



中华人民共和国建材行业标准

JC/T 1021.6—2007

非金属矿物和岩石化学分析方法
第 6 部分 萤石矿化学分析方法

Methods for chemical analysis of nonmetal mineral and rock
—Part 6: Methods for chemical analysis of fluorite

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 6 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、杨向农、徐晓萌、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6部分 萤石矿化学分析方法

1 范围

本部分规定了萤石矿主要成分的化学分析方法。

本部分适用于萤石矿成分分析。

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 氟化钙的测定

3.1.1 方法类别

a) 硼酸、盐酸提取-EDTA 容量法(标准法)

测定范围: $>5\%$ 。

b) 差减法(代用法)

测定范围: $>5\%$ 。

3.1.2 硼酸、盐酸提取-EDTA 容量法

3.1.2.1 方法提要

试料经含钙的乙酸溶液分解,分离碳酸钙和硫酸钙,残渣用硼酸、盐酸溶解,过滤或澄清,分取清液,用三乙醇胺掩蔽铁、铝,在 $\text{pH} \geq 12$ 时,以钙黄绿素-酚酞为指示剂,用 EDTA 标准滴定溶液滴定氟化钙。

3.1.2.2 试剂

3.1.2.2.1 盐酸($\rho 1.19 \text{ mg/mL}$)

3.1.2.2.2 硫酸(1+1)

3.1.2.2.3 三乙醇胺(1+2)

3.1.2.2.4 硼酸溶液(40 g/L)

3.1.2.2.5 氢氧化钾溶液(200 g/L):贮存于塑料瓶中。

3.1.2.2.6 含钙乙酸溶液:称取 5 g 碳酸钙置于 250 mL 烧杯中,盖上表面皿,加入 100 mL 乙酸(1+9),在水浴上加热溶解,用乙酸(1+9)转入 1 000 mL 容量瓶中并稀释至标线,摇匀。

3.1.2.2.7 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 400 mL 烧杯中,加 50 mL 水,盖上表面皿,从杯口缓慢滴入 20 mL 盐酸(1+1),加热使其全部溶解,取下冷却,移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至标线,摇匀。此溶液为 $\rho(\text{CaO}) = 1.00 \text{ mg/mL}$ 。

3.1.2.2.8 EDTA 标准滴定溶液 [$c(\text{EDTA}) = 0.015 \text{ mol/L}$]

3.1.2.2.8.1 EDTA 标准滴定溶液的配制

称取 5.58 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。

3.1.2.2.8.2 EDTA 标准滴定溶液的标定

移取 5 mL~25 mL 氧化钙标准溶液(3.1.2.2.7)于 250 mL 烧杯中,加水至 80 mL 左右,加入 8 mL 氢氧化钾溶液(3.1.2.2.5)、适量的钙黄绿素-酚酞混合指示剂(3.1.2.2.9),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。

3.1.2.2.8.3 EDTA 标准滴定溶液对氧化钙的滴定度按式(1)计算,其值修约至四位小数:

$$T=\frac{\rho\times V_1}{V_2}\dots\dots\dots (1)$$

式中:

T——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)。

3.1.2.2.9 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。

3.1.2.3 仪器设备

分析天平:感量不大于 0.000 1 g。

3.1.2.4 试样

3.1.2.4.1 试样粒度小于 100 μm 。

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

3.1.2.5 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 200 mL 烧杯中,准确加入 10 mL 含钙乙酸溶液(3.1.2.2.6),盖上表面皿,摇散试料,在 90℃~95℃的水浴上保温 30 min(期间摇晃烧杯 3~4 次,每次使试料摇散),立即用定量慢速滤纸加少许纸浆过滤,用温水洗涤烧杯 2~3 次、洗不溶物 4~6 次,控制滤液总体积在 80 mL 左右,并保持每个试液体积一致,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,用以氧化钙的测定。

3.1.2.5.2 将不溶残渣及滤纸放回原烧杯中,捣碎滤纸,加入 20 mL 硼酸溶液(3.1.2.2.4)、8 mL 盐酸(3.1.2.2.1),盖上表面皿,加热煮沸 1 min~2 min,加 30 mL 热水,在沸水浴中保温 30 min,经常搅拌使氟化钙溶解完全,取出冷却,移入 250 mL 容量瓶中,加水至 200 mL 左右,加入 2 mL 硫酸(3.1.2.2.2),用水稀释至标线,摇匀,放置澄清。

