



中华人民共和国建材行业标准

JC/T 1021.8—2007

非金属矿物和岩石化学分析方法 第8部分 石膏矿化学分析方法

Methods for chemical analysis of nonmetal mineral and rock
—Part 8: Methods for chemical analysis of gypsum

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 8 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、段大桂、董芳。

本部分为首次发布。

非金属矿物和岩石化学分析方法
第 8 部分 石膏矿化学分析方法

1 范围

本部分规定了石膏矿主要成分的分析方法。
本部分适用于石膏矿成分分析。

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

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

3 试验方法

本部分遵守 JC/T 1021.1—2007 中的相关条款。

3.1 吸附水的测定(标准法)

3.1.1 方法提要

试料置于已恒重的称量瓶中,在 55℃~60℃烘干至恒重,所失去的重量为吸附水的量。

3.1.2 仪器设备

分析天平:感量不大于 0.000 1 g。

3.1.3 试样

3.1.3.1 试样粒度小于 125 μm。

3.1.3.2 试样在 21℃~30℃的条件下,置于干燥器中放置 24 h 左右。

3.1.4 分析步骤

称取约 1 g(精确至 0.000 1 g)试样置于经 105℃~110℃烘干至恒重的称量瓶中,平铺于底部,半开瓶盖,放入 55℃~60℃烘箱内干燥 1 h 左右,取出,盖紧瓶盖,置于干燥器中冷却至室温,称重(称重前打开瓶盖后再盖上)。再在相同温度下反复烘干,直至恒重。

3.1.5 分析结果计算

3.1.5.1 吸附水的含量以质量分数 $\omega(\text{H}_2\text{O}^-)$ 计,数值以 10^{-2} 或 % 表示,按式(1)计算:

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

式中:

- m_s ——试料质量,单位为克(g);
- m_1 ——称量瓶的质量,单位为克(g);
- m_2 ——称量瓶加残渣的质量,单位为克(g)。

3.1.5.2 分析结果表示至小数点后两位有效数字。

3.1.6 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(%)
0.35	0.40

3.2 结晶水的测定

3.2.1 方法类别

重量法(标准法)

测定范围: >0.50%。

3.2.2 方法提要

试料置于已恒重的称量瓶中,在烘箱中于 230℃±5℃烘干至恒重,根据失去的质量计算结晶水的含量。

3.2.3 仪器设备

分析天平:感量不大于 0.000 1 g。

3.2.4 试样

3.2.4.1 试样粒度小于 125 μm。

3.2.4.2 试样在 55℃~60℃干燥 2 h 左右,置于干燥器中冷却至室温。

3.2.5 分析步骤

称取约 1 g(精确至 0.000 1 g)试样置于已恒重的具有磨口塞的称量瓶中,平铺于底部,半开瓶盖,在 230℃±5℃的烘箱中干燥 1 h 左右,取出,加盖后放入干燥器中冷却至室温,称重(称重前打开瓶盖后再盖上)。再在相同温度下反复烘干,直至恒重。

3.2.6 分析结果计算

3.2.6.1 结晶水的含量以质量分数 $\omega(\text{H}_2\text{O}^+)$ 计,数值以 10^{-2} 或 % 表示,按式(2)计算:

$$\omega(\text{H}_2\text{O}^+) = \frac{m_s + m_1 - m_2}{m_s} \times 100 \dots\dots\dots (2)$$

式中:

- m_s ——试料质量,单位为克(g);
- m_1 ——称量瓶的质量,单位为克(g);
- m_2 ——烘干后称量瓶加残渣质量,单位为克(g)。

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 2)。

表 2

结晶水的含量(%)	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

3.3 烧失量的测定(标准法)

3.3.1 方法提要

试料置于已恒重的瓷坩埚中,在 800℃±20℃灼烧至恒重,所失去的质量为烧失量。

3.3.2 仪器设备

分析天平:感量不大于 0.000 1 g。

3.3.3 试样

- 3.3.3.1 试样粒度小于 125 μm。
- 3.3.3.2 试样在 55℃~60℃干燥 2 h 左右,置于干燥器中冷却至室温。
- 3.3.4 分析步骤

称取约 1 g(精确至 0.000 1 g)试样置于已恒重的瓷坩埚中,放入高温炉内,从低温升起,在 800℃±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。

