



# 中华人民共和国建材行业标准

JC/T 1021.3—2007

## 非金属矿物和岩石化学分析方法 第3部分 碳酸盐岩石、矿物 化学分析方法

Methods for chemical analysis of nonmetal mineral and rock  
—Part 3: Methods for chemical analysis of carbonate rock、mineral

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 3 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、徐晓萌。

本部分为首次发布。

# 非金属矿物和岩石化学分析方法

## 第3部分 碳酸盐岩石、矿物化学分析方法

### 1 范围

本部分规定了碳酸盐岩石、矿物主要成分的化学分析方法。

本部分适用于碳酸盐岩石、矿物成分分析。

### 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 二氧化硅的测定

##### 3.1.1 方法类别

a) 硅钼蓝分光光度法(标准法)

测定范围: <10%。

b) 动物胶凝聚重量法(标准法)

测定范围: >2%。

##### 3.1.2 硅钼蓝分光光度法

###### 3.1.2.1 方法提要

试料经氢氧化钠熔融,稀盐酸浸取,分取溶液,在 0.05 mol/L~0.20 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。

###### 3.1.2.2 试剂

3.1.2.2.1 氢氧化钠(固体)

3.1.2.2.2 乙醇(无水)

3.1.2.2.3 盐酸(1+1)

3.1.2.2.4 盐酸(1+9)

3.1.2.2.5 盐酸(1+99)

3.1.2.2.6 氨水(1+9)

3.1.2.2.7 硝酸(1+1)

3.1.2.2.8 抗坏血酸溶液(5g/L):现用现配。

3.1.2.2.9 钼酸铵溶液(30 g/L):称取 30g 钼酸铵  $[(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24} \cdot 4\text{H}_2\text{O}]$  置于烧杯中,加入 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。

3.1.2.2.10 钼蓝显色液:称取 20 g 草酸( $\text{C}_2\text{H}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ )、10 g 硫酸亚铁铵 $[(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4 \cdot \text{FeSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}]$ 置于盛有 65 mL 硫酸(1+1)的烧杯中,加入适量水加热溶解,冷却后用水稀释至 1 000 mL,摇匀、过滤后使用。

3.1.2.2.11 二氧化硅标准溶液

3.1.2.2.11.1 称取 0.200 0 g 预先经  $1\,000^\circ\text{C} \pm 20^\circ\text{C}$  灼烧 1 h 左右的二氧化硅置于铂坩埚中,加入 4 g 无水碳酸钠,在  $1\,000^\circ\text{C} \pm 20^\circ\text{C}$  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,贮存于塑料瓶中。此溶液为  $\rho(\text{SiO}_2)=200.0\mu\text{g/mL}$ 。

3.1.2.2.11.2 移取 25 mL 二氧化硅标准溶液(3.1.2.2.11.1)置于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至标线,摇匀,贮存于塑料瓶中。此溶液为  $\rho(\text{SiO}_2)=50.0\mu\text{g/mL}$ 。

3.1.2.2.12 对硝基苯酚溶液(1 g/L)

3.1.2.3 仪器设备

3.1.2.3.1 分析天平:感量不大于 0.000 1 g。

3.1.2.3.2 分光光度计

3.1.2.4 试样

3.1.2.4.1 试样粒度小于  $100\mu\text{m}$ 。

3.1.2.4.2 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。

3.1.2.5 分析步骤

3.1.2.5.1 称取约 0.5 g(精确至 0.000 1 g)试样置于银坩埚中,加入数滴乙醇(3.1.2.2.2)润湿,加入 4 g~5 g 氢氧化钠(3.1.2.2.1),盖上银坩埚盖(应留有缝隙),放在  $600^\circ\text{C} \sim 650^\circ\text{C}$  带石棉圈及盖子的可调压电炉上熔融 15 min~20 min,取出稍冷。

注:也可采用高温炉于  $600^\circ\text{C} \sim 650^\circ\text{C}$  熔融 15 min~20 min。

3.1.2.5.2 用滤纸擦净坩埚外壁,放入盛有 80 mL 左右沸水的 250 mL 烧杯中,盖上表面皿,待反应停止,用少量盐酸(3.1.2.2.5)洗出坩埚,在试液中加入 40 mL 盐酸(3.1.2.2.3),边加边搅拌,再加入 2 mL 硝酸(3.1.2.2.7),煮沸,取下冷却,移入 250 mL 容量瓶中,用水稀释至标线,摇匀。此溶液为试液 A,用以硅、铁、铝、钛、钙和镁的测定。

3.1.2.5.3 分取 5 mL 试液 A(本部分 3.1.2.5.2)于 100 mL 容量瓶中,加入 1 滴对硝基苯酚溶液(3.1.2.2.12),加水至 40 mL 左右,用氨水(3.1.2.2.6)中和至黄色,加入 4 mL 盐酸(3.1.2.2.4)、5 mL 乙醇(3.1.2.2.2),摇匀,再加入 10 mL 钼酸铵溶液(3.1.2.2.9),摇匀,放置 10 min~20 min。

a) 钼蓝显色液还原法:在试液(本部分 3.1.2.5.3)中加入 20 mL 钼蓝显色液(3.1.2.2.10),用水稀释至标线,摇匀。放置 10 min(室温控制为  $15^\circ\text{C} \sim 30^\circ\text{C}$ ),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 3.1.2.5.3)中加入 20 mL 盐酸(3.1.2.2.3)、5 mL 抗坏血酸溶液(3.1.2.2.8),用水稀释至标线,摇匀。放置 1 h 左右(室温控制为  $15^\circ\text{C} \sim 30^\circ\text{C}$ ),在波长 680 nm~700 nm 处进行吸光度测定。

3.1.2.6 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(3.1.2.2.11.2)分别置于 100 mL 容量瓶中,加入 1 滴对硝基苯酚溶液(3.1.2.2.12),加水至 40 mL 左右,用氨水(3.1.2.2.6)中和至黄色,加入 4 mL 盐酸(3.1.2.2.4)、5 mL 乙醇(3.1.2.2.2),摇匀,再加入 10 mL 钼酸铵溶液(3.1.2.2.9),摇匀,放置 10 min~20 min,以下按本部分第 3.1.2.5.3 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。

3.1.2.7 分析结果计算

3.1.2.7.1 二氧化硅的含量以质量分数  $\omega(\text{SiO}_2)$  计,数值以  $10^{-2}$  或 % 表示,按式(1)计算:

$$\omega(\text{SiO}_2) = \frac{m_1 \times V_s \times 10^{-6}}{m_s \times V_1} \times 100 \dots\dots\dots (1)$$

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( $\mu\text{g}$ );
- $V_s$ ——试液总体积,单位为毫升( $\text{mL}$ );
- $m_s$ ——试料质量,单位为克( $\text{g}$ );
- $V_1$ ——分取试液的体积,单位为毫升( $\text{mL}$ )。

3.1.2.7.2 分析结果表示至小数点后两位有效数字。

3.1.2.8 允许差

测定结果的允许差(见表 1)。

表 1

二氧化硅的含量(%)	同一试验室允许差(%)	不同试验室允许差(%)
<2	0.20	0.25
$\geq 2$	0.35	0.40

3.1.3 动物胶凝聚重量法

3.1.3.1 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,计算二氧化硅含量。

3.1.3.2 试剂

- 3.1.3.2.1 氢氧化钠(固体)
- 3.1.3.2.2 乙醇(无水)
- 3.1.3.2.3 盐酸( $\rho 1.19\text{g/mL}$ )
- 3.1.3.2.4 盐酸(1+5)
- 3.1.3.2.5 盐酸(1+99)
- 3.1.3.2.6 硫氰酸钾溶液(10 g/L)
- 3.1.3.2.7 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。
- 3.1.3.2.8 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。

3.1.3.3 仪器设备

分析天平:感量不大于 0.000 1g。

3.1.3.4 试样

- 3.1.3.4.1 试样粒度小于 100  $\mu\text{m}$ 。
- 3.1.3.4.2 试样在 105℃~110℃干燥 2 h~3 h,置于干燥器中冷却至室温。

3.1.3.5 分析步骤

3.1.3.5.1 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(3.1.3.2.2)润湿,加入 4 g~5 g 氢氧化钠(3.1.3.2.1),盖上银坩埚盖(应留有缝隙),放在 600℃~650℃带石棉圈及盖子的调压电炉上熔融 15 min~20 min,取出稍冷。