3.1.2.5.3 分取 20 mL~50 mL 上述溶液的上层清液置于 250 mL 烧杯中,加水至 80 mL 左右,加入 5 mL 硼酸溶液(3.1.2.2.4)、5 mL 三乙醇胺(3.1.2.2.3)、20 mL 氢氧化钾溶液(3.1.2.2.5)、适量的钙黄绿素-酚酞混合指示剂(3.1.2.2.9),以黑色为背景,用 EDTA 标准滴定溶液(3.1.2.2.8)滴定至绿色荧光消失红色出现为终点。

3.1.2.6 分析结果计算

3.1.2.6.1 氟化钙的含量以质量分数 $\omega(\text{CaF}_2)$ 计,数值以 10^{-2} 或 % 表示,按式(2)计算:

$$\omega(\text{CaF}_2)=\frac{T\times V_3\times V_s\times 1.392\,3\times 10^{-3}}{m_s\times V_4}\times 100\dots\dots\dots (2)$$

式中:

T——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 ——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);
- 1.392 3——氧化钙相当于氟化钙的换算系数。
- 3.1.2.6.2 分析结果表示至小数点后两位有效数字。
- 3.1.2.7 允许差
- 测定结果的允许差(见表1)。

表 1

氟化钙的含量(%)	同一试验室允许差(%)	不同试验室允许差(%)
<30	0.35	0.40
≥30	0.45	0.50

3.1.3 差减法

3.1.3.1 方法提要

试料经硫酸、氢氟酸、高氯酸分解,残渣用盐酸溶解,分取溶液,以三乙醇胺掩蔽铁、铝等干扰元素,在 pH≥12 时,以钙黄绿素-酚酞为指示剂,用 EDTA 标准滴定溶液滴定氟化钙和氧化钙的总量,差减得氟化钙的量。

3.1.3.2 试剂

- 3.1.3.2.1 高氯酸(ρ 1.68 g/mL)
- 3.1.3.2.2 氢氟酸(ρ 1.15 g/mL)
- 3.1.3.2.3 硫酸(1+1)
- 3.1.3.2.4 盐酸(2+3)
- 3.1.3.2.5 盐酸(1+99)
- 3.1.3.2.6 三乙醇胺(1+2)
- 3.1.3.2.7 氢氧化钾溶液(200 g/L):贮存于塑料瓶中。
- 3.1.3.2.8 EDTA 标准滴定溶液[$c(\text{EDTA})=0.015 \text{ mol/L}$]:配制、标定及计算同本部分 3.1.2.2.8。
- 3.1.3.2.9 钙黄绿素-酚酞混合指示剂:配制方法同本部分 3.1.2.2.9。
- 3.1.3.2.10 刚果红试纸

3.1.3.3 仪器设备

分析天平:感量不大于 0.000 1 g。

3.1.3.4 试样

- 3.1.3.4.1 试样粒度小于 100 μm 。
- 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)试样置于铂坩埚中,用水润湿,加入 2 mL 硫酸(3.1.3.2.3),4 mL 氢氟酸(3.1.3.2.2)和 3 mL 高氯酸(3.1.3.2.1),在电热板上缓慢蒸干,近干时摇动坩埚以防试液溅失,冒尽三氧化硫白烟(先在低温处蒸干,再升高温度赶尽三氧化硫),加入 3 mL 高氯酸(3.1.3.2.1),继续蒸发至干,取下冷却,用滤纸擦净坩埚外壁,放入 250 mL 烧杯中,加入 40 mL 盐酸(3.1.3.2.4),在电热板上加热微沸,用温热的盐酸(3.1.3.2.5)洗出坩埚,加热试液使可溶性盐类溶解,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 B,用以氟化钙、铁、铝、钛、镁等测定。
- 3.1.3.5.2 分取 25 mL 试液 B(本部分 3.1.3.5.1)置于 250 mL 烧杯中,加水至 100 mL 左右,加入 2 mL 三乙醇胺(3.1.3.2.6)、一小片刚果红试纸,用氢氧化钾溶液(3.1.3.2.7)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(3.1.3.2.9),以黑色为背景,用 EDTA 标准滴定溶