3.3.5 分析结果计算

- 3.3.5.1 烧失量的含量以质量分数 ω(L. O. I)计,数值以 10⁻²或%表示,按式(3)计算:

$$\omega(L. O. I) = \frac{m_s + m_1 - m_2}{m_s} \times 100 \dots\dots\dots (3)$$

式中:
m_s——试料质量,单位为克(g);
m₁——空坩埚质量,单位为克(g);
m₂——残渣加坩埚质量,单位为克(g)。

- 3.3.5.2 分析结果表示至小数点后两位有效数字。
- 3.3.6 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(%)
0.35	0.40

3.4 酸不溶物的测定(标准法)

3.4.1 方法提要

试料经盐酸(1+5)加热溶解、过滤、洗涤,残渣于 950℃±20℃灼烧至恒重。

3.4.2 试剂

- 3.4.2.1 盐酸(1+5)
- 3.4.2.2 盐酸(1+9)

3.4.3 仪器设备

分析天平:感量不大于 0.000 1 g。

3.4.4 试样

- 3.4.4.1 试样粒度小于 125 μm。
- 3.4.4.2 试样在 55℃~60℃干燥 2 h 左右,置于干燥器中冷却至室温。

3.4.5 分析步骤

3.4.5.1 称取约 1 g(精确至 0.000 1 g)试样于 250 mL 烧杯中,加入 50 mL 盐酸(3.4.2.1),盖上表面皿,在电热板上加热微沸 30 min,加 100 mL 左右热水,微沸 5 min,用定量慢速滤纸过滤,用温热的盐酸(3.4.2.2)洗涤残渣 3~4 次,再用温水洗涤残渣至滤液无氯离子,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 A,用以氧化钙、氧化镁和三氧化硫的测定。

3.4.5.2 将残渣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℃±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。

3.4.6 分析结果计算

- 3.4.6.1 酸不溶物的含量以质量分数 ω(B_{SU})计,数值以 10⁻²或%表示,按式(4)计算:

$$\omega(B_{SU}) = \frac{m_1 - m_2}{m_s} \times 100 \dots\dots\dots (4)$$

式中:
m₁——坩埚加残渣的质量,单位为克(g);

m_2 ——空坩埚的质量,单位为克(g);
 m_s ——试料质量,单位为克(g)。

3.4.6.2 分析结果表示至小数点后两位有效数字。

3.4.7 允许差

测定结果的允许差(见表 4)。

表 4

同一实验室允许差(%)	不同实验室允许差(%)
0.30	0.35

3.5 三氧化硫的测定

3.5.1 方法类别

- a) 碱熔分解-硫酸钡重量法(标准法)
测定范围: $>5\%$ 。
- b) 酸溶分解-硫酸钡重量法(代用法)
测定范围: $>15\%$ 。

3.5.2 碱熔分解-硫酸钡重量法

3.5.2.1 方法提要

试料经氢氧化钠熔融,热水浸取,盐酸酸化,以 EDTA 掩蔽铁、铝,在盐酸介质中,加入氯化钡使硫酸根离子生成硫酸钡沉淀,经灼烧、称重,计算三氧化硫的含量。

3.5.2.2 试剂

- 3.5.2.2.1 氢氧化钠(固体)
- 3.5.2.2.2 盐酸($\rho 1.19\text{ g/mL}$)
- 3.5.2.2.3 盐酸(1+5)
- 3.5.2.2.4 氨水(1+1)
- 3.5.2.2.5 氯化钡溶液(100 g/L)
- 3.5.2.2.6 EDTA 溶液(20 g/L)
- 3.5.2.2.7 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。
- 3.5.2.2.8 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。

3.5.2.3 仪器设备

分析天平:感量不大于 0.000 1 g。

3.5.2.4 试样

- 3.5.2.4.1 试样粒度小于 125 μm 。
- 3.5.2.4.2 试样在 55 $^{\circ}\text{C}$ ~60 $^{\circ}\text{C}$ 干燥 2 h 左右,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)试样置于镍坩埚中,加入 3 g 氢氧化钠(3.5.2.2.1),混匀后再覆盖一薄层氢氧化钠(3.5.2.2.1),盖上坩埚盖(留有缝隙),放入高温炉中,升温至 600 $^{\circ}\text{C}$ \pm 20 $^{\circ}\text{C}$ 熔融 10 min~15 min,取出冷却。
- 3.5.2.5.2 用滤纸擦净坩埚外壁,放入盛有 150 mL 左右沸水的 400 mL 烧杯中,盖上表面皿,待反应停止、熔块脱落后,洗出坩埚盖和坩埚,稍冷,加入 10 mL~15 mL 盐酸(3.5.2.2.2),边加边搅拌,加热

