EDTA 容量法(标准法)

测定范围：氧化钙>0.50%、氧化镁>0.30%。

b) 原子吸收分光光度法(标准法)

测定范围：氧化钙 0.050%～9%、氧化镁 0.005 0%～4%。

3.8.2 EDTA 容量法

3.8.2.1 方法提要

试料经碳酸钠、氢氧化钾熔融，热水浸取后用盐酸酸化，分取两份分离硫酸钡的试液，以盐酸羟胺和三乙醇胺掩蔽铁、铝等干扰元素；一份试液在 pH≥12 时，以钙黄绿素-酚酞为指示剂，用 EDTA 标准滴定溶液滴定氧化钙；另一份试液在 pH=10 时，以铬黑 T 或酸性铬蓝 K-萘酚绿 B 为指示剂，用 EDTA 标准滴定溶液滴定氧化钙、氧化镁合量，差减得氧化镁的量。

3.8.2.2 试剂

3.8.2.2.1 刚果红试纸

3.8.2.2.2 三乙醇胺(1+2)

3.8.2.2.3 盐酸(1+1)

3.8.2.2.4 硼酸溶液(饱和)

3.8.2.2.5 盐酸羟胺溶液(50 g/L)

3.8.2.2.6 酒石酸钾钠溶液(10 g/L)

标准分享网 www.bzfxw.com 免费下载

3.8.2.2.7 氢氧化钾溶液(200 g/L):贮存于塑料瓶中。

3.8.2.2.8 氢氧化铵-氯化铵缓冲溶液(pH=10):称取 67.5 g 氯化铵,溶于 200 mL 水中,加 570 mL 氨水,用水稀释至 1 000 mL,摇匀。

3.8.2.2.9 氧化钙标准溶液:称取 1.784 8 g 经 150℃±5℃干燥 2 h 左右的碳酸钙于烧杯中,加水至 50 mL左右,盖上表面皿,从杯口滴入 20 mL 盐酸(1+1),加热使其全部溶解,冷却,移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至标线,摇匀。此溶液为 $\rho(CaO)=1.00$ mg/mL。

3.8.2.2.10 EDTA 标准滴定溶液[c(EDTA)=0.012 mol/L]

3.8.2.2.10.1 EDTA 标准滴定溶液的配制

称取 4.5 g 乙二胺四乙酸二钠盐,溶于水中,加热溶解,冷却后用水稀释至 1 000 mL,摇匀。

3.8.2.2.10.2 EDTA 标准滴定溶液对氧化钙滴定度的标定

移取 5 mL～25 mL 氧化钙标准溶液(3.8.2.2.9)于 250 mL 烧杯中,加水至 80 mL 左右,加入 5 mL 三乙醇胺溶液(3.8.2.2.2)、8 mL 氢氧化钾溶液(3.8.2.2.7)、适量的钙黄绿素-酚酞混合指示剂(3.8.2.2.11),以黑色为背景,用 EDTA 标准滴定溶液滴定至绿色荧光消失红色出现为终点。

EDTA 标准滴定溶液对氧化钙滴定度按式(10)计算,其值修约至四位小数:

$$T_1=\frac{\rho\times V_1}{V_2} \qquad (10)$$

式中:

T_1——EDTA 标准滴定溶液对氧化钙的滴定度,单位为毫克每毫升(mg/mL);

ρ——移取氧化钙标准溶液的浓度,单位为毫克每毫升(mg/mL);

V_1——移取氧化钙标准溶液的体积,单位为毫升(mL);

V_2——消耗 EDTA 标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL)。

3.8.2.2.10.3 EDTA 标准滴定溶液对氧化镁滴定度的标定

镁的含量较低,采用换算法,按式(11)计算,其值修约至四位小数:

$$T_2=T_1\times 0.718\,9 \qquad (11)$$

式中:

T_2——EDTA 标准滴定溶液对氧化镁的滴定度,单位为毫克每毫升(mg/mL);

T_1——EDTA 标准滴定溶液对氧化钙的滴定度,单位为毫克每毫升(mg/mL);