液(3.1.3.2.8)滴定至绿色荧光消失红色出现为终点。

3.1.3.6 分析结果计算

3.1.3.6.1 氟化钙的含量以质量分数 $\omega(\text{CaF}_2)$ 计,数值以 10^{-2} 或 % 表示,按式(3)计算:

$$\omega(\text{CaF}_2)=\left[\frac{T\times V_1\times V_s\times 10^{-3}}{m_s\times V_2}\times 100-\omega(\text{CaO})\right]\times 1.392\,3\cdots\cdots (3)$$

式中:

T ——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 ——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);

$\omega(\text{CaO})$ ——按本部分第 3.2 条测得碳酸钙和硫酸钙中的含钙量(以氧化钙形式表示);

1.392 3——氧化钙相当于氟化钙的换算系数。

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

氟化钙的含量(%)	同一试验室允许差(%)	不同试验室允许差(%)
<30	0.40	0.45
≥30	0.50	0.55

3.2 氧化钙的测定

3.2.1 方法类别

EDTA 容量法(标准法)

测定范围:0.10%~5%。

3.2.2 方法提要

试料经含钙乙酸溶液溶解,过滤分离残渣,分取滤液,以三乙醇胺掩蔽铁、铝等干扰元素,在 $\text{pH}\geq 12$ 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,此氧化钙为碳酸钙和硫酸钙中所含的钙量。

3.2.3 试剂

3.2.3.1 三乙醇胺(1+2)

3.2.3.2 氢氧化钾溶液(200 g/L):贮存于塑料瓶中。

3.2.3.3 EDTA 标准滴定溶液[$c(\text{EDTA})=0.015\text{ mol/L}$]:配制、标定及计算同本部分 3.1.2.2.8。

3.2.3.4 钙黄绿素-酚酞混合指示剂:配制方法同本部分 3.1.2.2.9。

3.2.4 仪器设备

分析天平:感量不大于 0.000 1 g。

3.2.5 分析步骤

3.2.5.1 分取 20 mL~50 mL 试液 A(本部分 3.1.2.5.1)于 250 mL 烧杯中,加水至 80 mL 左右,加入 5 mL 三乙醇胺(3.2.3.1)、10 mL 氢氧化钾溶液(3.2.3.2)、适量的钙黄绿素-酚酞混合指示剂(3.2.3.4),以黑色为背景,用 EDTA 标准滴定溶液(3.2.3.3)滴定至绿色荧光消失红色出现为终点。

3.2.5.2 随同试验进行三份空白试验,所消耗的 EDTA 标准滴定溶液的体积极差不得大于 0.10 mL,否则增加空白试验,取其平均值。

3.2.6 分析结果计算

3.2.6.1 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(4)计算:

$$\omega(\text{CaO}) = \frac{T \times (V_1 - V_2) \times V_s \times 10^{-3}}{m_s \times V_3} \times 100 \dots\dots\dots (4)$$

式中:

- T——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);
- V₁——消耗 EDTA 标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);
- V₂——空白试验消耗 EDTA 标准滴定溶液体积的平均值,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);
- V₃——分取试液的体积,单位为毫升(mL)。

注: 在较纯的萤石中,一般硫酸钙含量甚微,可忽略不计,此钙值可直接换算为碳酸钙形式。

3.2.6.2 分析结果表示至小数点后两位有效数字。

3.2.7 允许差

测定结果的允许差(见表 3)。

表 3

氧化钙的含量(%)	同一试验室允许差(%)	不同试验室允许差(%)
<0.50	0.080	0.10
0.50~1	0.20	0.25
>1	0.35	0.40

3.3 二氧化硅的测定

3.3.1 方法类别

氢氟酸直接挥发法(标准法)
测定范围:<45%。

3.3.2 方法提要

试料用乙酸(1+9)溶解,除去碳酸钙和硫酸钙,残渣于 650℃±20℃灼烧至恒重,经氢氟酸处理,再于 650℃±20℃灼烧至恒重,两次重量之差为二氧化硅的量。

3.3.3 试剂

- 3.3.3.1 氢氟酸(ρ 1.15 g/mL)
- 3.3.3.2 乙酸(1+9)