使试液澄清(如有不溶物须进行过滤)。

3.5.2.5.3 在试液中加入 5 mL EDTA 溶液(3.5.2.2.6)、2 滴甲基红溶液(3.5.2.2.8),用氨水(3.5.2.2.4)中和试液至黄色,再加入 10 mL 盐酸(3.5.2.2.3),加热至沸,在连续搅拌下加入 10 mL~15 mL 氯化钡溶液(3.5.2.2.5),微沸 3 min,置于低温电热板上保温 2 h 左右或静置过夜。

3.5.2.5.4 用定量慢速滤纸过滤,用温水洗涤沉淀至滤液无氯离子[用硝酸银溶液(3.5.2.2.7)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℃±20℃灼烧 1 h 左右,取出稍冷(若沉淀显灰黄色或黄绿色而不呈白色,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。

3.5.2.6 分析结果计算

3.5.2.6.1 三氧化硫的含量以质量分数 $\omega(\text{SO}_3)$ 计,数值以 10^{-2} 或 % 表示,按式(5)计算:

$$\omega(\text{SO}_3) = \frac{(m_1 - m_2) \times 0.3430}{m_s} \times 100 \dots\dots\dots (5)$$

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);
 m_s ——试料质量,单位为克(g);
0.343 0——硫酸钡相当于三氧化硫的换算系数。

3.5.2.6.2 分析结果表示至小数点后两位有效数字。

3.5.2.7 允许差

测定结果的允许差(见表 5)。

表 5

三氧化硫的含量(%)	同一实验室允许差(%)	不同实验室允许差(%)
<20	0.35	0.40
≥20	0.45	0.50

3.5.3 酸溶分解-硫酸钡重量法

3.5.3.1 方法提要

试料经盐酸分解除去酸不溶物,用 EDTA 掩蔽铁、铝,在盐酸介质中,加入氯化钡使硫酸根离子生成硫酸钡沉淀,经灼烧、称重,计算三氧化硫的含量。

3.5.3.2 试剂

- 3.5.3.2.1 盐酸(1+5)
- 3.5.3.2.2 氨水(1+1)
- 3.5.3.2.3 EDTA 溶液(20 g/L)
- 3.5.3.2.4 氯化钡溶液(100 g/L)
- 3.5.3.2.5 硝酸银溶液(10 g/L):配制方法同本部分 3.5.2.2.7。
- 3.5.3.2.6 甲基红溶液(2 g/L):配制方法同本部分 3.5.2.2.8。

3.5.3.3 仪器设备

分析天平:感量不大于 0.000 1g。

3.5.3.4 分析步骤

分取 100 mL 试液 A(本部分 3.4.5.1)于 400 mL 的烧杯中,加入 5 mL EDTA 溶液(3.5.3.2.3)、2 滴甲基红溶液(3.5.3.2.6),用氨水(3.5.3.2.2)中和至试液呈黄色,加入 10 mL 盐酸(3.5.3.2.1),加水至 250 mL 左右,加热至沸,在连续搅拌下加入 10 mL~15 mL 氯化钡溶液(3.5.3.2.4),煮沸 1 min,

置于低温电热板上保温 2 h 左右或静置过夜。以下按本部分第 3.5.2.5.4 条分析步骤进行。

3.5.3.5 分析结果计算

3.5.3.5.1 三氧化硫的含量以质量分数 $\omega(\text{SO}_3)$ 计,数值以 10^{-2} 或 % 表示,按式(6)计算:

$$\omega(\text{SO}_3)=\frac{(m_1-m_2)\times V_s\times 0.343\ 0}{m_s\times V_1}\times 100\ \dots\dots\dots (6)$$

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。

3.5.3.5.2 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

三氧化硫的含量(%)	同一实验室允许差(%)	不同实验室允许差(%)
<20	0.40	0.45
≥20	0.50	0.55

3.6 二氧化硅的测定

3.6.1 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%。

3.6.2 硅钼蓝分光光度法

3.6.2.1 方法提要

试料经氢氧化钠熔融,盐酸浸取,分取溶液,在 0.05 mol/L~0.2 mol/L 的盐酸介质中,硅酸根离子与钼酸铵形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。

3.6.2.2 试剂

3.6.2.2.1 氢氧化钠(固体)

3.6.2.2.2 乙醇(无水)

3.6.2.2.3 盐酸(ρ 1.19 g/mL)

3.6.2.2.4 盐酸(1+1)