注：也可采用高温炉于 600℃~650℃熔融 15 min~20 min。

3.1.3.5.2 用滤纸擦净坩埚外壁,放入盛有 80 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(3.1.3.2.3),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,用玻璃棒捣碎盐块,继续蒸干,取下冷却,加入 20 mL 盐酸(3.1.3.2.3),在电热板上微沸 5 min,降低温度至 70℃~80℃时加入 10 mL 动物胶溶液(3.1.3.2.8),充分搅拌后于 70℃~80℃的水浴中或电热板上保温 15 min,用定量中速滤纸过滤,先用温热的盐酸(3.1.3.2.4)洗涤烧杯 3~4 次,擦净杯壁,再用温热的盐酸(3.1.3.2.5)洗涤沉淀至滤液无铁离子[用硫氰酸钾溶液

(3.1.3.2.6)检验],用水洗涤沉淀至滤液无氯离子[用硝酸银溶液(3.1.3.2.7)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。

3.1.3.5.3 将沉淀连同滤纸一并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。

3.1.3.6 分析结果计算

3.1.3.6.1 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(2)计算:

$$w(\text{SiO}_2)=\frac{m_1-m_2}{m_s}\times100\cdots\cdots\cdots (2)$$

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)。

3.1.3.6.2 分析结果表示至小数点后两位有效数字。

3.1.3.7 允许差

测定结果的允许差(见表2)。

表 2

二氧化硅的含量(%)	同一试验室允许差(%)	不同试验室允许差(%)
<10	0.35	0.40
≥10	0.45	0.50

3.2 三氧化二铁的测定

3.2.1 方法类别

- a) 邻菲罗啉分光光度法(标准法)  
测定范围:0.005 0%~1%。
- b) 磺基水杨酸分光光度法(标准法)  
测定范围:0.050%~10%。
- c) EDTA 容量法(标准法)  
测定范围:>0.50%。
- d) 原子吸收分光光度法(代用法)  
测定范围:0.010%~5%。

3.2.2 邻菲罗啉分光光度法

按 JC/T 1021.2—2007 中第 3.3.4 条进行。分取 10 mL~25 mL 试液 A(本部分 3.1.2.5.2)或试液 B(本部分 3.1.3.5.2)。

3.2.3 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 A(本部分 3.1.2.5.2)或试液 B(本部分 3.1.3.5.2)。

3.2.4 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 3.1.2.5.2)或试液 B(本部分 3.1.3.5.2)。

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。

3.2.5 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 10 mL~20 mL 试液 A(本部分 3.1.2.5.2)或试

液 B(本部分 3.1.3.5.2);称取约 0.1 g(精确至 0.000 1 g)试样,试样粒度小于 100 μm。

3.3 三氧化二铝的测定

3.3.1 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%。

3.3.2 KF 取代-EDTA 容量法

按 JC/T 1021.2—2007 中第 3.4.2 条进行。分取 25mL 试液 A(本部分 3.1.2.5.2)或试液 B(本部分 3.1.3.5.2)或使用滴定铁后的试液 C(本部分 3.2.4);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(%)
0.25	0.30

3.3.3 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 3.1.2.5.2)或试液 B(本部分 3.1.3.5.2)。

3.3.4 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 3.2.4)。

3.4 二氧化钛的测定

3.4.1 方法类别

- 二安替比林甲烷分光光度法(标准法)  
测定范围: <7%。

3.4.2 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 3.1.2.5.2)或试液 B(本部分 3.1.3.5.2);测定结果的允许差(见表 4)。

表 4

二氧化钛的含量(%)	同一实验室允许差(%)	不同实验室允许差(%)
<0.050	0.005 0	0.006 0
0.050~0.10	0.020	0.025
>0.10~0.50	0.050	0.060
>0.50	0.20	0.25

3.5 氧化钙、氧化镁的测定

3.5.1 方法类别

- a) 碱熔分解-EDTA 容量法(标准法)  
测定范围: CaO+MgO≤56%。
- b) 原子吸收分光光度法测定氧化镁(代用法)  
测定范围: 0.005 0%~4%。
- c) 酸溶分解-EDTA 容量法(代用法)  
测定范围: CaO+MgO≥45%。

## 3.5.2 碱熔分解-EDTA 容量法

## 3.5.2.1 方法提要

试料经氢氧化钠熔融、热水浸取和盐酸酸化,分取溶液,在  $\text{pH} \geq 12$  的条件下用 EDTA 标准滴定溶液滴定氧化钙;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。

## 3.5.2.2 试剂

## 3.5.2.2.1 三乙醇胺(1+2)

## 3.5.2.2.2 盐酸羟胺溶液(50 g/L)

## 3.5.2.2.3 氢氧化钾溶液(200 g/L):贮存于塑料瓶中。

3.5.2.2.4 氢氧化铵-氯化铵缓冲溶液( $\text{pH} = 10$ ):称取 67.5 g 氯化铵溶于 200 mL 水中,加入 570 mL 氨水,用水稀释至 1 000 mL,摇匀。3.5.2.2.5 糊精溶液(50 g/L):称取 20 g 糊精 $[(\text{C}_6\text{H}_{10}\text{O}_5)_n - x\text{H}_2\text{O}]$ 于 500 mL 烧杯中,用少量水调匀,加入 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(200 g/L),加入适量的酸性铬蓝 K-萘酚绿 B 混合指示剂(3.5.2.2.10),用 EDTA 标准滴定溶液(3.5.2.2.8)滴定至纯兰色,再用盐酸(1+1)中和至溶液呈鲜红色。现用现配。3.5.2.2.6 氧化钙标准溶液:称取 1.784 8 g 经  $150^\circ\text{C} \pm 5^\circ\text{C}$  干燥 2 h 左右的碳酸钙于烧杯中,加入 50 mL 左右水,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  $\rho(\text{CaO}) = 1.00 \text{ mg/mL}$ 。3.5.2.2.7 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 左右的氧化镁置于 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  $\rho(\text{MgO}) = 1.00 \text{ mg/mL}$ 。3.5.2.2.8 EDTA 标准滴定溶液 $[c(\text{EDTA}) = 0.012 \text{ mol/L}]$ 

## 3.5.2.2.8.1 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。

## 3.5.2.2.8.2 EDTA 标准滴定溶液对氧化钙滴定度的标定

移取 10 mL~25 mL 氧化钙标准溶液(3.5.2.2.6)于 250 mL 烧杯中,加水至 80 mL 左右,加入 8 mL 氢氧化钾溶液(3.5.2.2.3)、适量的钙黄绿素-酚酞混合指示剂(3.5.2.2.9),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的滴定度按式(3)计算,其值修约至四位小数:

$$T_1 = \frac{\rho_1 \times V_1}{V_2} \dots\dots\dots (3)$$

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( $\text{mg/mL}$ );

$\rho_1$ ——移取氧化钙标准溶液的浓度,单位为毫克每毫升( $\text{mg/mL}$ );

$V_1$ ——移取氧化钙标准溶液的体积,单位为毫升( $\text{mL}$ );

$V_2$ ——消耗 EDTA 标准滴定溶液的体积,单位为毫升( $\text{mL}$ )。

## 3.5.2.2.8.3 EDTA 标准滴定溶液对氧化镁滴定度的标定

a) 当镁的含量较低时,采用换算法,按式(4)计算,其值修约至四位小数:

$$T_2 = T_1 \times 0.7189 \dots\dots\dots (4)$$

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( $\text{mg/mL}$ );

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

0.7189——氧化钙相当于氧化镁的换算系数。

b) 当镁含量较高时,移取 5 mL~25 mL 氧化镁标准溶液(3.5.2.2.7)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(3.5.2.2.4)、适量的铬黑 T 指示剂(3.5.2.2.11)或酸性铬蓝 K-萘酚绿 B 混合指示剂(3.5.2.2.10),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);

$\rho_2$ ——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)。

3.5.2.2.9 钙黄绿素-酚酞混合指示剂:称取 1 g 钙黄绿素( $C_{30}H_{24}N_2Na_2O_{13}$ )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。

3.5.2.2.10 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 100g 经 105℃~110℃烘干的氯化钾混匀,研细后保存于磨口瓶中。

