



中华人民共和国建材行业标准

JC/T 1021.4—2007

非金属矿物和岩石化学分析方法
第4部分 滑石矿化学分析方法

Methods for chemical analysis of nonmetal mineral and rock
—Part 4: Methods for chemical analysis of talcum

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

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 4 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：张雅琴、麻娟侠、段大桂。

本部分为首次发布。

非金属矿物和岩石化学分析方法
第 4 部分 滑石矿化学分析方法

1 范围

本部分规定了滑石矿主要成分的化学分析方法。
本部分适用于滑石矿成分分析。

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 化合水的测定

3.1.1 方法类别

平菲尔特法(标准法)
测定范围： $>0.50\%$ 。

3.1.2 方法提要

试料置于平菲尔特管(三球管)的底部，以钨酸钠作助熔剂，高温进行热解，灼烧至白炽状，析出的水份凝聚在管内，将含有水份的玻璃管称重，烘干水份后再称重，两次重量之差即为化合水的重量。

3.1.3 试剂

钨酸钠：经 $400^{\circ}\text{C}\sim 500^{\circ}\text{C}$ 灼烧 2 h 左右并研磨成粉状，放入干燥器内备用。

3.1.4 仪器设备

3.1.4.1 分析天平：感量不大于 0.000 1 g。

3.1.4.2 平菲尔特管(见图 1)：玻璃三球管，测定前于 $105^{\circ}\text{C}\sim 110^{\circ}\text{C}$ 烘干。

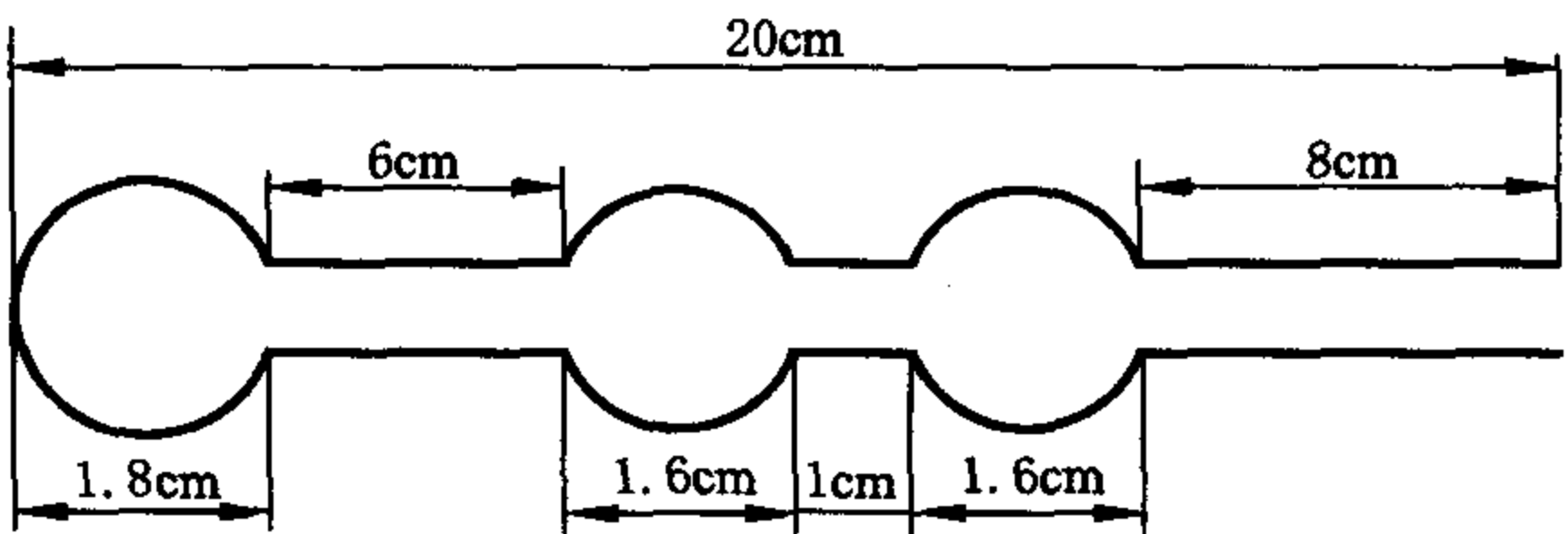


图 1 平菲尔特管

3.1.5 试样

3.1.5.1 试样粒度小于 $75\mu\text{m}$ 。

3.1.5.2 试样在 $105^{\circ}\text{C}\sim 110^{\circ}\text{C}$ 干燥 2 h~3 h，置于干燥器中冷却至室温。

3.1.6 分析步骤

3.1.6.1 在平菲尔特管(三球管)中插入细颈漏斗至底球,称取约 0.2 g(精确至 0.000 1 g)试样和 0.5 g 钨酸钠经细颈漏斗装入平菲尔特管(三球管)的底球内,抽出细颈漏斗(勿使试料粘附在细颈漏斗和管壁上),将试料与钨酸钠混匀。在三球管的管口处套上带有毛细管的乳胶管,用湿布包裹空球,放平三球管,开口一端稍微向下倾斜,在喷灯的低温处预热盛有试料的底球 2 min~3 min,再在高温处灼烧 15 min 左右(边加热边旋转以免底球软化下垂),且不时向湿布处滴冷水,使逸出的水分充分冷却,待水份完全释出后,将盛有试料的底球熔封并弃去,取下、冷至室温。取下带有毛细管的乳胶管和湿纱布,用干布擦净玻璃球管的外部,称重。

3.1.6.2 将带水的玻璃球管放入烘箱内,在 105℃~110℃干燥 2 h~3 h 使玻璃球内的水份烘干,取出,冷却至室温,称重。

3.1.7 分析结果计算

3.1.7.1 化合水的含量以质量分数 $w(\text{H}_2\text{O}^+)$ 计,数值以 10^{-2} 或 % 表示,按式(1)计算:

$$w(\text{H}_2\text{O}^+) = \frac{m_1 - m_2}{m_s} \times 100 \dots\dots\dots (1)$$

式中:

- m_1 ——玻璃球管加水分质量,单位为克(g);
- m_2 ——烘干后的玻璃球管质量,单位为克(g);
- m_s ——试料质量,单位为克(g)。

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(%)
0.40	0.50

3.2 二氧化硅的测定

3.2.1 方法类别

- a) 两次盐酸蒸干重量法(标准法)
测定范围:≥5%。
- b) 动物胶凝聚重量法(代用法)
测定范围:>2%。
- c) 氟硅酸钾容量法(代用法)
测定范围:≥5%。

3.2.2 两次盐酸蒸干重量法

3.2.2.1 方法提要

试料经碳酸钠熔融、热水浸取,在盐酸介质中,采用两次蒸干脱水,过滤,合并两次沉淀,灼烧至恒重,再用氢氟酸处理灼烧后的沉淀,根据失去的重量计算二氧化硅含量。

3.2.2.2 试剂

- 3.2.2.2.1 焦硫酸钾(固体)
- 3.2.2.2.2 无水碳酸钠(固体)
- 3.2.2.2.3 氢氟酸(ρ 1.15g/mL)
- 3.2.2.2.4 盐酸(ρ 1.19g/mL)
- 3.2.2.2.5 盐酸(1+1)

3.2.2.2.6 盐酸(1+9)

3.2.2.2.7 盐酸(1+99)

3.2.2.2.8 硫酸(1+1)

3.2.2.2.9 硫氰酸钾溶液(10 g/L)

3.2.2.2.10 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。

3.2.2.3 仪器设备

分析天平:感量不大于 0.000 1 g。

3.2.2.4 试样

3.2.2.4.1 试样粒度小于 75 μ m。

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

3.2.2.5 分析步骤

3.2.2.5.1 称取约 0.5 g(精确至 0.000 1 g)试样置于铂坩埚中,加 3 g~4 g 无水碳酸钠(3.2.2.2.2),混匀,再覆盖一薄层无水碳酸钠(3.2.2.2.2),放入高温炉中内,在 950℃~1 000℃熔融 20 min,取出冷却。

用滤纸擦净坩埚外壁,放入盛有 100 mL 左右沸水的 250 mL 烧杯中,盖上表面皿,稍凉,缓慢加入 30 mL 盐酸(3.2.2.2.5),待反应停止、熔块脱落后,洗出坩埚盖和坩埚。试液在沸水浴或电热板上缓慢蒸干,用玻璃棒捣碎盐块,放入 105℃~110℃烘箱中烘烤 1 h 左右,取出,加入 5 mL 盐酸(3.2.2.2.4),放置 10 min,加热搅拌使盐类溶解,冷却后用定量慢速滤纸过滤,用盐酸(3.2.2.2.7)洗涤沉淀至滤液无铁离子[用硫氰酸钾溶液(3.2.2.2.9)检验],再用温水洗涤沉淀至滤液无氯离子[用硝酸银溶液(3.2.2.2.10)检验],滤液承接于 250 mL 烧杯中。

3.2.2.5.2 将上述滤液在沸水浴或电热板上缓慢蒸干,以下按本部分第 3.2.2.5.1 条进行,重复烘干、加酸溶解、过滤,滤液承接于 250 mL 容量瓶中。

3.2.2.5.3 合并两次沉淀置于铂坩埚中,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 950℃~1 000℃灼烧 1 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。

3.2.2.5.4 将恒重后的沉淀用水润湿,加入 0.5 mL 硫酸(3.2.2.2.8)、6 mL~8 mL 氢氟酸(3.2.2.2.3),在电热板上蒸发至近干,再加入 5 mL 氢氟酸(3.2.2.2.3),继续加热至白烟冒尽,将铂坩埚移入高温炉内于 950℃~1 000℃灼烧 1 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。

3.2.2.5.5 残渣中加 4 g 焦硫酸钾(3.2.2.2.1),移至 650℃~750℃的高温炉中熔融至熔体清亮(15 min~20 min),冷却,加入 40 mL 热盐酸(3.2.2.2.6)浸取,洗出坩埚,加热试液使熔块完全溶解,冷却后移入已承接有滤液的 250 mL 容量瓶中,用水稀释至标线,摇匀。此溶液为试液 A,用以铁、铝、钛、钙、镁等项目测定。

注:如果不测定其他项目可不进行 3.2.2.5.5 步骤。

3.2.2.6 分析结果计算

3.2.2.6.1 二氧化硅的含量以质量分数 $w(\text{SiO}_2)$ 计,数值以 10^{-2} 或 % 表示,按式(2)计算:

$$w(\text{SiO}_2) = \frac{m_1 - m_2}{m_s} \times 100 \dots \dots \dots (2)$$

式中:

m_1 ——氢氟酸处理前沉淀加坩埚质量,单位为克(g);

m_2 ——氢氟酸处理后残渣加坩埚质量,单位为克(g);

m_s ——试料质量,单位为克(g)。

3.2.2.6.2 分析结果表示至小数点后两位有效数字。

3.2.2.7 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

3.2.3 动物胶凝聚重量法

3.2.3.1 方法提要

试料经氢氧化钠熔融,在盐酸介质中,加动物胶使硅酸凝聚,析出的沉淀经过滤、灼烧、称重,计算二氧化硅的含量。

3.2.3.2 试剂

3.2.3.2.1 氢氧化钠(固体)

3.2.3.2.2 盐酸(ρ 1.19g/mL)

3.2.3.2.3 乙醇(无水)

3.2.3.2.4 盐酸(1+5)

3.2.3.2.5 盐酸(1+99)

3.2.3.2.6 硫氰酸钾溶液(10 g/L)

3.2.3.2.7 硝酸银溶液(10 g/L):配制方法同本部分 3.2.2.2.10。

3.2.3.2.8 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。

3.2.3.3 仪器设备

分析天平:感量不大于 0.000 1 g。

3.2.3.4 试样

3.2.3.4.1 试样粒度小于 75 μ m。

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

3.2.3.5 分析步骤

3.2.3.5.1 称取约 0.5 g(精确至 0.000 1 g)试样置于银坩埚中,加入数滴乙醇(3.2.3.2.3)润湿,加 4 g~5 g 氢氧化钠(3.2.3.2.1),盖上银坩埚盖(应留有缝隙),放入高温炉内,升温至 600℃~650℃熔融 10 min~20 min,取出冷却。