3.6.2.2.5 盐酸(1+9)

3.6.2.2.6 硝酸(1+1)

3.6.2.2.7 氨水(1+9)

3.6.2.2.8 钼酸铵溶液(30 g/L):称取 30 g 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 400 mL 水,加热至 50℃~60℃搅拌使之溶解,冷却后用水稀释至 1 000 mL,摇匀,过滤后使用。现用现配。

3.6.2.2.9 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。

3.6.2.2.10 抗坏血酸溶液(5 g/L):现用现配。

3.6.2.2.11 二氧化硅标准溶液

3.6.2.2.11.1 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 $\rho(\text{SiO}_2)=200.0 \mu\text{g/mL}$ 。

3.6.2.2.11.2 移取 25 mL 二氧化硅标准溶液(3.6.2.2.11.1)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 $\rho(\text{SiO}_2)=50.0 \mu\text{g/mL}$ 。

3.6.2.2.12 对硝基苯酚溶液(5 g/L)

3.6.2.3 仪器设备

3.6.2.3.1 分析天平:感量不大于 0.000 1 g。

3.6.2.3.2 分光光度计

3.6.2.4 试样

3.6.2.4.1 试样粒度小于 125 μm 。

3.6.2.4.2 试样在 55℃~60℃干燥 2 h 左右,置于干燥器中冷却至室温。

3.6.2.5 分析步骤

3.6.2.5.1 称取约 0.5 g(精确至 0.000 1 g)试样置于银坩埚中,加几滴乙醇(3.6.2.2.2)润湿,加 4 g~5 g 氢氧化钠(3.6.2.2.1),盖上银坩埚盖,放入高温炉中,升温至 600℃~650℃熔融 10 min~20 min,取出冷却。

3.6.2.5.2 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,加入 20 mL 盐酸(3.6.2.2.3)、边加边搅拌,待反应停止、熔块脱落后,洗出坩埚盖和坩埚,稍冷,加入 2 mL 硝酸(3.6.2.2.6),加热煮沸使试液澄清,冷却后移入 250 mL 容量瓶中,用水稀释至标线,摇匀。此溶液为试液 B,用以硅、铝、铁、钙、镁等项目的测定。

3.6.2.5.3 分取 5 mL 试液 B(本部分 3.6.2.5.2)于 100 mL 容量瓶中,加入 1 滴对硝基苯酚溶液(3.6.2.2.12),加水至 40 mL 左右,用氨水(3.6.2.2.7)调至试液由无色变为黄色,加入 4 mL 盐酸(3.6.2.2.5)、5 mL 乙醇(3.6.2.2.2),摇匀,加入 10 mL 钼酸铵溶液(3.6.2.2.8),摇匀,放置 10 min~20 min。

a) 钼蓝显色液还原法:在试液(本部分 3.6.2.5.3)中加入 20 mL 钼蓝显色液(3.6.2.2.9),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 3.6.2.5.3)中加入 20 mL 盐酸(3.6.2.2.4)、5 mL 抗坏血酸溶液(3.6.2.2.10),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。

3.6.2.6 标准系列溶液

移取 0.00、0.50、1.00、2.00、3.00、4.00、5.00、7.00……mL 二氧化硅标准溶液(3.6.2.2.11.2)分别置于 100 mL 容量瓶中,加入 1 滴对硝基苯酚溶液(3.6.2.2.12),加水至 40 mL 左右,用氨水(3.6.2.2.7)调至试液由无色变为黄色,加入 4 mL 盐酸(3.6.2.2.5)、5 mL 乙醇(3.6.2.2.2),摇匀,加入 10 mL 钼酸铵溶液(3.6.2.2.8),摇匀,放置 10 min~20 min。以下按本部分第 3.6.2.5.3 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。

3.6.2.7 分析结果计算

3.6.2.7.1 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(7)计算:

$$\omega(\text{SiO}_2) = \frac{m_1 \times V_s \times 10^{-6}}{m_s \times V_1} \times 100 \quad \dots\dots\dots (7)$$

式中:

m_1 ——从标准系列曲线上(或者浓度直读)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)。
- 3.6.2.7.2 分析结果表示至小数点后两位有效数字。
- 3.6.2.8 允许差
- 测定结果的允许差(见表 7)。