3.3.4 仪器设备

分析天平:感量不大于 0.000 1 g。

3.3.5 试样

- 3.3.5.1 试样粒度小于 100 μm 。
- 3.3.5.2 试样在 105℃~110℃干燥 2 h~3 h,置于干燥器中冷却至室温。

3.3.6 分析步骤

3.3.6.1 称取约 0.5 g(精确至 0.000 1 g)试样置于 100 mL 烧杯中,加入 10mL 乙酸(3.3.3.2),盖上表面皿,在 95℃的水浴上保温 30 min(期间搅拌 3~4 次),用定量慢速滤纸加少许纸浆过滤(用水洗涤烧杯及残渣数次),将滤纸及残渣置于铂坩埚中,放入高温炉内,低温灰化并逐渐升温至 650℃±20℃灼烧 40 min~60 min,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(m₁)。

注: 若碳酸钙含量小于 1%时,试料不用分离碳酸钙,可称取试样后直接在 650℃±20℃灼烧至恒重,以下按本部分

第 3.3.6.2 条进行。

3.3.6.2 在坩埚中加入 10 mL 氢氟酸,在低温电热板上蒸干,取下稍冷,再加入 5 mL 氢氟酸,蒸干(当蒸至体积为 1 mL~2mL 时,充分摇动),冷却后放入高温炉内,从低温升至 650℃±20℃灼烧 40 min~60 min,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)。

3.3.7 分析结果计算

3.3.7.1 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(5)计算:

$$\omega(\text{SiO}_2)=\frac{m_1-m_2}{m_s}\times 100\cdots\cdots\cdots (5)$$

式中:

- m_1 ——氢氟酸处理前坩埚加灼烧后残渣的质量,单位为克(g);
- m_2 ——氢氟酸处理后坩埚加灼烧后残渣的质量,单位为克(g);
- m_s ——试料质量,单位为克(g)。

3.3.7.2 分析结果表示至小数点后两位有效数字。

3.3.8 允许差

测定结果的允许差(见表 4)。

表 4

同一试验室允许差(%)	不同试验室允许差(%)
0.45	0.50

3.4 三氧化二铁的测定

3.4.1 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%。

3.4.2 磺基水杨酸分光光度法

3.4.2.1 方法提要

试料经硫酸、氢氟酸、高氯酸分解,残渣用盐酸溶解,分取溶液,在 pH=8~11.5 的氨性介质中,三价铁与磺基水杨酸生成稳定的黄色络合物,在波长 420 nm 处进行吸光度测定。

3.4.2.2 试剂

- 3.4.2.2.1 氨水(1+1)
- 3.4.2.2.2 盐酸羟胺溶液(50 g/L)
- 3.4.2.2.3 磺基水杨酸溶液(100 g/L)
- 3.4.2.2.4 三氧化二铁标准溶液
 - 3.4.2.2.4.1 称取 1.000 0 g 经 105℃~110℃干燥 2 h 左右的三氧化二铁于烧杯中,加入 40 mL 盐酸(1+1),低温加热至全部溶解,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 $\rho(\text{Fe}_2\text{O}_3)=1.00\text{ mg/mL}$ 。
 - 3.4.2.2.4.2 移取 100 mL 三氧化二铁标准溶液(3.4.2.2.4.1)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 $\rho(\text{Fe}_2\text{O}_3)=100.0\text{ }\mu\text{g/mL}$ 。

3.4.2.3 仪器设备

- 3.4.2.3.1 分析天平:感量不大于 0.000 1 g
- 3.4.2.3.2 分光光度计

3.4.2.4 分析步骤

分取 20 mL~50 mL 试液 B(本部分 3.1.3.5.1)置于 100 mL 容量瓶中,加水至 40 mL 左右,加入

10 mL 磺基水杨酸溶液(3.4.2.2.3)、5 mL 盐酸羟胺溶液(3.4.2.2.2),用氨水(3.4.2.2.1)中和至试液刚呈黄色并过量 2 mL,用水稀释至标线,摇匀。在波长 420 nm 处进行吸光度测定。