注:若试料难熔时,可采用铂坩埚以无水碳酸钠为熔剂于 950℃~1 000℃熔融 10 min~20 min。

3.2.3.5.2 用滤纸擦净坩埚外壁,放入盛有 100 mL 左右沸水的 250 mL 烧杯中,盖上表面皿,稍凉,缓慢加入 20 mL 盐酸(3.2.3.2.2),待反应停止、熔块脱落后,洗出坩埚盖和坩埚。试液在沸水浴或电热板上蒸发至湿盐状,取下稍冷,用玻璃棒捣碎盐块,继续蒸干,取下冷却,加入 20 mL 盐酸(3.2.3.2.2),煮沸 5 min,降低温度至 70℃~80℃时加入 10 mL 动物胶溶液(3.2.3.2.8),充分搅拌后于 70℃~80℃水浴中或电热板上保温 15 min,用定量中速滤纸过滤,用温热的盐酸(3.2.3.2.4)洗涤烧杯 3~4 次,擦净杯壁,再用温热的盐酸(3.2.3.2.5)洗涤沉淀至滤液无铁离子[用硫氰酸钾溶液(3.2.3.2.6)检验],用水洗涤沉淀至滤液无氯离子[用硝酸银溶液(3.2.3.2.7)检验],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,用以铁、铝、钛、钙、镁等测定。

3.2.3.5.3 将沉淀连同滤纸一并放入已恒重的瓷坩埚中,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 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。

3.2.3.6 分析结果计算

3.2.3.6.1 二氧化硅的含量以质量分数 $w(\text{SiO}_2)$ 计,数值以 10^{-2} 或 % 表示,按式(3)计算:

$$w(\text{SiO}_2)=\frac{m_1-m_2}{m_s}\times 100\cdots\cdots\cdots (3)$$

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);
- m_s ——试料质量,单位为克(g)。

3.2.3.6.2 分析结果表示至小数点后两位有效数字。

3.2.3.7 允许差

测定结果的允许差(见表 3)。

表 3

二氧化硅的含量(%)	同一室实验室允许差(%)	不同实验室允许差(%)
<30	0.50	0.55
≥30	0.60	0.65

3.2.4 氟硅酸钾容量法

按 JC/T 1021.2—2007 中第 3.2.6 条进行。

3.3 三氧化二铁的测定

3.3.1 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) EDTA 容量法(标准法)
测定范围:>0.50%。
- c) 原子吸收分光光度法(代用法)
测定范围:0.010%~5%。

3.3.2 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 5 mL~25 mL 试液 A(本部分 3.2.2.5.5)或试液 B(本部分 3.2.3.5.2)。

3.3.3 EDTA 容量法

按 JC/T 1021.2—2007 中第 3.3.2 条进行。分取 25 mL 试液 A(本部分 3.2.2.5.5)或试液 B(本部分 3.2.3.5.2)。

滴定铁后的溶液为试液 C,可继续留作三氧化二铝的络合滴定。

3.3.4 原子吸收分光光度法

按 JC/T 1021.2—2007 中第 3.3.5 条进行。称取约 0.1 g(精确至 0.000 1 g)试样;分取 5 mL~20 mL试液 A(本部分 3.2.2.5.5)或试液 B(本部分 3.2.3.5.2)。

3.4 三氧化二铝的测定

3.4.1 方法类别

- a) KF 取代-EDTA 容量法(标准法)
测定范围:>2%。
- b) 铝试剂分光光度法(标准法)
测定范围:<10%。
- c) EDTA 容量法(代用法)
测定范围:2%~20%。

3.4.2 KF 取代-EDTA 容量法

按 JC/T 1021.2—2007 中第 3.4.2 条进行。分取 25 mL 试液 A(本部分 3.2.2.5.5)或试液 B(本部分 3.2.3.5.2)或使用滴定铁后的试液 C(本部分第 3.3.3 条);测定结果的允许差(见表 4)。

表 4

同一实验室的允许差(%)	不同实验室的允许差(%)
0.25	0.30

3.4.3 铝试剂分光光度法

按 JC/T 1021.2—2007 中第 3.4.3 条进行。分取 5 mL 试液 A(本部分 3.2.2.5.5)或试液 B(本部分 3.2.3.5.2)。

3.4.4 EDTA 容量法

按 JC/T 1021.2—2007 中第 3.4.4 条进行。使用滴定铁后的试液 C(本部分 3.3.3)。

3.5 二氧化钛的测定

3.5.1 方法类别

- a) 二安替比林甲烷分光光度法(标准法)
测定范围:0.050%~7%。
- b) 过氧化氢分光光度法(代用法)
测定范围:0.20%~8%。

3.5.2 二安替比林甲烷分光光度法

按 JC/T 1021.2—2007 中第 3.5.2 条进行。分取 10 mL~25 mL 试液 A(本部分 3.2.2.5.5)或试液 B(本部分 3.2.3.5.2)。

3.5.3 过氧化氢分光光度法

按 JC/T 1021.2—2007 中第 3.5.3 条进行。分取 10 mL~20 mL 试液 A(本部分 3.2.2.5.5)或试液 B(本部分 3.2.3.5.2)。

3.6 氧化钙总量、氧化镁总量的测定

3.6.1 方法类别

- a) EDTA 容量法(标准法)
测定范围:氧化钙>0.50%;氧化镁>5%。
- b) 原子吸收分光光度法测定氧化钙总量(标准法)
测定范围:0.050%~9%。

3.6.2 EDTA 容量法

3.6.2.1 方法提要

试料经碱熔,盐酸浸取,分取分离二氧化硅后的溶液,用六次甲基四胺分离干扰元素后分取两份溶液,一份以三乙醇胺为掩蔽剂,以糊精为分散剂,在 pH≥12 的条件下,以钙-羧酸钠为指示剂,用 EDTA 标准滴定溶液滴定氧化钙;另一份在 pH=10 的条件下,以酸性铬蓝 K-萘酚绿 B 为指示剂,用 EDTA 标准滴定溶液滴定氧化钙、氧化镁含量,差减得氧化镁的量。