表 7

二氧化硅的含量(%)	同一实验室允许差(%)	不同实验室允许差(%)
<2	0.20	0.30
≥2	0.35	0.40

3.6.3 动物胶凝聚重量法

3.6.3.1 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。

3.6.3.2 试剂

- 3.6.3.2.1 氢氧化钠(固体)
- 3.6.3.2.2 乙醇(无水)
- 3.6.3.2.3 盐酸(ρ 1.19 g/mL)
- 3.6.3.2.4 盐酸(1+5)
- 3.6.3.2.5 盐酸(1+99)
- 3.6.3.2.6 硫氰酸钾溶液(10 g/L)
- 3.6.3.2.7 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。
- 3.6.3.2.8 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。

3.6.3.3 仪器设备

分析天平:感量不大于 0.000 1 g。

3.6.3.4 试样

- 3.6.3.4.1 试样粒度小于 125 μ m。
- 3.6.3.4.2 试样在 55℃~60℃干燥 2 h 左右,置于干燥器中冷却至室温。

3.6.3.5 分析步骤

- 3.6.3.5.1 称取约 0.5 g(精确至 0.000 1 g)试样置于银坩埚中,加数滴乙醇(3.6.3.2.2)润湿,加 4 g~5 g 氢氧化钠(3.6.3.2.1),盖上银坩埚盖(应留有缝隙),放入高温炉中,于 600℃~650℃ 熔融 10 min~20 min,取出冷却。
- 3.6.3.5.2 用滤纸擦净坩埚外壁,放入盛有约 100 mL 沸水的 250 mL 烧杯中,盖上表面皿,稍凉,缓慢加入 20 mL 盐酸(3.6.3.2.3),待反应停止、熔块脱落后,洗出坩锅盖和坩锅,试液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(3.6.3.2.3),微沸 5 min,降低温度至 70℃~80℃时,加入 10 mL 动物胶溶液(3.6.3.2.8),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(3.6.3.2.4)洗涤烧杯 3~4 次,擦净杯壁,再用温热的盐酸(3.6.3.2.5)洗涤沉淀至滤液无铁离子[用硫氰酸钾溶液(3.6.3.2.6)检验],用水洗涤沉淀至滤液无氯离子[用硝酸银溶液(3.6.3.2.7)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 C,用以铁、铝、钛、钙、镁等测定。

3.6.3.5.3 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 00℃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。

3.6.3.6 分析结果计算

3.6.3.6.1 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(8)计算:

$$\omega(\text{SiO}_2) = \frac{m_1 - m_2}{m_s} \times 100 \dots\dots\dots (8)$$

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);
- m_s ——试料质量,单位为克(g)。

3.6.3.6.2 分析结果表示至小数点后两位有效数字。

3.6.3.7 允许差

测定结果的允许差(见表 8)。

表 8

同一实验室的允许差(%)	不同实验室的允许差(%)
0.40	0.50

3.7 三氧化二铁的测定

3.7.1 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%。

3.7.2 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~25mL 试液 B(本部分 3.6.2.5.2)或试液 C(本部分 3.6.3.5.2)。

3.7.3 EDTA 容量法

按 JC/T 1021.2—2007 中第 3.3.2 条进行。分取 25 mL 试液 B(本部分 3.6.2.5.2)或试液 C(本部分 3.6.3.5.2)。

滴定铁后的试液为试液 D,可继续留作三氧化二铝的络合滴定。

3.8 三氧化二铝的测定

3.8.1 方法类别

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

3.8.2 铝试剂分光光度法

按 JC/T 1021.2—2007 中第 3.4.3 条进行。分取 5 mL 试液 B(本部分 3.6.2.5.2)或试液 C(本部分 3.6.3.5.2)。

3.8.3 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 D(本部分 3.7.3)。

3.9 二氧化钛的测定

3.9.1 方法类别

二安替比林甲烷分光光度法(标准法)

测定范围: <7%。

3.9.2 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 3.6.2.5.2)或试液 C(本部分 3.6.3.5.2);测定结果的允许差(见表 9)。

表 9

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

3.10 氧化钾、氧化钠的测定

3.10.1 方法类别

a) 原子吸收分光光度法(标准法)

测定范围:氧化钾≥0.005 0%;氧化钠≥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%。

3.10.2 原子吸收分光光度法

按 JC/T 1021.2—2007 中第 3.7.2 条进行。试样在 55℃~60℃干燥 2 h 左右,试样粒度小于 125 μm;测定结果的允许差(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(%)
<0.10	0.020	0.025
0.10~0.50	0.050	0.060
>0.50~1	0.15	0.20
>1	0.25	0.30