3.4.2.5 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…… mL 三氧化二铁标准溶液(3.4.2.2.4.2)分别置于 100 mL 容量瓶中,加水至 40 mL 左右,加入 10 mL 磺基水杨酸溶液(3.4.2.2.3),以下按本部分第 3.4.2.4 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。

3.4.2.6 分析结果计算

3.4.2.6.1 三氧化二铁的含量以质量分数 $\omega(\text{Fe}_2\text{O}_3)$ 计,数值以 10^{-2} 或 % 表示,按式(6)计算:

$$\omega(\text{Fe}_2\text{O}_3)=\frac{m_1\times V_s\times 10^{-6}}{m_s\times V_1}\times 100 \dots\dots\dots (6)$$

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铁的量,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)。

3.4.2.6.2 分析结果表示至小数点后两位有效数字。

3.4.2.7 允许差

测定结果的允许差(见表 5)。

表 5

三氧化二铁的含量(%)	同一试验室允许差(%)	不同试验室允许差(%)
<0.10	0.020	0.025
0.10~0.50	0.080	0.10
>0.50	0.25	0.30

3.4.3 原子吸收分光光度法

3.4.3.1 方法提要

试料经硫酸、氢氟酸、高氯酸分解,残渣用盐酸溶解,分取溶液,在 2% 的盐酸介质中,于原子吸收分光光度计上波长 248.3 nm 处,以空气-乙炔火焰进行三氧化二铁测定。

3.4.3.2 试剂

3.4.3.2.1 盐酸(1+1)

3.4.3.2.2 三氧化二铁标准溶液

3.4.3.2.2.1 三氧化二铁标准溶液[$\rho(\text{Fe}_2\text{O}_3)=1.00\text{ mg/mL}$]:配制方法同本部分 3.4.2.2.4.1。

3.4.3.2.2.2 移取 100 mL 三氧化二铁标准溶液(3.4.3.2.2.1)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 $\rho(\text{Fe}_2\text{O}_3)=100.0\text{ }\mu\text{g/mL}$ 。

3.4.3.3 仪器设备

3.4.3.3.1 分析天平:感量不大于 0.000 1 g

3.4.3.3.2 原子吸收分光光度计

3.4.3.4 分析步骤

分取 10 mL~25 mL 试液 B(3.1.3.5.1)于 100 mL 容量瓶中,补加盐酸(3.4.3.2.1)至酸度为 2%,用水稀释至标线,摇匀。按本部分第 3.4.3.6 条测量。

3.4.3.5 标准系列溶液

移取 0.00、1.00、2.00、3.00、4.00、6.00、8.00、10.00…… mL 三氧化二铁标准溶液(3.4.3.2.2.2)分别置于 100 mL 容量瓶中,加入 4 mL 盐酸(3.4.3.2.1),用水稀释至标线,摇匀。按本部分第 3.4.3.6

条测量,绘制标准系列曲线或者采用仪器浓度直读。

3.4.3.6 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 248.3 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。

3.4.3.7 分析结果计算

3.4.3.7.1 三氧化二铁的含量以质量分数 $\omega(\text{Fe}_2\text{O}_3)$ 计,数值以 10^{-2} 或 % 表示,按式(7)计算:

$$\omega(\text{Fe}_2\text{O}_3)=\frac{m_1\times V_s\times 10^{-6}}{m_s\times V_1}\times 100\cdots\cdots\cdots (7)$$

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铁的量,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)。

3.4.3.7.2 分析结果表示至小数点后两位有效数字。

3.4.3.8 允许差

测定结果的允许差(见表 6)。

表 6

三氧化二铁的含量(%)	同一试验室允许差(%)	不同试验室允许差(%)
<0.50	0.080	0.10
≥0.50	0.25	0.30

3.5 三氧化二铝的测定

3.5.1 方法类别

铝试剂分光光度法(标准法)
测定范围:<10%。

3.5.2 铝试剂分光光度法

按 JC/T 1021.2—2007 中第 3.4.3 条进行。分取 2 mL~20 mL 试液 B(本部分 3.1.3.5.1)。

3.6 二氧化钛的测定

3.6.1 方法类别

二安替比林甲烷分光光度法(标准法)
测定范围:<7%。

3.6.2 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 B(本部分 3.1.3.5.1);测定结果的允许差(见表 7)。