3.6.2.2 试剂

- 3.6.2.2.1 六次甲基四胺(固体)
- 3.6.2.2.2 三乙醇胺(1+2)
- 3.6.2.2.3 盐酸(1+1)
- 3.6.2.2.4 氢氧化钠溶液(200 g/L):贮存于塑料瓶中。
- 3.6.2.2.5 糊精溶液(50 g/L):称取 20 g 糊精 $[(C_6H_{10}O_5)_n - xH_2O]$ 于 500 mL 烧杯中,用少量水调匀,加 350 mL 沸水,不断搅拌至全部溶解,冷却后加入 8 mL 氢氧化钠溶液(3.6.2.2.4),加适量的酸性铬蓝 K-萘酚绿 B 混合指示剂(3.6.2.2.11),用 EDTA 标准滴定溶液(3.6.2.2.9)滴定至纯兰色,再用盐酸(1+1)中和至试液呈鲜红色。现用现配。
- 3.6.2.2.6 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。

3.6.2.2.7 氧化钙标准溶液:称取 1.784 8g 经 $150^{\circ}\text{C} \pm 5^{\circ}\text{C}$ 干燥 2 h 左右的碳酸钙于烧杯中,加 50 mL 水,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 $\rho(\text{CaO})=1.00 \text{ mg/mL}$ 。

3.6.2.2.8 氧化镁标准溶液:称取 1.000 0 g 经 $800^{\circ}\text{C} \pm 20^{\circ}\text{C}$ 灼烧 2 h 左右的氧化镁于 400 mL 烧杯中,加入 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 $\rho(\text{MgO})=1.00 \text{ mg/mL}$ 。

3.6.2.2.9 EDTA 标准滴定溶液 [$c(\text{EDTA})=0.012 \text{ mol/L}$]

3.6.2.2.9.1 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 中,摇匀。

3.6.2.2.9.2 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(3.6.2.2.7)于 250 mL 烧杯中,加水至 80 mL 左右,加入 8 mL 氢氧化钠溶液(3.6.2.2.4)、适量的钙-羧酸钠指示剂(3.6.2.2.10),用 EDTA 标准滴定溶液滴定至纯兰色为终点。

EDTA 标准滴定溶液对氧化钙的滴定度按式(4)计算,其值修约至四位小数:

$$T_1 = \frac{\rho_1 \times V_1}{V_2} \dots\dots\dots (4)$$

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_1 ——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)。

3.6.2.2.9.3 EDTA 标准滴定溶液对氧化镁滴定度的标定

移取 5 mL~25 mL 氧化镁标准溶液(3.6.2.2.8)于烧杯中,加水至 80 mL 左右,加入 10 mL 氢氧化铵-氯化铵缓冲溶液(3.6.2.2.6)、适量的酸性铬蓝 K-萘酚绿 B 混合指示剂(3.6.2.2.11),用 EDTA 标准滴定溶液滴定至纯兰色为终点。

EDTA 标准滴定溶液对氧化镁的滴定度按式(5)计算,其值修约至四位小数:

$$T_2 = \frac{\rho_2 \times V_3}{V_4} \dots\dots\dots (5)$$

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);

ρ_2 ——移取氧化镁标准溶液的浓度,单位为毫克每毫升(mg/mL);

V_3 ——移取氧化镁标准溶液的体积,单位为毫升(mL);

V_4 ——消耗 EDTA 标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL)。

3.6.2.2.10 钙-羧酸钠指示剂:称取 1 g 钙-羧酸钠($\text{C}_{21}\text{H}_{13}\text{N}_2\text{NaO}_7\text{S}$)与 50 g 经 $105^{\circ}\text{C} \sim 110^{\circ}\text{C}$ 烘干的氯化钠混匀,研细后保存于棕色磨口瓶中。

3.6.2.2.11 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 $105^{\circ}\text{C} \sim 110^{\circ}\text{C}$ 烘干的氯化钾混匀、研细后保存于磨口瓶中。

3.6.2.3 仪器设备

分析天平:感量不大于 0.000 1 g。

3.6.2.4 分析步骤

3.6.2.4.1 试液的制备

分取 100 mL 试液 A(本部分 3.2.2.5.5)或试液 B(本部分 3.2.3.5.2)置于 150 mL 烧杯中,在电热

板上蒸发至近干,加入 2 g~4 g 六次甲基四胺(3.6.2.2.1),混匀,再加 30 mL 热水,充分搅拌,加热煮沸后取下冷却,移入 100 mL 容量瓶中,用水稀释至标线,摇匀,澄清(或干过滤),此溶液为试液 D。

注:若试料中含锰及其他重金属干扰时,沉淀分离时在加六次甲基四胺后温热 2 min~3 min,加入 2 mL 铜试剂(50 g/L)再加热煮沸。

3.6.2.4.2 氧化钙的滴定

分取 20 mL 上层清液或经干过滤的试液 D(本部分 3.6.2.4.1)于 250 mL 烧杯中,加水至 100 mL 左右,加入 2~4 滴盐酸(3.6.2.2.3)、1 mL 三乙醇胺(3.6.2.2.2)、15 mL 糊精(3.6.2.2.5)、8 mL 氢氧化钠溶液(3.6.2.2.4)、适量的钙-羧酸钠指示剂(3.6.2.2.10),用 EDTA 标准滴定溶液(3.6.2.2.9)滴定至纯兰色为终点。

注 1:根据不同类型的滑石,有的也可采取不加糊精,用钙黄绿素-酚酞混合指示剂,在 pH≥12 的条件下直接滴定。

注 2:若铁铝含量较低时,可不采用六次甲基四胺分离,直接分取分离二氧化硅后的溶液,加入 2 mL 盐酸羟胺溶液(50 g/L)、2 mL 三乙醇胺(1+2)、15 mL 糊精(3.6.2.2.5),加一小片刚果红试纸,用氢氧化钠溶液(3.6.2.2.4)调至试纸刚变红色并过量 6 mL,加适量的钙-羧酸钠指示剂(3.6.2.2.10),用 EDTA 标准滴定溶液(3.6.2.2.9)滴定至纯兰色为终点。