3.10.3 火焰光度法

按 JC/T 1021.3—2007 中第 3.6.3 条进行。试样在 55℃~60℃干燥 2 h 左右,试样粒度小于 125 μm;测定结果的允许差(见表 11)。

表 11

(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

3.11 氧化钙的测定

3.11.1 方法类别

EDTA 容量法(标准法)

测定范围:>10%

3.11.2 方法提要

试料经盐酸分解除去酸不溶物或氢氧化钠熔融、热水浸取、盐酸酸化,分取溶液,在 $\text{pH} \geq 12$ 的条件下,以钙黄绿素-酚酞为指示剂,用 EDTA 标准滴定溶液滴定氧化钙。

3.11.3 试剂

3.11.3.1 三乙醇胺(1+2)

3.11.3.2 盐酸羟胺溶液(50 g/L)

3.11.3.3 氢氧化钾溶液(200 g/L):贮存于塑料瓶中。

3.11.3.4 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 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 $\rho(\text{CaO}) = 1.00 \text{ mg/mL}$ 。

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

3.11.3.5.1 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。

3.11.3.5.2 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(3.11.3.4)于 250 mL 烧杯中,加水至 80 mL 左右,加入 8 mL 氢氧化钾溶液(3.11.3.3)、适量的钙黄绿素-酚酞混合指示剂(3.11.3.6),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。

3.11.3.5.3 EDTA 标准滴定溶液对氧化钙的滴定度按式(9)计算,其值修约至四位小数:

$$T_1 = \frac{\rho \times V_1}{V_2} \dots\dots\dots (9)$$

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);

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)。

3.11.3.6 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。

3.11.3.7 刚果红试纸

3.11.4 仪器设备

分析天平:感量不大于 0.000 1 g。

3.11.5 分析步骤

分取 10 mL 酸溶制备的试液 A(本部分 3.4.5.1)或 25 mL 碱熔制备的试液 B(3.6.2.5.2)或试液 C(本部分 3.6.3.5.2)于 250 mL 烧杯中,加水至 100 mL 左右,加入 1 mL 盐酸羟胺溶液(3.11.3.2)、2 mL 三乙醇胺(3.11.3.1)、一小片刚果红试纸,以氢氧化钾溶液(3.11.3.3)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(3.11.3.6),以黑色为背景,用 EDTA 标准滴定溶液(3.11.3.5)滴定至绿色荧光消失红色出现为终点。

注:酸溶制备的试液 A(本部分 3.4.5.1)仅适用于较纯石膏。

3.11.6 分析结果计算

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

$$\omega(\text{CaO}) = \frac{T_1 \times V_3 \times V_s \times 10^{-3}}{m_s \times V_4} \times 100 \dots\dots\dots (10)$$

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);

- 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)。

3.11.6.2 分析结果表示至小数点后两位有效数字。

3.11.7 允许差

测定结果的允许差(见表 12)。

表 12

同一实验室允许差(%)	不同实验室允许差(%)
0.35	0.40

3.12 氧化镁的测定

3.12.1 方法类别

- a) EDTA 容量法(标准法)
测定范围: $>0.30\%$ 。
- b) 原子吸收分光光度法(代用法)
测定范围: $0.005\ 0\%\sim4\%$ 。

3.12.2 EDTA 容量法

3.12.2.1 方法提要

试料经盐酸分解除去酸不溶物或氢氧化钠熔融、热水浸取、盐酸酸化,分取溶液,在 $\text{pH}=10$ 时,用铬黑 T 或酸性铬蓝 K-萘酚绿 B 为指示剂,以 EDTA 标准滴定溶液滴定氧化钙、氧化镁含量,差减计算氧化镁的含量。

3.12.2.2 试剂

- 3.12.2.2.1 三乙醇胺(1+2)
- 3.12.2.2.2 盐酸羟胺溶液(50 g/L)
- 3.12.2.2.3 氢氧化钾溶液(200 g/L):贮存于塑料瓶中。
- 3.12.2.2.4 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 570 mL 氨水,用水稀释至 1 000 mL,摇匀。
- 3.12.2.2.5 氧化镁标准溶液:称取 1.000 0 g 经 $800^{\circ}\text{C}\pm20^{\circ}\text{C}$ 灼烧 2 h 左右的氧化镁于 4 00mL 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 $\rho(\text{MgO})=1.00\ \text{mg/mL}$ 。
- 3.12.2.2.6 EDTA 标准滴定溶液[$c(\text{EDTA})=0.012\ \text{mol/L}$]
- 3.12.2.2.6.1 EDTA 标准滴定溶液的配制:配制方法同本部分 3.11.3.5.1。
- 3.12.2.2.6.2 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:

$$T_2 = T_1 \times 0.718\ 9 \dots\dots\dots (11)$$

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。

- 3.12.2.2.7 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 $105^{\circ}\text{C}\sim110^{\circ}\text{C}$ 烘干的氯化钾混匀,研细后保存于磨口瓶中。
- 3.12.2.2.8 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 $105^{\circ}\text{C}\sim110^{\circ}\text{C}$ 烘干的氯化钠混匀,研细后保存于棕色磨口瓶中。