表 7

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

3.7 氧化镁的测定

3.7.1 方法类别

原子吸收分光光度法(标准法)

测定范围:0.005 0%~4%。

3.7.2 方法提要

试料经硫酸、高氯酸、氢氟酸分解,残渣用盐酸溶解,分取溶液,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。

3.7.3 试剂

3.7.3.1 盐酸(1+1)

3.7.3.2 氯化铈溶液(250 g/L)

3.7.3.3 氧化镁标准溶液

3.7.3.3.1 氧化镁标准溶液:称取1.000 0 g经800℃±20℃灼烧2h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 $\rho(\text{MgO})=1.00 \text{ mg/mL}$ 。

3.7.3.3.2 移取25 mL氧化镁标准溶液(3.7.3.3.1)于500 mL容量瓶中,用水稀释至标线,摇匀。此溶液为 $\rho(\text{MgO})=50.0 \text{ }\mu\text{g/mL}$ 。

3.7.4 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 原子吸收分光光度计

3.7.5 分析步骤

分取10 mL~20 mL试液B(本部分3.1.3.5.1)置于100 mL容量瓶中,补加盐酸(3.7.3.1)至酸度为2%,加入10 mL氯化铈溶液(3.7.3.2),用水稀释至标线,摇匀。按本部分第3.7.7条测量。

3.7.6 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(3.7.3.3.2)分别置于100 mL容量瓶中,加水至50 mL左右,加入4 mL盐酸(3.7.3.1)、10 mL氯化铈溶液(3.7.3.2),用水稀释至标线,摇匀。按本部分第3.7.7条测量,绘制标准系列曲线或者采用仪器浓度直读。

3.7.7 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。

3.7.8 分析结果计算

3.7.8.1 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(8)计算:

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

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);

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)。

3.7.8.2 分析结果表示至小数点后两位有效数字。

3.7.9 允许差

测定结果的允许差(见表8)。

表 8

氧化镁的含量(%)	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	0.30	0.35

3.8 三氧化硫的测定

3.8.1 方法类别

燃烧碘量法(标准法)

测定范围:0.010%~2%。

3.8.2 燃烧碘量法

按 JC/T 1021.2—2007 中第 3.12 条进行。称取 0.1 g~0.5 g(精确至 0.000 1 g)试样,平铺于瓷舟中,加 0.4 g 石英砂,混匀,试样粒度小于 100 μm。

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的黄色磷钒络合物,在波长 420 nm 处进行吸光度测定。

3.9.3 试剂

3.9.3.1 氢氟酸(ρ 1.15 g/mL)

3.9.3.2 高氯酸(ρ 1.68 g/mL)

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

3.9.3.4 钒酸铵-钼酸铵混合显色液

3.9.3.4.1 钒酸铵溶液(3 g/L):称取 0.3 g 钒酸铵(NH_4VO_3),溶于 50 mL 水中,加入 30 mL 硝酸,用水稀释至 100 mL,摇匀。

3.9.3.4.2 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℃,搅拌溶解,用水稀释至 100 mL,摇匀,过滤后使用。现用现配。

3.9.3.4.3 钒酸铵-钼酸铵混合显色液:在不断搅拌下,将钼酸铵溶液(3.9.3.4.2)缓慢倒入钒酸铵溶液(3.9.3.4.1)中,等体积混合。现用现配。

3.9.3.5 五氧化二磷标准溶液

3.9.3.5.1 称取 1.917 5 g 经 105℃~110℃干燥 2 h 左右的磷酸二氢钾(KH_2PO_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 $\rho(\text{P}_2\text{O}_5)=1.00 \text{ mg/mL}$ 。

3.9.3.5.2 移取 100 mL 五氧化二磷标准溶液(3.9.3.5.1)于 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至标线,摇匀。此溶液为 $\rho(\text{P}_2\text{O}_5)=100.0 \text{ }\mu\text{g/mL}$ 。