0.718 9——氧化钙相当于氧化镁的换算系数。

3.8.2.2.11 钙黄绿素-酚酞混合指示剂:称取 1 g 钙黄绿素($C_{30}H_{26}N_2Na_2O_{13}$)和 0.1 g 酚酞($C_{20}H_{14}O_4$)与 100 g 经 105℃～110℃烘干的氯化钾混匀,研细后保存于磨口瓶中。

3.8.2.2.12 酸性铬蓝 K-萘酚绿 B 混合指示剂:称取 2 g 酸性铬蓝 K 和 5 g 萘酚绿 B 与 100 g 经 105℃～110℃烘干的氯化钾混匀,研细后保存于磨口瓶中。

3.8.2.2.13 铬黑 T 指示剂:称取 1 g 铬黑 T($C_{20}H_{12}N_3NaO_7S$)和 50 g 经 105℃～110℃烘干的氯化钠混匀,研细后保存于棕色磨口瓶中。

3.8.2.3 **仪器设备**

分析天平:感量不大于 0.000 1 g。

3.8.2.4 **分析步骤**

3.8.2.4.1 氧化钙的滴定

分取 25 mL 试液 D(本部分 3.5.2.5.1)的上层清液(或干过滤)于 250 mL 烧杯中,加水至 100 mL 左右,加入 1 mL 盐酸羟胺溶液(3.8.2.2.5)、5 mL～10 mL 硼酸溶液(3.8.2.2.4)、2 mL 三乙醇胺(3.8.2.2.2)、一小片刚果红试纸,以氢氧化钾溶液(3.8.2.2.7)调节至试纸刚变红色并过量 6 mL,加适量的钙黄绿素-酚酞混合指示剂(3.8.2.2.11),以黑色为背景,用 EDTA 标准滴定溶液(3.8.2.2.10)滴定至绿色荧光消失红色出现为终点。

注:若试料中不含萤石,滴定时可不加入饱和硼酸溶液。

3.8.2.4.2 氧化钙、氧化镁合量的滴定

分取 25 mL 试液 D（本部分 3.5.2.5.1）的上层清液（或干过滤）置于 250 mL 烧杯中，加水至 100 mL左右，加入 5 mL 酒石酸钾钠溶液（3.8.2.2.6）、1 mL 盐酸羟胺溶液（3.8.2.2.5）、5 mL～10 mL 硼酸溶液（3.8.2.2.4）、2 mL 三乙醇胺（3.8.2.2.2），放置 5 min，加一小片刚果红试纸，用氢氧化钾溶液（3.8.2.2.7）调节至试纸刚变红色，加入 10 mL 氢氧化铵-氯化铵缓冲溶液（3.8.2.2.8）、适量的铬黑 T 指示剂（3.8.2.2.13）或酸性铬蓝 K-萘酚绿 B 混合指示剂（3.8.2.2.12），用 EDTA 标准滴定溶液（3.8.2.2.10）滴定至纯兰色为终点。

注：若试料中不含萤石，滴定时可不加入饱和硼酸溶液。

3.8.2.5 分析结果计算

3.8.2.5.1 氧化钙的含量以质量分数 ω(CaO)计，数值以 10^{-2}或%表示，按式(12)计算：

$$\omega(\mathrm{CaO})=\frac{T_1\times V_3\times V_S\times 10^{-3}}{m_S\times V_4}\times 100 \quad \cdots\cdots (12)$$

式中：

T_1——EDTA 标准滴定溶液对氧化钙的滴定度，单位为毫克每毫升(mg/mL)；

V_3——滴定氧化钙消耗 EDTA 标准滴定溶液的体积，单位为毫升(mL)；

V_S——试液总体积，单位为毫升(mL)；

m_S——试料质量，单位为克(g)；

V_4——分取试液的体积，单位为毫升(mL)。

3.8.2.5.2 氧化镁的含量以质量分数 ω(MgO)计，数值以 10^{-2}或%表示，按式(13)计算：

$$\omega(\mathrm{MgO})=\frac{T_2\times(V_5-V_3)\times V_S\times 10^{-3}}{m_S\times V_6}\times 100 \quad \cdots\cdots (13)$$