3.12.2.2.9 刚果红试纸

3.12.2.3 仪器设备

分析天平:感量不大于 0.000 1 g。

3.12.2.4 分析步骤

分取 10 mL 酸溶制备的试液 A(本部分 3.4.5.1)或 25 mL 碱熔制备的试液 B(本部分 3.6.2.5.2)或试液 C(本部分 3.6.3.5.2)于 250 mL 烧杯中,加水至 100 mL 左右,加入 1 mL 盐酸羟胺溶液(3.12.2.2.2),2 mL 三乙醇胺(3.12.2.2.1)、一小片刚果红试纸,以氢氧化钾溶液(3.12.2.2.3)调节至试纸刚变红色,加入 10 mL 氢氧化铵-氯化铵缓冲溶液(3.12.2.2.4)、适量的铬黑 T 指示剂(3.12.2.2.8)或酸性铬蓝 K-萘酚绿 B 混合指示剂(3.12.2.2.7),用 EDTA 标准滴定溶液(3.12.2.2.6)滴定至纯兰色为终点。此为氧化钙、氧化镁含量的滴定。

注:酸溶制备的试液 A(本部分 3.4.5.1)仅适用于较纯石膏。

3.12.2.5 分析结果计算

3.12.2.5.1 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(12)计算:

$$\omega(\text{MgO}) = \frac{T_2 \times V_1 \times V_s \times 10^{-3}}{m_s \times V_2} \times 100 - \omega(\text{CaO}) \times 0.7189 \dots\dots\dots (12)$$

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_1 ——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_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 3.11 条相对应的酸溶制备溶液及碱熔制备溶液测得氧化钙的百分含量;

0.7189——氧化钙相当于氧化镁的换算系数。

3.12.2.5.2 分析结果表示至小数点后两位有效数字。

3.12.2.6 允许差

测定结果的允许差(见表 13)。

表 13

同一实验室的允许差(%)	不同实验室的允许差(%)
0.30	0.35

3.12.3 原子吸收分光光度法

按 JC/T 1021.3—2007 中第 3.5.3 条进行。分取 2 mL~10 mL 试液 A(本部分 3.4.5.1)或试液 B(本部分 3.6.2.5.2)或试液 C(本部分 3.6.3.5.2);称取约 0.2 g(精确至 0.000 1 g)试样,试样在 55℃~60℃干燥 2 h 左右,试样粒度小于 125 μm 。

3.13 氧化锆的测定

3.13.1 方法类别

原子吸收分光光度法(标准法)

测定范围: >0.050 %。

3.13.2 方法提要

试料经硝酸分解或氢氧化钠、碳酸钠熔融,在 2% 硝酸介质中,以镧盐为释放剂,于原子吸收分光光度计上波长为 460.7 nm 处,以空气-乙炔火焰进行氧化锆的测定。

3.13.3 试剂

3.13.3.1 氢氧化钠(固体):优级纯

3.13.3.2 无水碳酸钠(固体):优级纯

3.13.3.3 乙醇(无水)

3.13.3.4 硝酸(1+1)

3.13.3.5 盐酸(1+4)

3.13.3.6 盐酸(2+98)

3.13.3.7 碳酸钠溶液(20 g/L)

3.13.3.8 EDTA 溶液(100 g/L)

3.13.3.9 氯化镧溶液(25 g/L)

3.13.3.10 氧化锶标准溶液

3.13.3.10.1 称取 2.042 4 g 经 105℃~110℃干燥 2 h 左右的硝酸锶[$\text{Sr}(\text{NO}_3)_2$],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 $\rho(\text{SrO})=1.00 \text{ mg/mL}$ 。

3.13.3.10.2 移取 100 mL 氧化锶标准溶液(3.13.3.10.1)于 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至标线,摇匀。此溶液为 $\rho(\text{SrO})=100.0 \mu\text{g/mL}$ 。