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

3.9.6.1 称取 0.5 g~1 g(精确至 0.000 1 g)试样置于铂坩埚中,加入 0.5 mL 硝酸(3.9.3.3)、5 mL 氢氟酸(3.9.3.1),蒸发至干,再加入 1 mL 高氯酸(3.9.3.2),蒸发至冒白烟数分钟取下,稍冷,再加入 3 mL 硝酸(3.9.3.3),蒸发至 1 mL 左右,取下稍冷,加入 5 mL 硝酸(3.9.3.3),加水至 15 mL 左右,加热使盐类溶解,经过滤、温水洗涤后弃去残渣,滤液承接于 100 mL 容量瓶中,控制滤液体积不超过 80 mL。

3.9.6.2 向滤液中加入 10 mL 钒酸铵-钼酸铵混合显色液(3.9.3.4.3),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、2.00、3.00、4.00、5.00、6.00……mL 五氧化二磷标准溶液(3.9.3.5.2)分别置于 100 mL 容量瓶中,加入 5 mL 硝酸(3.9.3.3),加水至 60 mL 左右,加入 10 mL 钒酸铵-钼酸铵混合显色液(3.9.3.4.3),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(9)计算:

$$\omega(\text{P}_2\text{O}_5) = \frac{m_1 \times 10^{-6}}{m_s} \times 100 \dots\dots\dots (9)$$

式中:

m_1 ——从标准系列曲线上(或浓度直读)所得待测溶液中五氧化二磷的量,单位为微克(μg);
 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 9)。

表 9

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	0.005 0	0.005 5
>0.050~0.10	0.020	0.025
>0.10~0.50	0.050	0.060
>0.50	0.15	0.20

3.10 铅、锌的测定

3.10.1 方法类别

原子吸收分光光度法(标准法)
测定范围:氧化铅 0.010%~9%;
氧化锌 0.005 0%~4%。

3.10.2 方法提要

试料经盐酸、硝酸于聚四氟乙烯坩埚中分解,在 2% 的盐酸介质中,于原子吸收分光光度计上波长氧化铅 217.0 nm、氧化锌 213.9 nm 处,以空气-乙炔火焰进行测定。

3.10.3 试剂

- 3.10.3.1 盐酸(ρ 1.19 g/mL)
- 3.10.3.2 硝酸(ρ 1.42 g/mL)
- 3.10.3.3 盐酸(1+1)

3.10.3.4 氧化铅标准溶液:称取 0.160 0 g 硝酸铅置于烧杯中,加入 10 mL 硝酸(1+9),低温加热溶解,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 $\rho(\text{PbO})=100.0\text{ }\mu\text{g/mL}$ 。

3.10.3.5 氧化锌标准溶液:称取 0.125 0 g 氧化锌置于烧杯中,加 100 mL 水和 1 mL 硝酸($\rho 1.42\text{ g/mL}$),低温加热溶解,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 $\rho(\text{ZnO})=100.0\text{ }\mu\text{g/mL}$ 。

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

3.10.5 试样

3.10.5.1 试样粒度小于 100 μm 。

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

3.10.6 分析步骤

称取 0.1 g~0.5 g(精确至 0.000 1 g)试样于聚四氟乙烯坩埚中,用水润湿,加入 20 mL 盐酸(3.10.3.1),盖上表面皿,置于电热板上加热微沸 2 min~3 min,取下稍冷,加入 6mL 硝酸(3.10.3.2),置于电热板上蒸发至干,取下稍冷,加入 5 mL 盐酸(3.10.3.1),再蒸发至干,稍冷,加入 4 mL 盐酸(3.10.3.3)、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 3.10.8 条测量。

3.10.7 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……mL 氧化铅标准溶液(3.10.3.4)和氧化锌标准溶液(3.10.3.5)分别置于 100 mL 容量瓶中,加入 4 mL 盐酸(3.10.3.3),用水稀释至标线,摇匀。按本部分第 3.10.8 条测量,绘制标准系列曲线或者采用仪器浓度直读。

3.10.8 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,调节波长分别为氧化铅 217.0 nm、氧化锌 213.9 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。