式中：

T_2——EDTA 标准滴定溶液对氧化镁的滴定度，单位为毫克每毫升(mg/mL)；

V_5——滴定氧化钙、氧化镁合量消耗 EDTA 标准滴定溶液的体积，单位为毫升(mL)；

V_3——滴定氧化钙消耗 EDTA 标准滴定溶液的体积，单位为毫升(mL)；

V_S——试液总体积，单位为毫升(mL)；

m_S——试料质量，单位为克(g)；

V_6——分取试液的体积，单位为毫升(mL)。

3.8.2.5.3 分析结果表示至小数点后两位有效数字。

3.8.2.6 允许差

测定结果的允许差（见表 9）。

表 9

测定项目	含量(%)	同一实验室允许差(%)	不同实验室允许差(%)
氧化钙	≤2	0.20	0.25
	>2	0.40	0.45
氧化镁	>0.30	0.15	0.20

3.8.3 原子吸收分光光度法

3.8.3.1 方法提要

试料用高氯酸、氢氟酸分解，在 2%的盐酸介质中，用锶或镧作释放剂，于原子吸收分光光度计上波长氧化钙 422.7 nm、氧化镁 285.2 nm 处，以空气-乙炔火焰进行测定。

3.8.3.2 试剂

3.8.3.2.1 高氯酸（ρ1.68 g/mL）

3.8.3.2.2 氢氟酸（ρ1.15 g/mL）

标准分享网 www.bzfxw.com 免费下载

3.8.3.2.3 盐酸(1+1)

3.8.3.2.4 氯化锶溶液(250 g/L)

3.8.3.2.5 氧化钙、氧化镁混合标准溶液

3.8.3.2.5.1 氧化钙标准溶液 ρ(CaO)=1.00 mg/mL:配制方法同本部分 3.8.2.2.9。

3.8.3.2.5.2 氧化镁标准溶液:称取 1.000 0 g 经 800℃±20℃灼烧 2 h 左右的氧化镁于 400 mL 烧杯中,加 20 mL 盐酸(1+1),溶解后移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至标线,摇匀。此溶液为 ρ(MgO)=1.00 mg/mL。

3.8.3.2.5.3 分别移取 50 mL 氧化钙标准溶液(3.8.3.2.5.1)和 25 mL 氧化镁标准溶液(3.8.3.2.5.2)于 500 mL 容量瓶中,用水稀释至标线,摇匀。此溶液为 ρ(CaO)=100.0 μg/mL、ρ(MgO)=50.0 μg/mL。

3.8.3.3 仪器设备

3.8.3.3.1 分析天平:感量不大于 0.000 1 g。

3.8.3.3.2 原子吸收分光光度计

3.8.3.4 试样

3.8.3.4.1 试样粒度小于 100 μm。

3.8.3.4.2 试样在 105℃~110℃干燥 2 h~3 h,置于干燥器中冷却至室温。

3.8.3.5 分析步骤

称取 0.2 g~0.5 g(精确至 0.000 1 g)试样置于铂坩埚中,用水润湿,加入 0.5 mL 高氯酸(3.8.3.2.1)、10 mL~15 mL 氢氟酸(3.8.3.2.2),在电热板上加热分解至白烟冒尽(若试样分解不完全可在未蒸干前补加氢氟酸),取下冷却,加入 0.5 mL 高氯酸(3.8.3.2.1),在电热板上加热至白烟冒尽,取下冷却,加入 4 mL 盐酸(3.8.3.2.3)、10 mL~15 mL 水,加热使可溶性盐类溶解,冷却,移入 100 mL 容量瓶中,加入 10 mL 氯化锶溶液(3.8.3.2.4),用水稀释至标线,摇匀。按本部分第 3.8.3.7 条测量。