3.5.2.2.11 铬黑 T 指示剂:称取 1 g 铬黑 T( $C_{20}H_{12}N_3NaO_7S$ )与 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。

3.5.2.2.12 钙-羧酸钠指示剂:称取 1 g 钙-羧酸钠( $C_{21}H_{13}N_2NaO_7S$ )与 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。

3.5.2.2.13 刚果红试纸

3.5.2.3 仪器设备

分析天平:感量不大于 0.000 1 g。

3.5.2.4 分析步骤

3.5.2.4.1 氧化钙的滴定

分取 25 mL 试液 A(本部分 3.1.2.5.2)或试液 B(本部分 3.1.3.5.2)置于 250 mL 烧杯中,加水至 100 mL 左右,加入 1 mL 盐酸羟胺溶液(3.5.2.2.2)、2 mL 三乙醇胺(3.5.2.2.1),搅匀,放入一小片刚果红试纸,以氢氧化钾溶液(3.5.2.2.3)调节至试纸刚变红色并过量 6 mL,加入适量的钙黄绿素-酚酞混合指示剂(3.5.2.2.9),以黑色为背景,用 EDTA 标准滴定溶液(3.5.2.2.8)滴定至绿色荧光消失红色出现为终点。

注:在白云岩或菱镁矿中因镁含量较高会影响钙的终点判断,可在加入三乙醇胺后再加入 15 mL 糊精溶液(3.5.2.2.5),并以氢氧化钠溶液(200 g/L)代替氢氧化钾溶液(200 g/L),指示剂改为钙-羧酸钠(3.5.2.2.12)进行滴定。

3.5.2.4.2 氧化钙、氧化镁含量的滴定

分取 25 mL 试液 A(本部分 3.1.2.5.2)或试液 B(本部分 3.1.3.5.2)置于 250 mL 烧杯中,加水至 100 mL 左右,加入 1 mL 盐酸羟胺溶液(3.5.2.2.2)、2 mL 三乙醇胺(3.5.2.2.1),搅匀,放入一小片刚果红试纸,用氢氧化钾溶液(3.5.2.2.3)调节至试纸刚变红色,加入 10 mL 氢氧化铵-氯化铵缓冲溶液(3.5.2.2.4)、适量的铬黑 T 指示剂(3.5.2.2.11)或酸性铬蓝 K-萘酚绿 B 混合指示剂(3.5.2.2.10),用 EDTA 标准滴定溶液(3.5.2.2.8)滴定至纯兰色为终点。

3.5.2.5 分析结果计算

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

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

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)。

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

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

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 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 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)。

3.5.2.5.3 分析结果表示至小数点后两位有效数字。

3.5.2.6 允许差

测定结果的允许差(见表 5)。

表 5

测定项目	同一试验室允许差(%)	不同试验室允许差(%)
氧化钙	0.40	0.50
氧化镁	0.20	0.25

3.5.3 原子吸收分光光度法测定氧化镁

3.5.3.1 方法提要

试料经高氯酸、氢氟酸分解或分取系统制备的溶液,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 285.2 nm 处,以空气-乙炔火焰进行测定。

3.5.3.2 试剂

- 3.5.3.2.1 高氯酸( $\rho$ 1.68 g/mL)
- 3.5.3.2.2 氢氟酸( $\rho$ 1.15 g/mL)
- 3.5.3.2.3 盐酸(1+1)
- 3.5.3.2.4 氯化铈溶液(250 g/L)
- 3.5.3.2.5 氧化镁标准溶液

- 3.5.3.2.5.1 氧化镁标准溶液[ $\rho(\text{MgO})=1.00 \text{ mg/mL}$ ]:配制方法同本部分 3.5.2.2.7。
- 3.5.3.2.5.2 移取 25 mL 氧化镁标准溶液(3.5.3.2.5.1)于 500 mL 容量瓶中,用水稀释至标线,摇匀。此溶液为  $\rho(\text{MgO})=50.0 \text{ }\mu\text{g/mL}$ 。

3.5.3.3 仪器设备

- 3.5.3.3.1 分析天平:感量不大于 0.000 1 g。
- 3.5.3.3.2 原子吸收分光光度计

3.5.3.4 分析步骤

3.5.3.4.1 分取系统溶液

分取 2 mL~10 mL 试液 A(本部分 3.1.2.5.2)或试液 B(本部分 3.1.3.5.2)或试液 D(本部分 3.5.4.5.1)置于 100 mL 容量瓶中,补加盐酸(3.5.3.2.3)至酸度为 2%,加入 10 mL 氯化铈溶液(3.5.3.2.4),用水稀释至标线,摇匀。按本部分第 3.5.3.6 条测量。

3.5.3.4.2 单独称取试样

试样粒度小于 100 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 0.2 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(3.5.3.2.1)、10 mL~15 mL 氢氟酸(3.5.3.2.2),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 0.5mL 高氯酸(3.5.3.2.1),在电热板上加热至白烟冒尽,取下冷却,加入 4 mL 盐酸(3.5.3.2.3)、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 氯化锶溶液(3.5.3.2.4),用水稀释至标线,摇匀。按本部分第 3.5.3.6 条测量。

3.5.3.5 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 氧化镁标准溶液(3.5.3.2.5.2)分别置于 100 mL 容量瓶中,加水至 50 mL 左右,加入 4 mL 盐酸(3.5.3.2.3)、10 mL 氯化锶溶液(3.5.3.2.4),用水稀释至标线,摇匀。按本部分第 3.5.3.6 条测量,绘制标准系列曲线或者采用仪器浓度直读。

3.5.3.6 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 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。

3.5.3.7 分析结果计算

3.5.3.7.1 氧化镁的含量以质量分数  $\omega(\text{MgO})$  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:

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

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

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镁的量,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)。

3.5.3.7.2 分析结果表示至小数点后两位有效数字。

3.5.3.8 允许差

测定结果的允许差(见表 6)。

表 6

氧化镁的含量(%)	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

3.5.4 酸溶分解-EDTA 容量法

3.5.4.1 方法提要

试料经盐酸溶解,在 pH≥12 的条件下,用 EDTA 标准滴定溶液滴定氧化钙的量,在 pH=10 的条件下,用 EDTA 标准滴定溶液滴定氧化钙、氧化镁的合量,差减计算氧化镁的含量。

3.5.4.2 试剂

3.5.4.2.1 盐酸(1+1)

- 3.5.4.2.2 三乙醇胺(1+2)
- 3.5.4.2.3 盐酸羟胺溶液(50 g/L)
- 3.5.4.2.4 氢氧化钾溶液(200 g/L):贮存于塑料瓶中。
- 3.5.4.2.5 氢氧化铵-氯化铵缓冲溶液(pH=10):配制方法同本部分 3.5.2.2.4。
- 3.5.4.2.6 糊精溶液(50g/L):配制方法同本部分 3.5.2.2.5。
- 3.5.4.2.7 氧化钙标准溶液[ $\rho(\text{CaO})=1.00 \text{ mg/mL}$ ]:配制方法同本部分 3.5.2.2.6。
- 3.5.4.2.8 氧化镁标准溶液[ $\rho(\text{MgO})=1.00 \text{ mg/mL}$ ]:配制方法同本部分 3.5.2.2.7。
- 3.5.4.2.9 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 3.5.2.2.8。
- 3.5.4.2.10 钙黄绿素-酚酞混合指示剂:配制方法同本部分 3.5.2.2.9。
- 3.5.4.2.11 酸性铬蓝 K-萘酚绿 B 混合指示剂:配制方法同本部分 3.5.2.2.10。
- 3.5.4.2.12 铬黑 T 指示剂:配制方法同本部分 3.5.2.2.11。
- 3.5.4.2.13 钙-羧酸钠指示剂:配制方法同本部分 3.5.2.2.12。
- 3.5.4.2.14 刚果红试纸

3.5.4.3 仪器设备

分析天平:感量不大于 0.000 1g。

3.5.4.4 试样

- 3.5.4.4.1 试样粒度小于 100  $\mu\text{m}$ 。
- 3.5.4.4.2 试样在 105℃~110℃干燥 2 h~3 h,置于干燥器中冷却至室温。