3.10.9 分析结果计算

3.10.9.1 氧化铅、氧化锌的含量以质量分数 $\omega(\text{PbO})$ 、 $\omega(\text{ZnO})$ 计,数值以 10^{-2} 或 % 表示,按式(10)计算:

$$\omega(\text{PbO,ZnO})=\frac{m_1\times10^{-6}}{m_s}\times100\text{ (10)}$$

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铅、氧化锌的量,单位为微克(μg);

m_s ——试料质量,单位为克(g)。

3.10.9.2 分析结果表示至小数点后两位有效数字。

3.10.10 允许差

测定结果的允许差(见表 10)。

表 10

氧化铅、氧化锌的含量(%)	同一试验室允许差(%)	不同试验室允许差(%)
<0.050	0.005 0	0.006 0
0.050~0.10	0.020	0.025
>0.10~0.50	0.050	0.060
>0.50	0.20	0.25

3.11 氧化钾、氧化钠的测定

3.11.1 方法类别

原子吸收分光光度法(标准法)

测定范围: $K_2O \geq 0.005\%$ 、 $Na_2O \geq 0.005\%$ 。

3.11.2 方法提要

试料经硫酸、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上波长氧化钾 766.5 nm、氧化钠 589.0 nm 处,以空气-乙炔火焰进行测定。

3.11.3 试剂

3.11.3.1 高氯酸($\rho 1.68\text{ g/mL}$)

3.11.3.2 氢氟酸($\rho 1.15\text{ g/mL}$)

3.11.3.3 硫酸(1+1)

3.11.3.4 盐酸(1+1)

3.11.3.5 氧化钾、氧化钠混合标准溶液

3.11.3.5.1 称取 0.791 5 g 经 $105^\circ\text{C} \sim 110^\circ\text{C}$ 干燥 2h 左右的氯化钾与 0.942 9 g 经 $105^\circ\text{C} \sim 110^\circ\text{C}$ 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 $\rho(K_2O, Na_2O) = 1.00\text{ mg/mL}$ 。

3.11.3.5.2 移取 50 mL 氧化钾、氧化钠混合标准溶液(3.11.3.5.1)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 $\rho(K_2O, Na_2O) = 100.0\text{ }\mu\text{g/mL}$ 。

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 原子吸收分光光度计

3.11.5 试样

3.11.5.1 试样粒度小于 $100\text{ }\mu\text{m}$ 。

3.11.5.2 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。

3.11.6 分析步骤

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 1 mL 硫酸(3.11.3.3)、10 mL~15 mL 氢氟酸(3.11.3.2)和 0.5 mL 高氯酸(3.11.3.1),在电热板上加热分解至白烟冒尽,取下冷却,加入 0.5 mL 高氯酸(3.11.3.1),继续加热至冒白烟后升高温度使白烟冒尽,取下冷却,加入 4 mL 盐酸(3.11.3.4)、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 3.11.8 条测量。

3.11.7 标准系列溶液

移取 0.00、0.50、1.00、1.50、2.00、3.00、5.00、7.00、10.00……mL 氧化钾、氧化钠混合标准溶液(3.11.3.5.2)分别置于 100 mL 容量瓶中,加入 4 mL 盐酸(3.11.3.4),用水稀释至标线,摇匀。按本部分第 3.11.8 条测量,绘制标准系列曲线或者采用仪器浓度直读。

3.11.8 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,调节波长为氧化钾 766.5 nm,氧化钠 589.0 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。

3.11.9 分析结果计算

3.11.9.1 氧化钾、氧化钠的含量以质量分数 $\omega(K_2O)$ 、 $\omega(Na_2O)$ 计,数值以 10^{-2} 或 % 表示,按式(11)计算:

$$\omega(K_2O, Na_2O) = \frac{m_1 \times 10^{-6}}{m_s} \times 100 \dots\dots\dots (11)$$

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钾、氧化钠的量,单位为微克(μg)；

m_s ——试料质量,单位为克(g)。

3.11.9.2 分析结果表示至小数点后两位有效数字。

3.11.10 允许差

测定结果的允许差(见表 11)。

表 11

(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(%)
<0.050	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