3.8.3.6 标准系列溶液

移取 0.00、0.50、1.00、2.00、3.00、4.00、5.00、7.00、9.00……mL 氧化钙、氧化镁混合标准溶液(3.8.3.2.5.3)分别置于 100 mL 容量瓶中,加水至 50 mL 左右,加入 4 mL 盐酸(3.8.3.2.3)、10 mL 氯化锶溶液(3.8.3.2.4),用水稀释至标线,摇匀。按本部分第 3.8.3.7 条测量,绘制氧化钙、氧化镁标准系列曲线或者采用仪器浓度直读。

3.8.3.7 测量

在原子吸收分光光度计上,根据仪器操作规程将仪器调至最佳工作状态,调节波长为氧化钙 422.7 nm、氧化镁 285.2 nm,点燃空气-乙炔火焰,用水调零,依次喷测标准系列溶液和待测溶液,在喷测待测溶液的过程中,须经常喷测标准系列溶液中的某一份,以检查仪器是否稳定。

3.8.3.8 分析结果计算

3.8.3.8.1 氧化钙、氧化镁的含量以质量分数 ω(CaO)、ω(MgO)计,数值以 10^{-2} 或%表示,按式(14)计算:

$$\omega(\mathrm{CaO、MgO})=\frac{m_1\times10^{-6}}{m_S}\times100 \quad \cdots\cdots (14)$$

式中:

m_1——从标准系列曲线上(或浓度直读)所得待测溶液中氧化钙、氧化镁的量,单位为微克(μg);

m_S——试料质量,单位为克(g)。

3.8.3.8.2 分析结果表示至小数点后两位有效数字。

3.8.3.9 允许差

测定结果的允许差(见表 10)。

表 10

测定项目	含量(%)	同一实验室允许差(%)	不同实验室允许差(%)
氧化钙	<0.50	0.060	0.080
	0.50～1	0.15	0.20
	>1	0.30	0.35
氧化镁	<0.050	0.008 0	0.008 5
	0.050～0.50	0.040	0.045
	>0.50	0.15	0.20

3.9 氧化钾、氧化钠的测定

3.9.1 方法类别

原子吸收分光光度法(标准法)

测定范围:氧化钾≥0.005 0%、氧化钠≥0.005 0%。

3.9.2 原子吸收分光光度法

按 JC/T 1021.2—2007 中第 3.7.2 条进行。称取 0.2 g～0.5 g(精确至 0.000 1 g)试样,试样粒度小于 100 μm;测定结果的允许差(见表 11)。

表 11

(氧化钾+氧化钠)含量(%)	同一实验室允许差(%)	不同实验室允许差(%)
<0.050	0.005 0	0.006 0
0.050～0.50	0.040	0.045
>0.10～1	0.15	0.20
>1	0.25	0.30

3.10 硫酸锶的测定

3.10.1 方法类别

原子吸收分光光度法(标准法)

测定范围:0.010%～8%。

3.10.2 方法提要

试料用碳酸钠熔融(为总锶量测定),或经盐酸(1+9)溶解、残渣用碳酸钠熔融(为硫酸锶测定),水浸取后将碳酸盐沉淀滤出,用盐酸溶解沉淀,分取溶液,在 2%的硝酸介质中,加氯化镧作释放剂,于原子吸收分光光度计上波长 460.7 nm 处,以空气-乙炔火焰进行锶的测定。

3.10.3 试剂

3.10.3.1 硝酸(1+1)

3.10.3.2 氯化镧溶液(25 g/L)

3.10.3.3 EDTA 溶液(100 g/L):称取 10 g 乙二胺四乙酸二钠盐,溶于水中,加热溶解,冷却后用水稀释至 100 mL,摇匀,过滤后使用。

3.10.3.4 氧化锶标准溶液

3.10.3.4.1 称取 2.042 4 g 经 105℃～110℃干燥 2 h 左右的硝酸锶[$Sr(NO_3)_2$]于烧杯中,加水溶解,移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至标线,摇匀。此溶液为 $\rho(SrO)=1.00$ mg/mL。