3.5.4.5 分析步骤

3.5.4.5.1 试液的制备

称取约 0.5 g(精确至 0.000 1 g)试样于 250 mL 烧杯中,盖上表面皿,从杯口缓慢加入 20 mL 盐酸(3.5.4.2.1)(菱镁矿类试料应加入 20 mL 浓盐酸),在电热板上微沸至近干,加入 50 mL 左右水,继续加热至近沸,冷却后移入 250 mL 容量瓶中,用水稀释至标线,摇匀,静置,此溶液为试液 D。

3.5.4.5.2 氧化钙的滴定

分取 25 mL 试液 D(本部分 3.5.4.5.1)的上层清液置于 250 mL 烧杯中,加水至 100 mL 左右,加入 1 mL 盐酸羟胺溶液(3.5.4.2.3),以下按本部分第 3.5.2.4.1 条分析步骤进行。

注:在白云岩或菱镁矿中因镁含量较高会影响钙的终点判断,可在加入三乙醇胺后再加入 15 mL 糊精溶液(3.5.4.2.6),并以氢氧化钠溶液(200 g/L)代替氢氧化钾溶液(200 g/L),指示剂改为钙-羧酸钠(3.5.4.2.13)进行滴定。

3.5.4.5.3 氧化钙、氧化镁含量的滴定

分取 25 mL 试液 D(本部分 3.5.4.5.1)的上层清液,置于 250 mL 烧杯中,加水至 100 mL 左右,加入 1 mL 盐酸羟胺溶液(3.5.4.2.3),以下按本部分第 3.5.2.4.2 条分析步骤进行。

3.5.4.6 分析结果计算

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

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

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)。

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

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

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)。

3.5.4.6.3 分析结果表示至小数点后两位有效数字。

3.5.4.7 允许差

测定结果的允许差(见表 7)。

表 7

测定项目	同一试验室允许差(%)	不同试验室允许差(%)
氧化钙	0.50	0.60
氧化镁	0.25	0.30

3.6 氧化钾、氧化钠的测定

3.6.1 方法类别

- a) 原子吸收分光光度法(标准法)  
测定范围:氧化钾 $\geq 0.005\ 0\%$ 、氧化钠 $\geq 0.005\ 0\%$ 。
- b) 火焰光度法(代用法)  
测定范围:氧化钾 $>0.15\%$ 、氧化钠 $>0.15\%$ 。

3.6.2 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  $\mu\text{m}$ ;测定结果的允许差(见表 8)。

表 8

(氧化钾+氧化钠)含量(%)	同一试验室允许差(%)	不同试验室允许差(%)
$<0.10$	0.020	0.025
$0.10\sim0.50$	0.050	0.060
$>0.50\sim1$	0.15	0.20
$>1$	0.25	0.30

3.6.3 火焰光度法

3.6.3.1 方法提要

试料经氢氟酸、硫酸分解,残渣用盐酸溶解,加入碳酸铵消除钙的干扰,于火焰光度计上进行测定。

3.6.3.2 试剂

- 3.6.3.2.1 氢氟酸( $\rho 1.15\ \text{g/mL}$ )
- 3.6.3.2.2 硫酸(1+1)
- 3.6.3.2.3 盐酸(1+1)
- 3.6.3.2.4 氨水(1+1)
- 3.6.3.2.5 碳酸铵溶液(100 g/L):称取 100 g 碳酸铵,溶于 500 mL 水中,加入 10 mL 氨水,用水稀释至 1 000 mL,摇匀。
- 3.6.3.2.6 氧化钾、氧化钠混合标准溶液
- 3.6.3.2.6.1 称取 0.791 5g 经 105℃~110℃干燥 2 h 左右的氯化钾与 0.942 9 g 经 105℃~110℃干

燥 2 h 左右的氯化钠于烧杯中,加水溶解后移入 500 mL 容量瓶中,用水稀释至标线,摇匀,贮存于塑料瓶中。此溶液为  $\rho(\text{K}_2\text{O}、\text{Na}_2\text{O})=1.00 \text{ mg/mL}$ 。

3.6.3.2.6.2 移取 50 mL 氧化钾、氧化钠混合标准溶液(3.6.3.2.6.1)置于 500 mL 容量瓶中,用水稀释至标线,摇匀,贮存于塑料瓶中。此溶液为  $\rho(\text{K}_2\text{O}、\text{Na}_2\text{O})=100.0 \text{ }\mu\text{g/mL}$ 。

3.6.3.2.7 甲基红溶液(2 g/L):称取 0.2 g 甲基红( $\text{C}_{15}\text{H}_{15}\text{N}_3\text{O}_2$ ),溶于 60 mL 无水乙醇中,用水稀释至 100mL,摇匀。

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 火焰光度计

3.6.3.4 试样

3.6.3.4.1 试样粒度小于 100  $\mu\text{m}$ 。

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

3.6.3.5 分析步骤

称取 0.2 g~0.5 g(精确至 0.000 1 g)试样于铂坩埚或聚四氟乙烯坩埚中,用水润湿,加入 0.5 mL~1 mL 硫酸(3.6.3.2.2)、5 mL~10 mL 氢氟酸(3.6.3.2.1),在电热板上低温加热分解,近干时摇动坩埚以防溅失,待蒸发至冒白烟后升高温度(使用聚四氟乙烯坩埚时不超过 250℃)使白烟冒尽,取下冷却,加入 2 mL 盐酸(3.6.3.2.3)、10 mL~20 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 1 滴甲基红溶液(3.6.3.2.7),用氨水(3.6.3.2.4)中和至黄色,再加入 10 mL 碳酸铵溶液(3.6.3.2.5),用水稀释至标线,摇匀。澄清后取上层清液按本部分第 3.6.3.7 条测量。

3.6.3.6 标准系列溶液

移取 0.00、1.00、2.00、4.00、6.00、8.00、10.00、15.00、20.00……mL 氧化钾、氧化钠混合标准溶液(3.6.3.2.6.2)分别置于 100 mL 容量瓶中,加入 10 mL 碳酸铵溶液(3.6.3.2.5),用水稀释至标线,摇匀。按本部分第 3.6.3.7 条测量,绘制标准系列曲线。

3.6.3.7 测量

在火焰光度计上,按仪器操作规程将仪器调至最佳工作状态进行测定。

3.6.3.8 分析结果计算

3.6.3.8.1 氧化钾、氧化钠的含量以质量分数  $\omega(\text{K}_2\text{O})、\omega(\text{Na}_2\text{O})$  计,数值以  $10^{-2}$  或 % 表示,按式(11)计算:

$$\omega(\text{K}_2\text{O}、\text{Na}_2\text{O})=\frac{m_1\times10^{-6}}{m_s}\times100 \dots\dots\dots (11)$$

式中:

$m_1$ ——从标准系列曲线上所得待测溶液中氧化钾、氧化钠的量,单位为微克( $\mu\text{g}$ );

$m_s$ ——试料质量,单位为克(g)。

3.6.3.8.2 分析结果表示至小数点后两位有效数字。

3.6.3.9 允许差

测定结果的允许差(见表 9)。

表 9

(氧化钾+氧化钠)的含量(%)	同一试验室允许差(%)	不同试验室允许差(%)
<0.50	0.050	0.060
0.50~1	0.15	0.20
>1	0.25	0.30

3.7 三氧化硫的测定

3.7.1 方法类别

燃烧碘量法(标准法)

测定范围:0.010%~2%。

3.7.2 燃烧碘量法

按 JC/T 1021.2—2007 中第 3.12 条进行。称取约 0.5 g(精确至 0.000 1 g)试样,试样粒度小于 100 μm。

3.8 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 10)。

表 10

烧失量的含量(%)	同一试验室允许差(%)	不同试验室允许差(%)
<30	0.35	0.40
≥30	0.40	0.45

3.9 五氧化二磷的测定

3.9.1 方法类别

磷钒钼黄分光光度法(标准法)

测定范围:0.005 0%~2%。

3.9.2 方法提要

试料经硝酸、氢氟酸分解,在 5%~8%的硝酸介质中,正磷酸盐与钒酸铵、钼酸铵化合生成可溶性磷钒钼黄络合物,在波长 420 nm 处进行吸光度的测定。

3.9.3 试剂

3.9.3.1 硝酸( $\rho$ 1.42 g/mL):加热煮沸除去游离氧化氮,冷却后使用。

3.9.3.2 氢氟酸( $\rho$ 1.15 g/mL)