3.6.2.4.3 氧化钙、氧化镁含量的滴定

分取 20 mL 上层清液或经干过滤的试液 D(本部分 3.6.2.4.1)于 250 mL 烧杯中,加水至 100 mL 左右,加入 2~4 滴盐酸(3.6.2.2.3)、2 mL 三乙醇胺(3.6.2.2.2)、10 mL 氢氧化铵-氯化铵缓冲溶液(3.6.2.2.6)、适量的酸性铬蓝 K-萘酚绿 B 混合指示剂(3.6.2.2.11),用 EDTA 标准滴定溶液(3.6.2.2.9)滴定至纯兰色为终点。

注:若铁铝含量较低时,可不采用六次甲基四胺分离,直接分取分离二氧化硅后的溶液,加入 5 mL 酒石酸钾钠溶液(10 g/L)、2 mL 盐酸羟胺溶液(50 g/L)、2 mL 三乙醇胺(1+2)、加一小片刚果红试纸,用氢氧化钠溶液(3.6.2.2.4)调至试纸刚变红色,加入 10 mL 氢氧化铵-氯化铵缓冲溶液(3.6.2.2.6),加适量的酸性铬蓝 K-萘酚绿 B 混合指示剂(3.6.2.2.11),用 EDTA 标准滴定溶液(3.6.2.2.9)滴定至纯兰色为终点。

3.6.2.5 分析结果计算

3.6.2.5.1 氧化钙的含量以质量分数 $w(\text{CaO})$ 计,数值以 10^{-2} 或 % 表示,按式(6)计算:

$$w(\text{CaO}) = \frac{T_1 \times V_5 \times V_s \times 10^{-3}}{m_s \times V_6} \times 100 \dots\dots\dots (6)$$

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_5 ——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)。

3.6.2.5.2 氧化镁的含量以质量分数 $w(\text{MgO})$ 计,数值以 10^{-2} 或 % 表示,按式(7)计算:

$$w(\text{MgO}) = \frac{T_2 \times (V_7 - V_5) \times V_s \times 10^{-3}}{m_s \times V_8} \times 100 \dots\dots\dots (7)$$

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_7 ——滴定氧化钙、氧化镁含量消耗的 EDTA 标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);
- V_5 ——滴定氧化钙消耗的 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_8 ——分取试液的体积,单位为毫升(mL)。

3.6.2.5.3 分析结果表示至小数点后两位有效数字。

3.6.2.6 允许差

测定结果的允许差(见表 5)。

表 5

测定项目	同一实验室允许差(%)	不同实验室允许差(%)
氧化钙	0.25	0.30
氧化镁	0.45	0.50

3.6.3 原子吸收分光光度法测定氧化钙总量

3.6.3.1 方法提要

试料经高氯酸、氢氟酸分解或分取分离二氧化硅后的溶液,在 2% 的盐酸介质中,加铈盐作释放剂消除干扰,于原子吸收分光光度计上波长 422.7 nm 处,以空气-乙炔火焰进行测定。

3.6.3.2 试剂

3.6.3.2.1 高氯酸(ρ 1.68 g/mL)

3.6.3.2.2 氢氟酸(ρ 1.15 g/mL)

3.6.3.2.3 盐酸(1+1)

3.6.3.2.4 氯化铈溶液(250 g/L)

3.6.3.2.5 氧化钙标准溶液

3.6.3.2.5.1 氧化钙标准溶液 $\rho(\text{CaO})=1.00\text{ mg/mL}$:配制方法同本部分 3.6.2.2.7。

3.6.3.2.5.2 移取 50 mL 氧化钙标准溶液(3.6.3.2.5.1)于 500mL 容量瓶中,用水稀释至标线,摇匀。此溶液为 $\rho(\text{CaO})=100.0\mu\text{g/mL}$ 。

3.6.3.3 仪器设备

3.6.3.3.1 分析天平:感量不大于 0.000 1 g。

3.6.3.3.2 原子吸收分光光度计

3.6.3.4 分析步骤

3.6.3.4.1 分取系统溶液

分取 2 mL~10 mL 试液 A(本部分 3.2.2.5.5)或试液 B(本部分 3.2.3.5.2)置于 100 mL 容量瓶中,补加盐酸(3.6.3.2.3)至酸度为 2%,加入 10 mL 氯化铈溶液(3.6.3.2.4),用水稀释至标线,摇匀。按本部分第 3.6.3.6 条测量。

3.6.3.4.2 单独称取试样

试样粒度小于 75 μm ;试样在 105℃~110℃干燥 2 h~3 h,置于干燥器中冷却至室温。

称取约 0.1 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(3.6.3.2.1)、10 mL~15 mL 氢氟酸(3.6.3.2.2),在电热板上加热分解至白烟冒尽(若试料分解不完全可在未蒸干前补加氢氟酸),取下冷却,再加入 0.5 mL 高氯酸(3.6.3.2.1),在电热板上加热至白烟冒尽,取下冷却,加入 4 mL 盐酸(3.6.3.2.3)、10 mL~15 mL 水,加热使可溶性盐类溶解,冷却后移入 100 mL 容量瓶中,加入 10 mL 氯化铈溶液(3.6.3.2.4),用水稀释至标线,摇匀。按本部分第 3.6.3.6 条测量。

3.6.3.5 标准系列溶液

移取 0.00、0.50、1.00、2.00、4.00、6.00、8.00、10.00……mL 氧化钙标准溶液(3.6.3.2.5.2)分别置于 100 mL 容量瓶中,加水至 50 mL 左右,加入 4 mL 盐酸(3.6.3.2.3)、10 mL 氯化铈溶液(3.6.3.2.4),用水稀释至标线,摇匀。按本部分第 3.6.3.6 条测量,绘制标准系列曲线或者采用仪器浓度直读。

3.6.3.6 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,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。