3.10.3.4.2 移取 100 mL 氧化锶标准溶液(3.10.3.4.1)于 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至标线,摇匀。此溶液为 $\rho(SrO)=100.0$ μg/mL。

3.10.4 仪器设备

3.10.4.1 分析天平:感量不大于 0.000 1 g。

3.10.4.2 原子吸收分光光度计

标准分享网 www.bzfxw.com 免费下载

3.10.5 分析步骤

分取 100 mL 试液 A(本部分 3.1.6.2)或者试液 C(本部分 3.2.6.2)置于 250 mL 烧杯中,于电热板上蒸发至干,加入 4 mL 硝酸(3.10.3.1),加热使可溶性盐类溶解,冷却后移入 100 mL 容量瓶中,加入 2 mLEDTA 溶液(3.10.3.3)、2 mL 氯化镧溶液(3.10.3.2),用水稀释至标线,摇匀。按本部分第 3.10.7 条测量。

注:分取试液 A(3.1.6.2)测定时测定结果为试料中的硫酸锶含量;分取试液 C(3.2.6.2)测定时测定结果为试料中的总锶量(以硫酸锶形式表示)。

3.10.6 标准系列溶液

移取 0.00、1.00、2.00、3.00、5.00、7.00、9.00、11.00……mL 氧化锶标准溶液(3.10.3.4.2)分别置于 100 mL 容量瓶中,加入 4 mL 硝酸(3.10.3.1)、2 mL EDTA 溶液(3.10.3.3)、2 mL 氯化镧溶液(3.10.3.2),用水稀释至标线,摇匀。按本部分第 3.10.7 条测量,绘制标准系列曲线或者采用仪器浓度直读。

3.10.7 测量

在原子吸收分光光度计上,根据仪器操作规程将仪器调至最佳工作状态,调节波长 460.7 nm,点燃空气-乙炔火焰,用水调零,依次喷测标准系列溶液和待测溶液,在喷测待测溶液的过程中,须经常喷测标准系列溶液中的某一份,以检查仪器是否稳定。

3.10.8 分析结果计算

3.10.8.1 硫酸锶的含量以质量分数 $\omega(SrSO_4)$ 计,数值以 10^{-2} 或%表示,按式(15)计算:

$$\omega(SrSO_4)=\frac{m_1\times V_S\times 10^{-6}\times 1.772\,6}{m_S\times V_1}\times 100 \quad \cdots\cdots (15)$$

式中:

m_1——从标准系列曲线上(或浓度直读)所得待测溶液中氧化锶的量,单位为微克(μg);

V_S——试液总体积,单位为毫升(mL);

m_S——试料质量,单位为克(g);

V_1——分取试液的体积,单位为毫升(mL);

1.772 6——氧化锶相当于硫酸锶的换算系数。

3.10.8.2 分析结果表示至小数点后两位有效数字。

3.10.9 允许差

测定结果的允许差(见表 12)。

表 12

硫酸锶的含量(%)	同一实验室允许差(%)	不同实验室允许差(%)
<0.50	0.060	0.080
≥0.50	0.15	0.20

3.11 烧失量的测定(标准法)

按 JC/T 1021.2—2007 中第 3.1 条进行。试样粒度小于 100 μm;测定结果的允许差(见表 13)。

表 13

烧失量的含量(%)	同一实验室允许差(%)	不同实验室允许差(%)
<1	0.20	0.25
≥1	0.35	0.40

中 华 人 民 共 和 国
建 材 行 业 标 准
非金属矿物和岩石化学分析方法
第7部分 重晶石矿化学分析方法
JC/T 1021.7—2007
*
中国建材工业出版社出版
建筑材料工业技术监督研究中心(原国家建筑
材料工业局标准化研究所)发行
新华书店北京发行所发行 各地新华书店经售
地矿经研院印刷厂印刷
版权所有 不得翻印
*
开本 880×1230 1/16 印张 1.5 字数 39 千字
2007 年 9 月第一版 2007 年 9 月第一次印刷
印数 1—500 定价 16.00 元
书号:1580227·084
*
编号:0441

标准分享网 www.bzfxw.com 免费下载