3.9.3.3 钒酸铵-钼酸铵混合显色液

3.9.3.3.1 钒酸铵溶液(3 g/L):称取 0.3 g 钒酸铵( $\text{NH}_4\text{VO}_3$ ),溶于 50 mL 水中,加入 30 mL 硝酸,用水稀释至 100 mL,摇匀。

3.9.3.3.2 钼酸铵溶液(100 g/L):称取 10g 钼酸铵 $[(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24} \cdot 4\text{H}_2\text{O}]$ ,溶于 60 mL 水中,加热至 50℃~60℃搅拌使之溶解,用水稀释至 100 mL,摇匀,过滤后使用。现用现配。

3.9.3.3.3 钒酸铵-钼酸铵混合显色液:在不断搅拌下,将钼酸铵溶液(3.9.3.3.2)缓慢倒入钒酸铵溶液(3.9.3.3.1)中,使两者等体积混匀。现用现配。

3.9.3.4 五氧化二磷标准溶液

3.9.3.4.1 称取 1.917 5 g 经 105℃~110℃干燥 2 h 左右的磷酸二氢钾( $\text{KH}_2\text{PO}_4$ )溶于水中,移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至标线,摇匀。此溶液为  $\rho(\text{P}_2\text{O}_5)=1.00 \text{ mg/mL}$ 。

3.9.3.4.2 移取 100 mL 五氧化二磷标准溶液(3.9.3.4.1)于 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至标线,摇匀。此溶液为  $\rho(\text{P}_2\text{O}_5)=100.0 \text{ }\mu\text{g/mL}$ 。

3.9.4 仪器设备

3.9.4.1 分析天平:感量不大于 0.000 1 g。

3.9.4.2 分光光度计

3.9.5 试样

3.9.5.1 试样粒度小于 100 μm。

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



3.9.6 分析步骤

称取约 1 g(精确至 0.000 1 g)试样,置于铂坩埚中,加入 4 mL 硝酸(3.9.3.1)、3 mL~5 mL 氢氟酸(3.9.3.2),在电热板上蒸发至干,再加入 2 mL 硝酸(3.9.3.1),继续蒸干,取下稍冷,加入 5 mL 硝酸(3.9.3.1)、10 mL~15 mL 水,加热使残渣溶解,过滤,用温水洗涤残渣,滤液承接于 100 mL 容量瓶中并控制滤液体积不超过 80 mL。

向滤液中加入 10 mL 钒酸铵-钼酸铵混合显色液(3.9.3.3.3),用水稀释至标线,摇匀。放置 20 min (显色温度为 15℃~30℃),在波长 420 nm 处进行吸光度测定。

3.9.7 标准系列溶液

移取 0.00、0.50、1.00、1.50、2.00、2.50、3.00、4.00、5.00、7.00……mL 五氧化二磷标准溶液(3.9.3.4.2)分别置于 100 mL 容量瓶中,加入 5 mL 硝酸(3.9.3.1),加水至 60 mL 左右,加入 10 mL 钒酸铵-钼酸铵混合显色液(3.9.3.3.3),用水稀释至标线,摇匀。放置 20 min(显色温度为 15℃~30℃),在波长 420 nm 处进行吸光度测定,绘制标准系列曲线或者采用仪器浓度直读。

3.9.8 分析结果计算

3.9.8.1 五氧化二磷的含量以质量分数  $\omega(\text{P}_2\text{O}_5)$  计,数值以  $10^{-2}$  或 % 表示,按式(12)计算:

$$\omega(\text{P}_2\text{O}_5)=\frac{m_1\times10^{-6}}{m_s}\times100\cdots\cdots\cdots(12)$$

式中:

$m_1$ ——从标准系列曲线上(或浓度直读)所得待测溶液中五氧化二磷的量,单位为微克( $\mu\text{g}$ );  
 $m_s$ ——试料质量,单位为克(g)。

3.9.8.2 分析结果表示至小数点后两位有效数字。

3.9.9 允许差

测定结果的允许差(见表 11)。

表 11

五氧化二磷的含量(%)	同一试验室允许差(%)	不同试验室允许差(%)
<0.010	0.002 0	0.002 5
0.010~0.050	0.006 0	0.008 0
>0.050~0.50	0.035	0.040
>0.50	0.15	0.20

3.10 氧化锰的测定

3.10.1 方法类别

- a) 原子吸收分光光度法(标准法)  
测定范围:0.005 0%~5%。
- b) 高碘酸钾分光光度法(代用法)  
测定范围:0.010%~2%。

3.10.2 原子吸收分光光度法

3.10.2.1 方法提要

试料经高氯酸、氢氟酸分解,在 2% 的盐酸介质中,于原子吸收分光光度计波长 279.5nm 处,以空气-乙炔火焰进行测定。

3.10.2.2 试剂

- 3.10.2.2.1 高氯酸( $\rho$ 1.68 g/mL)
- 3.10.2.2.2 氢氟酸( $\rho$ 1.15 g/mL)
- 3.10.2.2.3 盐酸(1+1)
- 3.10.2.2.4 氧化锰标准溶液



3.10.2.2.4.1 称取 2.227 7g 高锰酸钾(KMnO<sub>4</sub>)溶于 200 mL 水中,加入 20 mL 硫酸(1+1),加热至沸,滴加草酸溶液(50 g/L)至七价锰紫色消失,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 ρ(MnO)=1.00 mg/mL。

3.10.2.2.4.2 移取 100 mL 氧化锰标准溶液(3.10.2.2.4.1)于 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至标线,摇匀。此溶液为 ρ(MnO)=100.0 μg/mL。

3.10.2.3 仪器设备

3.10.2.3.1 分析天平:感量不大于 0.000 1 g。

3.10.2.3.2 原子吸收分光光度计

3.10.2.4 试样

3.10.2.4.1 试样粒度小于 100 μm。

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

3.10.2.5 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(3.10.2.2.1)、10 mL~15 mL 氢氟酸(3.10.2.2.2),在电热板上低温加热,近干时摇动坩埚以防溅失,蒸发至白烟冒尽(若试料分解不完全可在未蒸干前补加氢氟酸),取下稍冷,再加入 0.5 mL 高氯酸(3.10.2.2.1),继续蒸发至冒白烟后再升高温度冒尽白烟,取下稍冷,加入 4 mL 盐酸(3.10.2.2.3)、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,用水稀释至标线,摇匀。按本部分第 3.10.2.7 条测量。

3.10.2.6 标准系列溶液

移取 0.00、0.50、1.00、1.50、2.00、2.50、3.00、4.00……mL 氧化锰标准溶液(3.10.2.2.4.2)分别置于 100 mL 容量瓶中,加入 4mL 盐酸(3.10.2.2.3),用水稀释至标线,摇匀。按本部分第 3.10.2.7 条测量,绘制标准系列曲线或采用仪器浓度直读。

3.10.2.7 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 279.5 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。

3.10.2.8 分析结果计算

3.10.2.8.1 氧化锰的含量以质量分数 ω(MnO)计,数值以 10<sup>-2</sup>或%表示,按式(13)计算:

$$\omega(\text{MnO}) = \frac{m_1 \times 10^{-6}}{m_s} \times 100 \dots\dots\dots (13)$$

式中:  
m<sub>1</sub>——从标准系列曲线上(或浓度直读)所得待测溶液中氧化锰的量,单位为微克(μg);  
m<sub>s</sub>——试料质量,单位为克(g)。

3.10.2.8.2 分析结果表示至小数点后两位有效数字。

3.10.2.9 允许差

测定结果的允许差(见表 12)。

表 12

氧化锰的含量(%)	同一试验室允许差(%)	不同试验室允许差(%)
<0.050	0.005 0	0.006 0
0.050~0.50	0.035	0.040
>0.50~1	0.15	0.20
>1	0.30	0.35

3.10.3 高碘酸钾分光光度法

3.10.3.1 方法提要

试料经硫酸、氢氟酸分解,在5%~10%的硫酸和含有磷酸的介质中,用高碘酸钾将二价锰氧化成紫红色的七价锰,在波长530 nm处进行吸光度测定。

3.10.3.2 试剂

3.10.3.2.1 高碘酸钾(固体)

3.10.3.2.2 氢氟酸( $\rho$ 1.15 g/mL)

3.10.3.2.3 硝酸( $\rho$ 1.42 g/mL)

3.10.3.2.4 硫酸(1+1)

3.10.3.2.5 磷酸(1+1)