3.6.3.7 分析结果计算

3.6.3.7.1 氧化钙的含量以质量分数 $w(\text{CaO})$ 计,数值以 10^{-2} 或 % 表示,单独称取试样按式(8-1)、分取系统溶液按式(8-2)计算:

$$w(\text{CaO}) = \frac{m_1 \times 10^{-6}}{m_s} \times 100 \dots\dots\dots (8-1)$$

$$w(\text{CaO}) = \frac{m_1 \times V_s \times 10^{-6}}{m_s \times V_1} \times 100 \dots\dots\dots (8-2)$$

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的量,单位为微克(μg);
- m_s ——试料质量,单位为克(g);
- V_s ——试液总体积,单位为毫升(mL);
- V_1 ——分取试液的体积,单位为毫升(mL)。

3.6.3.7.2 分析结果表示至小数点后两位有效数字。

3.6.3.8 允许差

测定结果的允许差(见表 6)。

表 6

氧化钙的含量(%)	同一实验室允许差(%)	不同实验室允许差(%)
<0.50	0.050	0.060
0.50~1	0.15	0.20
>1	0.30	0.35

3.7 酸溶性氧化钙、氧化镁的测定

3.7.1 方法类别

EDTA 容量法(标准法)

测定范围:氧化钙>0.50%;氧化镁>0.50%。

3.7.2 方法提要

试料经盐酸溶解在 $\text{pH} \geq 12$ 的条件下用 EDTA 标准滴定溶液滴定氧化钙的量,在 $\text{pH} = 10$ 的条件下,用 EDTA 标准滴定溶液滴定氧化钙、氧化镁含量,差减得氧化镁的量(用氧化镁总量差减此值计算滑石含量)。

3.7.3 试剂

3.7.3.1 乙醇(无水)

3.7.3.2 盐酸(2+3)

3.7.3.3 盐酸(1+1)

3.7.3.4 三乙醇胺(1+2)

3.7.3.5 盐酸羟胺溶液(50 g/L)

3.7.3.6 氢氧化钾溶液(200 g/L):贮存于塑料瓶中。

3.7.3.7 氢氧化铵-氯化铵缓冲溶液($\text{pH} = 10$):配制方法同本部分 3.6.2.2.6。

3.7.3.8 EDTA 标准滴定溶液 [$c(\text{EDTA}) = 0.012 \text{ mol/L}$]:配制、标定及计算同本部分 3.6.2.2.9。

3.7.3.9 钙黄绿素-酚酞混合指示剂:称取 1 g 钙黄绿素($\text{C}_{30}\text{H}_{24}\text{N}_2\text{Na}_2\text{O}_{13}$)和 0.1 g 酚酞($\text{C}_{20}\text{H}_{14}\text{O}_4$)与 100 g 经 $105^\circ\text{C} \sim 110^\circ\text{C}$ 烘干的氯化钾混匀,研细后保存于磨口瓶中。

3.7.3.10 酸性铬蓝 K-萘酚绿 B 混合指示剂:配制方法同本部分 3.6.2.2.11。

3.7.3.11 铬黑 T 指示剂:称取 1 g 铬黑 T($\text{C}_{20}\text{H}_{12}\text{N}_3\text{NaO}_7\text{S}$)与 50 g 经 $105^\circ\text{C} \sim 110^\circ\text{C}$ 烘干的氯化钠混

匀,研细后保存于棕色磨口瓶内。

3.7.3.12 刚果红试纸

3.7.4 仪器设备

分析天平:感量不大于 0.000 1 g。

3.7.5 试样

3.7.5.1 试样粒度小于 75 μ m。

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

3.7.6 分析步骤

3.7.6.1 试液的制备

称取约 0.2 g(精确至 0.000 1 g)试样置于 150 mL 烧杯中,加入 1 mL~2 mL 乙醇(3.7.3.1)混匀,加入 15 mL 盐酸(3.7.3.2),盖上表面皿,在电热板上微沸 30 min(在此期间摇晃烧杯 2~3 次,使试料充分溶解,以免粘壁),冲洗表面皿,试液置于低温电热板上蒸发至近干,加入 2 mL 盐酸(3.7.3.3),加热水至 20 mL 左右,加热煮沸使可溶性盐类溶解,冷却后移入 100 mL 容量瓶中,用水稀释至标线,摇匀,此溶液为试液 E。

3.7.6.2 氧化钙的滴定

分取 25 mL 试液 E(本部分 3.7.6.1)的清液于 250 mL 烧杯中,加水至 100 mL 左右,加入 1 mL 盐酸羟胺溶液(3.7.3.5)、2 mL 三乙醇胺(3.7.3.4)、一小片刚果红试纸,用氢氧化钾溶液(3.7.3.6)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(3.7.3.9),以黑色为背景,用 EDTA 标准滴定溶液(3.7.3.8)滴定至绿色荧光消失红色出现为终点。

3.7.6.3 氧化钙、氧化镁含量的滴定

分取 25 mL 试液 E(本部分 3.7.6.1)的清液于 250 mL 烧杯中,加水至 100 mL 左右,加入 1 mL 盐酸羟胺溶液(3.7.3.5)、2 mL 三乙醇胺(3.7.3.4)、一小片刚果红试纸,用氢氧化钾溶液(3.7.3.6)调节至试纸刚变红色,加入 10 mL 氢氧化铵-氯化铵缓冲溶液(3.7.3.7)、适量的铬黑 T 指示剂(3.7.3.11)或酸性铬蓝 K-萘酚绿 B 混合指示剂(3.7.3.10),用 EDTA 标准滴定溶液(3.7.3.8)滴定至纯兰色为终点。

3.7.7 分析结果计算

3.7.7.1 氧化钙的含量以质量分数 $w(\text{CaO})$ 计,数值以 10^{-2} 或 % 表示,按式(9)计算:

$$w(\text{CaO}) = \frac{T_1 \times V_1 \times V_s \times 10^{-3}}{m_s \times V_2} \times 100 \dots\dots\dots (9)$$

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_1 ——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_2 ——分取试液的体积,单位为毫升(mL)。