3.10.3.2.6 氧化锰标准溶液

3.10.3.2.6.1 氧化锰标准溶液[ $\rho(\text{MnO})=1.00\text{ mg/mL}$ ]:配制方法同本部分3.10.2.2.4.1。

3.10.3.2.6.2 移取100 mL氧化锰标准溶液(3.10.3.2.6.1)于1 000 mL容量瓶中,用水稀释至标线,摇匀。此溶液为 $\rho(\text{MnO})=100.0\text{ }\mu\text{g/mL}$ 。

3.10.3.3 仪器设备

3.10.3.3.1 分析天平:感量不大于0.000 1 g。

3.10.3.3.2 分光光度计

3.10.3.4 试样

3.10.3.4.1 试样粒度小于100  $\mu\text{m}$ 。

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

3.10.3.5 分析步骤

3.10.3.5.1 称取约0.5 g(精确至0.000 1 g)试样置于铂坩埚中,用水润湿,加入1 mL硫酸(3.10.3.2.4)、5 mL~7 mL氢氟酸(3.10.3.2.2),在电热板上蒸发至冒白烟,加入5 mL氢氟酸(3.10.3.2.2)[如有黑色有机物,加入1 mL硝酸(3.10.3.2.3)],继续蒸发至白烟冒尽,取下冷却。

3.10.3.5.2 向坩埚中加入10 mL硫酸(3.10.3.2.4),加热使盐类溶解,过滤(若残渣溶解完全可不经过滤直接转入150 mL烧杯中),滤液承接于150 mL烧杯中,用水洗涤残渣4~5次后弃去残渣,滤液中加入4 mL磷酸(3.10.3.2.5)、0.2 g~0.3 g高碘酸钾(3.10.3.2.1),加热近沸,保温10 min以上,显色完全后取下冷却,移入100 mL容量瓶中,用水稀释至标线,摇匀。在波长530 nm处进行吸光度测定。

3.10.3.6 标准系列溶液

移取0.00、0.50、1.00、1.50、2.00、2.50、3.00、4.00……mL氧化锰标准溶液(3.10.3.2.6.2)分别置于150 mL烧杯中,加水至30 mL左右,加入10 mL硫酸(3.10.3.2.4)、4 mL磷酸(3.10.3.2.5),以下按本部分第3.10.3.5.2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。

3.10.3.7 分析结果计算

3.10.3.7.1 氧化锰的含量以质量分数 $\omega(\text{MnO})$ 计,数值以 $10^{-2}$ 或%表示,按式(14)计算:

$$\omega(\text{MnO})=\frac{m_1\times 10^{-6}}{m_s}\times 100\cdots\cdots(14)$$

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锰的量,单位为微克( $\mu\text{g}$ );

$m_s$ ——试料质量,单位为克(g)。

3.10.3.7.2 分析结果表示至小数点后两位有效数字。

3.10.3.8 允许差

测定结果的允许差(见表13)。

表 13

氧化锰的含量(%)	同一试验室允许差(%)	不同试验室允许差(%)
<0.50	0.060	0.080
0.50~1	0.10	0.15
>1	0.20	0.30

3.11 氯的测定

3.11.1 方法类别

硫氰酸汞分光光度法(标准法)

测定范围:0.001 0%~0.50%。

3.11.2 方法提要

试样经硝酸溶解后,氯离子在硝酸介质中与硫氰酸汞反应,生成氯化高汞,析出相等质量的硫氰酸根,在有二价铁存在时,生成红色络合物,在波长 470 nm 处进行吸光度测定。

3.11.3 试剂

3.11.3.1 水:无氯离子水(本方法试验用水均为此水)。

3.11.3.2 硝酸(1+1)

3.11.3.3 硫氰酸汞溶液(3 g/L):称取 3 g 硫氰酸汞,溶于 100 mL 无水乙醇中,经过滤用无水乙醇洗涤至 1 000 mL,贮于阴凉处备用(或者饱和硫氰酸汞乙醇溶液)。

警告:此试剂有剧毒,必须在适当的安全与防护措施下配制和使用。

3.11.3.4 硫酸铁铵溶液(300 g/L):称取 300 g 硫酸铁铵 $[\text{NH}_4\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}]$ ,溶于水中,加入 300 mL 硝酸( $\rho$ 1.42 g/mL、不应有  $\text{NO}_2$  存在),过滤除去不溶物,用水稀释至 1 000 mL。

3.11.3.5 氯标准溶液

3.11.3.5.1 称取 2.102 6 g 经 105℃~110℃干燥 2 h 左右的氯化钾溶于水中,移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至标线,摇匀,此溶液为  $\rho(\text{Cl})=1.00 \text{ mg/mL}$ 。

3.11.3.5.2 移取 10 mL 氯标准溶液(3.11.3.5.1)于 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至标线,摇匀。此溶液为  $\rho(\text{Cl})=10.0 \text{ }\mu\text{g/mL}$ 。

3.11.4 仪器设备

3.11.4.1 分析天平:感量不大于 0.000 1 g。

3.11.4.2 分光光度计

3.11.5 试样

3.11.5.1 试样粒度小于 100  $\mu\text{m}$ 。

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

3.11.6 分析步骤

3.11.6.1 称取 0.5 g~1 g(精确至 0.000 1 g)试样于烧杯中,加入 10 mL~20 mL 水、10 mL 硝酸(3.11.3.2),盖上表面皿,置于电热板上煮沸 15 min~20 min(温度不宜过高),用水冲洗表面皿及杯壁,冷却,移入 100 mL 容量瓶中,用水稀释至标线,摇匀,澄清备用。

3.11.6.2 分取 25 mL 上述溶液于 50 mL 容量瓶中,加水至 30 mL 左右,加入 5 mL 硫酸铁铵溶液(3.11.3.4),边加边摇,再加入 5 mL 硫氰酸汞溶液(3.11.3.3),用水稀释至标线,摇匀。放置 1 h 左右,在波长 470 nm 处进行吸光度测定。

3.11.7 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 氯标准溶液(3.11.3.5.2)分别置于 50 mL 容量瓶中,加水至 30 mL 左右,以下按本部分第 3.11.6.2 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。

3.11.8 分析结果的计算

3.11.8.1 氯的含量以质量分数  $\omega(\text{Cl})$  计,数值以  $10^{-2}$  或 % 表示,按式(15)计算:

$$\omega(\text{Cl}) = \frac{m_1 \times V_s \times 10^{-6}}{m_s \times V_1} \times 100 \dots\dots\dots (15)$$

式中:

- $m_1$ ——从标准系列曲线上(或浓度直读)所得待测溶液中氯的量,单位为微克( $\mu\text{g}$ );
- $V_s$ ——试液总体积,单位为毫升( $\text{mL}$ );
- $m_s$ ——试料质量,单位为克( $\text{g}$ );
- $V_1$ ——分取试液的体积,单位为毫升( $\text{mL}$ )。

3.11.8.2 分析结果表示至小数点后两位有效数字。

3.11.9 允许差

测定结果的允许差(见表 14)。

表 14

氯的含量(%)	同一试验室允许差(%)	不同试验室允许差(%)
<0.015	0.004 0	0.006 0
0.015~0.050	0.008 0	0.010
>0.050	0.020	0.025

3.12 三氧化二铬的测定

3.12.1 方法类别

二苯基碳酰二肼分光光度法(标准法)

测定范围:0.000 30%~2%。

3.12.2 二苯基碳酰二肼分光光度法

按 JC/T 1021.2—2007 中第 3.9 条进行,试样粒度小于 100  $\mu\text{m}$ 。

3.13 游离二氧化硅的测定

3.13.1 方法类别

磷酸溶解重量法(标准法)

测定范围:>1%。

3.13.2 方法提要

在加热条件下,用浓磷酸溶解试料中的硅酸盐矿物,而游离二氧化硅的溶解度很小,在一定条件下可使游离二氧化硅与大多数硅铝酸盐矿物分离,再用重量法进行测定。

3.13.3 试剂

3.13.3.1 磷酸( $\rho 1.70 \text{ g/mL}$ )

3.13.3.2 氟硼酸(40%)

3.13.3.3 氢氟酸( $\rho 1.15 \text{ g/mL}$ )

3.13.3.4 硫酸(1+1)

3.13.3.5 硝酸铵溶液(2 g/L):称取 2 g 硝酸铵溶于水中,用水稀释至 1 000 mL,加入 2 滴甲基红溶液(2 g/L),用氨水(1+1)中和至恰变黄色。

3.13.3.6 甲基红溶液(2 g/L):称取 0.2 g 甲基红( $\text{C}_{15}\text{H}_{15}\text{N}_3\text{O}_2$ )溶于 60 mL 无水乙醇中,用水稀释至 100 mL,摇匀。

3.13.4 仪器设备

3.13.4.1 分析天平:感量不大于 0.000 1 g。

3.13.4.2 保温熔矿装置(见图1):可根据实际需要自行设计保温熔矿装置,其中保温炉罩是用厚

0.8 mm 或 1 mm 不锈钢板制成,直径 230 mm,高 140 mm;内架由不锈钢丝(直径 2 mm)制成,包括烧杯支撑架(4)和温度计套管(6)(在支撑架下),罩面设有七孔,孔径 64 mm,炉罩周围用石棉布保温(试验时不用的孔应盖上铁板或表面皿以保持炉温稳定)。

3.13.4.2.1 调压器(2):调压范围 0 V~250 V。

3.13.4.2.2 温度计(5):350℃或 400℃。

3.13.4.2.3 圆盘电炉(7):功率为 2 000 W~3 000 W,炉盘直径为 230 mm。

3.13.4.2.4 短颈漏斗(8):直径 65 mm,颈长 10 mm,可将一般漏斗去其长颈而成。

3.13.4.2.5 高型烧杯(9):250 mL,直径 62 mm,高 115 mm。

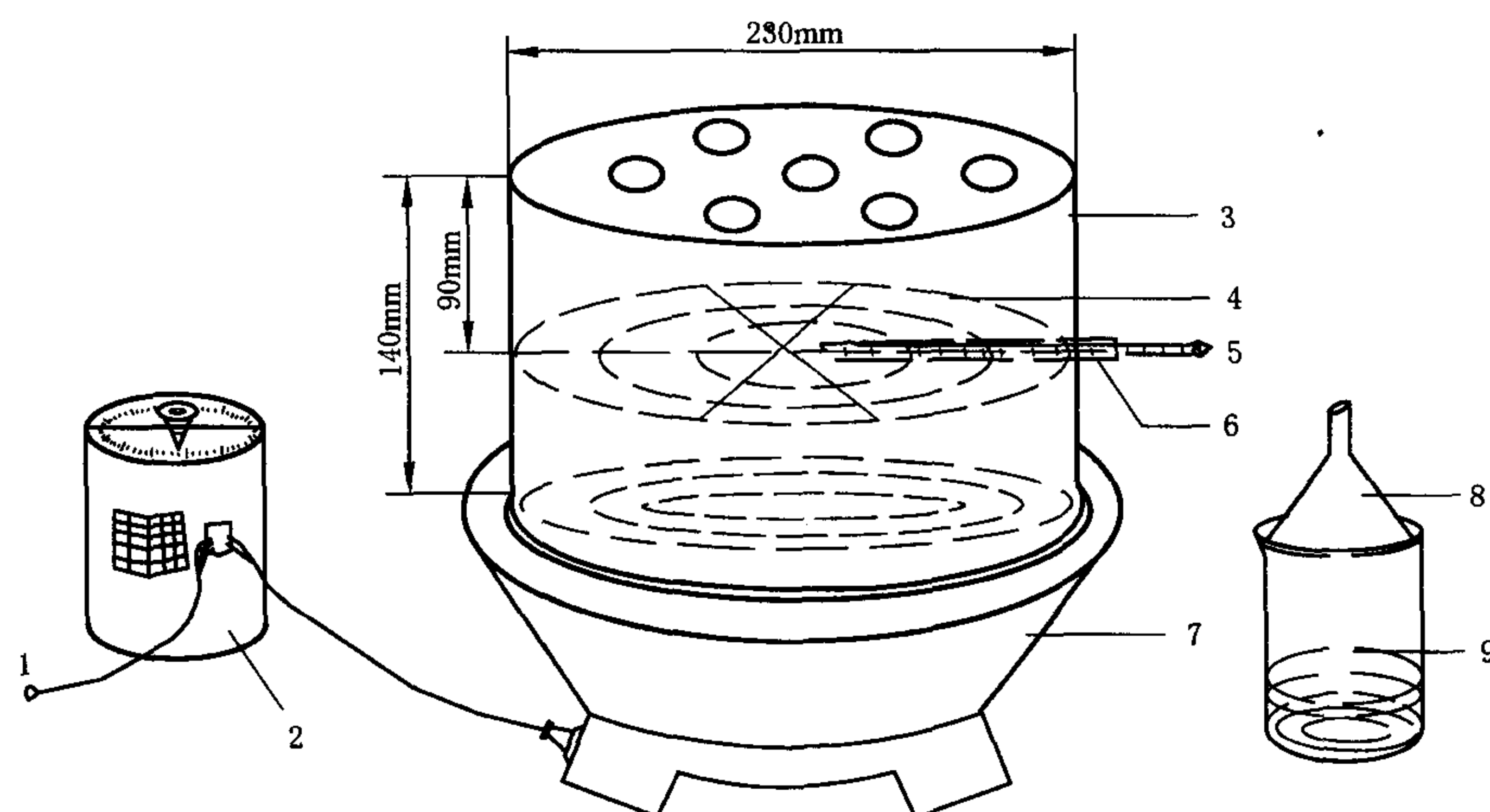
### 3.13.5 试样

3.13.5.1 试样粒度小于 100  $\mu\text{m}$ 。

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

### 3.13.6 分析步骤

3.13.6.1 称取约 1 g(精确至 0.000 1 g)试样置于预先烘干的 250 mL 高型烧杯中,沿杯壁加入 30 mL 磷酸(3.13.3.1),在杯口反盖上合适的短颈漏斗,放入已升温至 320℃的保温熔矿装置中加热 7 min~10 min,取下,冷却至 50℃~60℃,用水吹洗短颈漏斗及杯壁,加 150 mL 的热水,充分搅拌,加入 10 mL 氟硼酸(3.13.3.2),在 50℃水浴中保温 30 min(中间搅拌两次),取下。



- 1——电源;
- 2——调压器;
- 3——保温炉罩;
- 4——烧杯支撑架;
- 5——温度计;
- 6——温度计套管;
- 7——电炉;
- 8——短颈漏斗;
- 9——高型烧杯。

图1 保温熔矿装置

3.13.6.2 趁热用定量慢速滤纸过滤,擦净烧杯和玻璃棒,用热水洗涤沉淀 10~15 次,再用温热的硝酸铵溶液(3.13.3.5)洗涤沉淀至滤液不显酸性[用甲基红溶液(3.13.3.6)检验]。

3.13.6.3 将沉淀移入已恒重的铂坩埚( $m_0$ )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 1 000℃ $\pm$ 20℃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( $m_1$ )。

3.13.6.4 沿铂坩埚壁加 3~5 滴水润湿沉淀,加入 0.5 mL 硫酸(3.13.3.4)、10 mL 氢氟酸

(3.13.3.3),在电热板上蒸发至冒白烟,再加入 5 mL 氢氟酸(3.13.3.3),蒸发至白烟冒尽。将坩埚放入高温炉内,在 1 000℃±20℃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( $m_2$ )。

3.13.7 分析结果计算

3.13.7.1 游离二氧化硅的含量以质量分数  $w(\text{fSiO}_2)$  计,数值以  $10^{-2}$  或 % 表示,按式(16)计算:

$$w(\text{fSiO}_2)=\frac{m_1-m_2}{m_s}\times 100\cdots\cdots\cdots (16)$$

式中:

- $m_1$ ——氢氟酸处理前沉淀加坩埚的质量,单位为克(g);
- $m_2$ ——氢氟酸处理后残渣加坩埚的质量,单位为克(g);
- $m_s$ ——试料质量,单位为克(g)。

3.13.7.2 氢氟酸处理后残余在坩埚中的残渣量以 mg/g 来表示,按式(17)计算:

$$\text{残渣量}(\text{mg/g})=\frac{m_2-m_0}{m_s}\times 1\,000\cdots\cdots\cdots (17)$$

式中:

- $m_2$ ——氢氟酸处理后残渣加坩埚的质量,单位为克(g);
- $m_0$ ——空坩埚的质量,单位为克(g);
- $m_s$ ——试料质量,单位为克(g)。