3.7.7.2 氧化镁的含量以质量分数 $w(\text{MgO})$ 计,数值以 10^{-2} 或 % 表示,按式(10)计算:

$$w(\text{MgO}) = \frac{T_2 \times (V_3 - V_1) \times V_s \times 10^{-3}}{m_s \times V_4} \times 100 \dots\dots\dots (10)$$

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_3 ——滴定氧化钙、氧化镁含量消耗 EDTA 标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

V_1 ——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)。

3.7.7.3 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 7)。

表 7

测定项目	同一实验室允许差(%)	不同实验室允许差(%)
氧化钙	0.25	0.25
氧化镁	0.30	0.35

3.8 酸不溶性氧化钙、氧化镁的测定

3.8.1 方法类别

EDTA 容量法(标准法)
测定范围:氧化钙>0.50%;氧化镁>1%。

3.8.2 方法提要

试料用盐酸溶解可溶物,残渣经硫酸、氢氟酸分解,制成盐酸溶液,在 $\text{pH} \geq 12$ 的条件下,用 EDTA 标准滴定溶液滴定氧化钙的量;在 $\text{pH} = 10$ 的条件下,用 EDTA 标准滴定溶液滴定氧化钙、氧化镁合量,差减得酸不溶性氧化镁的量(该氧化镁量可直接计算滑石含量)。

3.8.3 试剂

- 3.8.3.1 氢氟酸($\rho 1.15 \text{ g/mL}$)
- 3.8.3.2 乙醇(无水)
- 3.8.3.3 盐酸(2+3)
- 3.8.3.4 盐酸(1+9)
- 3.8.3.5 盐酸(2+98)
- 3.8.3.6 硫酸(1+1)
- 3.8.3.7 三乙醇胺(1+2)。
- 3.8.3.8 氢氧化钾溶液(200 g/L):贮存于塑料瓶中。
- 3.8.3.9 氢氧化钠溶液(200 g/L):贮存于塑料瓶中。
- 3.8.3.10 糊精溶液(50 g/L):配制方法同本部分 3.6.2.2.5。
- 3.8.3.11 氢氧化铵-氯化铵缓冲溶液($\text{pH} = 10$):配制方法同本部分 3.6.2.2.6。
- 3.8.3.12 酒石酸钾钠-三乙醇胺混合溶液:称取 80 g 酒石酸钾钠($\text{C}_4\text{H}_4\text{KNaO}_6 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$)溶于 300 mL 水中,加入 100 mL 三乙醇胺($\text{C}_6\text{H}_{15}\text{NO}_3$),摇匀。
- 3.8.3.13 EDTA 标准滴定溶液[$c(\text{EDTA}) = 0.012 \text{ mol/L}$]:配制、标定及计算同本部分 3.6.2.2.9。
- 3.8.3.14 钙-羧酸钠指示剂:配制方法同本部分 3.6.2.2.10。
- 3.8.3.15 酸性铬蓝 K-萘酚绿 B 混合指示剂:配制方法同本部分 3.6.2.2.11。
- 3.8.3.16 刚果红试纸

3.8.4 仪器设备

分析天平:感量不大于 0.000 1 g。

3.8.5 试样

- 3.8.5.1 试样粒度小于 $75 \mu\text{m}$ 。
- 3.8.5.2 试样在 $105^\circ\text{C} \sim 110^\circ\text{C}$ 干燥 2 h~3 h,置于干燥器中冷却至室温。

3.8.6 分析步骤

3.8.6.1 试液的制备

称取约 0.2 g(精确至 0.000 1 g)试样于 150 mL 烧杯中,加入 1 mL~2 mL 乙醇(3.8.3.2)混匀,加入 20 mL 盐酸(3.8.3.3),摇匀,盖上表面皿,在电热板上加热微沸 30 min(在此期间摇晃烧杯 2~3 次,使试料充分溶解,以免粘壁),用定量慢速滤纸加少许纸浆过滤,用盐酸(3.8.3.5)洗涤烧杯 3~4 次并用小片滤纸擦净,用温水洗涤滤纸及残渣 5~6 次,将滤纸与残渣一并放入铂坩埚中,置于高温炉内,半开炉门,从低温升起进行灰化,待灰化完成后继续升温至 600℃±20℃灼烧 30 min 左右,取出冷却。

在坩埚中加入 0.5 mL 硫酸(3.8.3.6)和 5 mL 氢氟酸(3.8.3.1),加热溶解,蒸发至冒硫酸烟驱尽氟,取下冷却,用滤纸擦净坩埚外壁,放入 150 mL 烧杯中,加入 20 mL 盐酸(3.8.3.4),在电热板上加热微沸,洗出坩埚,加热使不溶残渣溶解至试液清亮,冷却后移入 100 mL 容量瓶中,用水稀释至标线,摇匀。此溶液为试液 F。

3.8.6.2 氧化钙的滴定

分取 20 mL 试液 F(本部分 3.8.6.1)于 250 mL 烧杯中,加入 1 mL 三乙醇胺(3.8.3.7)、加入 15 mL 糊精(3.8.3.10),加水至 100 mL 左右,加一小片刚果红试纸,用氢氧化钠溶液(3.8.3.9)调至试纸刚变红色并过量 6 mL,加适量的钙-羧酸钠指示剂(3.8.3.14),用 EDTA 标准滴定溶液(3.8.3.13)滴定至纯兰色为终点。

注:根据不同类型的滑石,也可采取不加糊精,用钙黄绿素-酚酞混合指示剂,在 pH≥12 的条件下直接滴定。

3.8.6.3 氧化钙、氧化镁含量的滴定

分取 20 mL 试液 F(本部分 3.8.6.1)于 250 mL 烧杯中,加入 3 mL 酒石酸钾钠-三乙醇胺混合溶液(3.8.3.12),加水至 100 mL 左右,加一小片刚果红试纸,用氢氧化钾溶液(3.8.3.8)调节至试纸刚变红色,加入 10 mL 氢氧化铵-氯化铵缓冲溶液(3.8.3.11)、适量的酸性铬蓝 K-萘酚绿 B 混合指示剂(3.8.3.15),用 EDTA 标准滴定溶液(3.8.3.13)滴定至纯兰色为终点。