3.13.7.3 分析结果表示至小数点后两位有效数字。

3.13.8 允许差

测定结果的允许差(见表 15)。

表 15

同一实验室允许差(%)	不同实验室允许差(%)
0.40	0.50
残渣量≤2 mg/g	

3.14 二氧化碳的测定

3.14.1 方法类别

酸碱中和容量法(标准法)  
测定范围: >5%。

3.14.2 方法提要

加入过量的盐酸标准滴定溶液,与试料中的碳酸盐定量反应,剩余的盐酸标准滴定溶液用氢氧化钠标准滴定溶液滴定,根据盐酸的实际消耗量,计算二氧化碳的含量。

3.14.3 试剂

3.14.3.1 水:经煮沸的冷却水,现用现煮(本方法试验用水均为此水)。

3.14.3.2 氢氧化钠标准滴定溶液[ $c(\text{NaOH})=0.2\text{ mol/L}$ ]

3.14.3.2.1 氢氧化钠标准滴定溶液的配制

称取 8 g 氢氧化钠溶于水中,冷却后用水稀释至 1 000 mL,摇匀,保存于塑料瓶(或硬质玻璃瓶)中,瓶塞上装一支内盛钠石灰的球形管,以防止空气中二氧化碳的影响。

3.14.3.2.2 氢氧化钠标准滴定溶液的标定

称取 0.500 0g 经 105℃~110℃干燥 2 h 左右的邻苯二甲酸氢钾( $\text{KHC}_8\text{H}_4\text{O}_4$ )于锥形瓶中,加 100 mL 水,溶解后加入 10 滴酚酞溶液(10 g/L),用氢氧化钠标准滴定溶液滴定至微红色 1 min 内不消失为终点。

3.14.3.2.3 氢氧化钠标准滴定溶液物质的量浓度按式(18)计算,其值修约至四位小数:

$$c_1 = \frac{m}{V_1 \times M} \times 1\,000 \dots\dots\dots (18)$$

式中：  
 $c_1$ ——氢氧化钠标准滴定溶液物质的量浓度，单位为摩尔每升(mol/L)；  
 $m$ ——邻苯二甲酸氢钾的质量，单位为克(g)；  
 $V_1$ ——消耗氢氧化钠标准滴定溶液的体积，单位为毫升(mL)；  
 $M$ ——邻苯二甲酸氢钾的摩尔质量，单位为克每摩尔(g/mol)[ $M(\text{KHC}_8\text{H}_4\text{O}_4) = 204.22$ ]。

3.14.3.3 盐酸标准滴定溶液[ $c(\text{HCl}) = 0.2\text{ mol/L}$ ]

3.14.3.3.1 盐酸标准滴定溶液的配制

分取 16.5 mL 盐酸( $\rho 1.19\text{ g/mL}$ )于 1 000 mL 容量瓶中，用水稀释至标线，摇匀。

3.14.3.3.2 盐酸标准滴定溶液的标定

移取 20 mL 盐酸标准滴定溶液于锥形瓶中，加 100 mL 水、2 滴甲基红溶液(3.14.3.4)，用氢氧化钠标准滴定溶液(3.14.3.2)滴定至红色变黄色为终点。

3.14.3.3.3 盐酸标准滴定溶液物质的量浓度按式(19)计算，其值修约至四位小数：

$$c_2 = \frac{c_1 \times V_2}{V_3} \dots\dots\dots (19)$$

式中：  
 $c_2$ ——盐酸标准滴定溶液物质的量浓度，单位为摩尔每升(mol/L)；  
 $c_1$ ——氢氧化钠标准滴定溶液物质的量浓度，单位为摩尔每升(mol/L)；  
 $V_2$ ——消耗氢氧化钠标准滴定溶液的体积，单位为毫升(mL)；  
 $V_3$ ——移取盐酸标准滴定溶液的体积，单位为毫升(mL)。

3.14.3.4 甲基红溶液(2 g/L)：称取 0.2 g 甲基红( $\text{C}_{15}\text{H}_{15}\text{N}_3\text{O}_2$ )溶于 60 mL 无水乙醇中，用水稀释至 100 mL，摇匀。

3.14.4 仪器设备

分析天平：感量不大于 0.000 1 g。

3.14.5 试样

3.14.5.1 试样粒度小于 100 $\mu\text{m}$ 。

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

3.14.6 分析步骤

称取 0.1 g~0.5 g(精确至 0.000 1 g)试样于 250 mL 锥形瓶中，加少量水润湿，准确加入 25 mL (视碳酸盐含量大小而定)盐酸标准滴定溶液(3.14.3.3)，用带有玻璃管(长 25 mm~30 mm；内径 3 mm~4 mm)的橡皮塞塞紧瓶口，在电热板上加热(避免溶液剧烈沸腾)至二氧化碳气泡停止、试料分解完全，取下冷却，用水洗净玻璃管和橡皮塞，加 2~3 滴甲基红溶液(3.14.3.4)，用氢氧化钠标准滴定溶液(3.14.3.2)滴定至黄色为终点。

注：含有氧化物、硫化物的样品，可采用 JC/T 1021.2—2007 中第 3.15 条烧碱石棉吸收重量法。

3.14.7 分析结果计算

3.14.7.1 二氧化碳的含量以质量分数  $w(\text{CO}_2)$  计，数值以  $10^{-2}$  或 % 表示，按式(20)计算：

$$w(\text{CO}_2) = \frac{(c_2 V_4 - c_1 V_5) \times M \times 10^{-3}}{m_s} \times 100 \dots\dots\dots (20)$$

式中：  
 $c_2$ ——盐酸标准滴定溶液物质的量浓度，单位为摩尔每升(mol/L)；  
 $V_4$ ——加入盐酸标准滴定溶液的体积，单位为毫升(mL)；  
 $c_1$ ——氢氧化钠标准滴定溶液物质的量浓度，单位为摩尔每升(mol/L)；  
 $V_5$ ——消耗氢氧化钠标准滴定溶液的体积，单位为毫升(mL)；



$M$ ——二氧化碳的摩尔质量,单位为克每摩尔(g/mol)[ $M(\frac{1}{2}\text{CO}_2)=22.00$ ];

$m_s$ ——试料质量,单位为克(g)。

3.14.7.2 分析结果表示至小数点后两位有效数字。

3.14.8 允许差

测定结果的允许差(见表 16)。

表 16

二氧化碳的含量(%)	同一试验室允许差(%)	不同试验室允许差(%)
<15	0.40	0.45
≥15	0.50	0.55

3.15 酸不溶物的测定(标准法)

3.15.1 方法提要

试料经稀盐酸加热溶解,使碳酸盐完全分解,不溶残渣经过滤、洗涤后于 950℃±20℃灼烧至恒重。

3.15.2 试剂

3.15.2.1 盐酸(1+5)

3.15.2.2 盐酸(2+98)

3.15.2.3 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,摇匀后贮存于棕色瓶中。

3.15.3 仪器设备

分析天平:感量不大于 0.000 1 g。

3.15.4 试样

3.15.4.1 试样粒度小于 100μm。

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

3.15.5 分析步骤

称取约 1 g(精确至 0.000 1 g)试样于 250 mL 烧杯中,加水润湿,盖上表面皿,沿烧杯口加入 50 mL 盐酸(3.15.2.1),待反应停止后在电热板上加热微沸 5 min~10 min,取下稍冷,用水冲洗表面皿,以定量慢速滤纸过滤,用温热的盐酸(3.15.2.2)洗涤烧杯及残渣数次,再用温水洗涤残渣至滤液无氯离子[用硝酸银溶液(3.15.2.3)检验]。将滤纸和残渣一并放入已恒重的瓷坩埚内,置于高温炉中,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℃±20℃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。

3.15.6 分析结果计算

3.15.6.1 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(21)计算:

$$w(B_{SU}) = \frac{m_1 - m_2}{m_s} \times 100 \dots\dots\dots (21)$$

式中:

$m_1$ ——坩埚加残渣质量,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)。

3.15.6.2 分析结果表示至小数点后两位有效数字。

3.15.7 允许差

测定结果的允许差(见表 17)。



表 17

同一实验室允许差(%)	不同实验室允许差(%)
0.30	0.40

\_\_\_\_\_