3.8.7 分析结果计算

3.8.7.1 氧化钙的含量以质量分数 $w(\text{CaO})$ 计,数值以 10^{-2} 或 % 表示,按式(11)计算:

$$w(\text{CaO}) = \frac{T_1 \times V_1 \times V_s \times 10^{-3}}{m_s \times V_2} \times 100 \dots\dots\dots (11)$$

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_1 ——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_2 ——分取试液的体积,单位为毫升(mL)。

3.8.7.2 氧化镁的含量以质量分数 $w(\text{MgO})$ 计,数值以 10^{-2} 或 % 表示,按式(12)计算:

$$w(\text{MgO}) = \frac{T_2 \times (V_3 - V_1) \times V_s \times 10^{-3}}{m_s \times V_4} \times 100 \dots\dots\dots (12)$$

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_3 ——滴定氧化钙、氧化镁含量消耗 EDTA 标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);
- V_1 ——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)。

3.8.7.3 分析结果表示至小数点后两位有效数字。

3.8.8 允许差

测定结果的允许差(见表 8)。

表 8

测定项目	同一实验室允许差(%)	不同实验室允许差(%)
氧化钙	0.25	0.30
氧化镁	0.45	0.50

3.9 氧化钾、氧化钠的测定

3.9.1 方法类别

a) 原子吸收分光光度法(标准法)

测定范围:氧化钾 0.005 0%~8%、氧化钠 0.005 0%~5%。

b) 火焰光度法(代用法)

测定范围:氧化钾 0.15%~10%、氧化钠 0.15%~10%。

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;测定结果的允许差(见表 9)。

表 9

(氧化钾+氧化钠)的含量(%)	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	0.035	0.040
>0.50~1	0.15	0.20
>1	0.25	0.30

3.9.3 火焰光度法

按 JC/T 1021.2—2007 中第 3.7.3 条进行。称取 0.2 g~0.5 g(精确至 0.000 1 g)试样;测定结果的允许偏差(见表 10)。

表 10

(氧化钾+氧化钠)的含量(%)	同一实验室允许差(%)	不同实验室允许差(%)
<0.50	0.050	0.060
0.50~1	0.15	0.20
>1	0.25	0.30

3.10 氧化锰的测定

3.10.1 方法类别

原子吸收分光光度法(标准法)

测定范围:0.005 0%~5%

3.10.2 原子吸收分光光度法

按 JC/T 1021.2—2007 中第 3.8.2 条进行。分取 20 mL 试液 A(本部分 3.2.2.5.5)或试液 B(本部分 3.2.3.5.2);称取约 0.2 g(精确至 0.000 1 g)试样。

3.11 烧失量的测定(标准法)

按 JC/T 1021.2—2007 中第 3.1 条进行。

3.12 酸不溶物的测定(标准法)

3.12.1 方法提要

试料用盐酸(2+3)溶解,不溶残渣包括滑石、石英以及其他不溶于稀盐酸的矿物,经过滤,在950℃~1 000℃高温炉中灼烧至恒重。

3.12.2 试剂

3.12.2.1 乙醇(无水)

3.12.2.2 盐酸(2+3)

3.12.2.3 盐酸(2+98)

3.12.3 仪器设备

分析天平:感量不大于0.000 1 g。

3.12.4 试样

3.12.4.1 试样粒度小于75μm。

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

3.12.5 分析步骤

3.12.5.1 称取约0.5 g(精确至0.000 1 g)试样于150 mL烧杯中,加入2 mL~3 mL乙醇(3.12.2.1)混匀,加入30 mL盐酸(3.12.2.2),摇匀,盖上表面皿,在电热板上或100℃的水浴中微沸30 min(在此期间摇晃烧杯2~3次,使试料充分溶解,以免粘壁),取下冷却,用定量慢速滤纸加少许纸浆过滤,以温热的盐酸(3.12.2.3)洗涤烧杯与残渣4~5次,用小片滤纸擦净烧杯,再用温水洗涤滤纸及残渣10~12次。

3.12.5.2 将滤纸及残渣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1 h左右,取出稍冷,置于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。

3.12.6 分析结果计算

3.12.6.1 酸不溶物的含量以质量分数 $w(B_{SU})$ 计,数值以 10^{-2} 或%表示,按式(13)计算:

$$w(B_{SU}) = \frac{m_1 - m_2}{m_s} \times 100 \dots\dots\dots (13)$$

式中:
 m_1 ——残渣加坩埚质量,单位为克(g);
 m_2 ——空坩埚质量,单位为克(g);
 m_s ——试料质量,单位为克(g)。

3.12.6.2 分析结果表示至小数点后两位有效数字。

3.12.7 允许差

测定结果的允许差(见表11)。

表 11

同一实验室允许差(%)	不同实验室允许差(%)
0.30	0.40

3.13 五氧化二磷的测定

3.13.1 方法类别

磷钒钼黄分光光度法(标准法)
测定范围:0.005 0%~2%。

3.13.2 磷钒钼黄分光光度法

按JC/T 1021.2—2007中第3.10条进行。分取100 mL试液A(本部分3.2.2.5.5)或试液B(本部分3.2.3.5.2);称取0.5 g~1 g(精确至0.000 1 g)试样。

3.14 三氧化硫的测定

3.14.1 方法类别

燃烧碘量法(标准法)

测定范围:0.010%~2%。

3.14.2 燃烧碘量法

按 JC/T 1021.2—2007 中第 3.12 条进行。

3.15 二氧化碳的测定

3.15.1 方法类别

烧碱石棉吸收重量法(标准法)

测定范围: $>0.50\%$ 。

3.15.2 烧碱石棉吸收重量法

按 JC/T 1021.2—2007 中第 3.15 条进行。

3.16 氧化亚铁的测定

3.16.1 方法类别

重铬酸钾容量法(标准法)

测定范围: $>0.30\%$ 。

3.16.2 重铬酸钾容量法

按 JC/T 1021.2—2007 中第 3.16 条进行。