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 原子吸收分光光度计

3.13.5 试样

3.13.5.1 试样粒度小于 125 μm 。

3.13.5.2 试样在 55℃~60℃干燥 2 h 左右,置于干燥器中冷却至室温。

3.13.6 分析步骤

3.13.6.1 碱熔制备试液

称取 0.1 g~0.5 g(精确至 0.000 1 g)试样于银坩锅中,用乙醇(3.13.3.3)润湿,加 3 g 氢氧化钠(3.13.3.1)、1 g 无水碳酸钠(3.13.3.2),放入高温炉中于 650℃~700℃熔融 20 min~30 min,取出冷却,放入 250 mL 烧杯中,加热水浸取,待反应停止、熔块脱落后洗出坩埚。试液加热微沸 2 min,稍凉,用定量慢速滤纸过滤,用碳酸钠溶液(3.13.3.7)洗涤烧杯 3~4 次、洗涤沉淀至滤液无硫酸根离子,弃去滤液,在漏斗上盖上表面皿,用温热的盐酸(3.13.3.5)溶解沉淀至反应停止,滤液承接于 250 mL 烧杯中,用盐酸(3.13.3.6)洗涤滤纸 8~10 次,试液在电热板上蒸发至近干,取下冷却,加入 4 mL 硝酸(3.13.3.4),加水至 20 mL 左右,加热使盐类溶解,冷却后移入 100 mL 容量瓶中,加入 2 mL EDTA 溶液(3.13.3.8)、2 mL 氯化镧溶液(3.13.3.9),用水稀释至标线,摇匀。按本部分第 3.13.8 条测量。

3.13.6.2 酸溶制备试液

称取约 0.5 g(精确至 0.000 1 g)试样于 100 mL 烧杯中,加入 4 mL 硝酸(3.13.3.4)、5 mL 水,加热微沸 15 min,取下冷却,加入 2 mL EDTA 溶液(3.13.3.8)、2 mL 氯化镧溶液(3.13.3.9),移入 100 mL 容量瓶中,摇匀。澄清后取上层清液按本部分第 3.13.8 条测量。

注:此酸溶制备试液仅适用于较纯石膏。

3.13.7 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(3.13.3.10.2)分别置于 100 mL 容量瓶中,加入 4 mL 硝酸(3.13.3.4)、2 mL EDTA 溶液(3.13.3.8)、2 mL 氯化镧溶液(3.13.3.9),用水稀释至标线,摇匀。按本部分第 3.13.8 条测量,绘制标准系列曲线或者采用仪器浓度直读。

3.13.8 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 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。

3.13.9 分析结果计算

3.13.9.1 氧化锶的含量以质量分数 $\omega(\text{SrO})$ 计,数值以 10^{-2} 或 % 表示,按式(13)计算:

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

式中:
 m_1 ——从标准系列曲线上(或者浓度直读)所得待测溶液中氧化锶的量,单位为微克(μg);
 m_s ——试料质量,单位为克(g)。

3.13.9.2 分析结果表示至小数点后两位有效数字。

3.13.10 允许差

测定结果的允许差(见表 14)。

表 14

氧化锶的含量(%)	同一实验室的允许差(%)	不同实验室的允许差(%)
<0.50	0.060	0.080
≥0.50	0.15	0.20

3.14 氯的测定

3.14.1 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%。

3.14.2 方法提要

试料经稀硝酸溶解,氯离子在硝酸介质中与硫氰酸汞反应,生成氯化高汞,析出相等物质量的硫氰酸根,在三价铁存在时,生成红色络合物,在波长 470 nm 处进行吸光度测定。

3.14.2 试剂

3.14.3.1 水:无氯离子水(本方法试验用水均为此水)。

3.14.3.2 硝酸(1+1)

3.14.3.3 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,过滤,并用无水乙醇洗涤至 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。

3.14.3.4 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 300 mL 硝酸(ρ 1.42 g/mL、不应有 NO_2 存在),过滤除去不溶物,用水稀释至 1 000 mL。

3.14.3.5 氯标准溶液

3.14.3.5.1 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 $\rho(\text{Cl})=1.00 \text{ mg/mL}$ 。

3.14.3.5.2 移取 10 mL 氯标准溶液(3.14.3.5.1)于 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至标线,摇匀。此溶液为 $\rho(\text{Cl})=10.0 \text{ }\mu\text{g/mL}$ 。

3.14.4 仪器设备

3.14.4.1 分析天平:感量不大于 0.000 1 g。

3.14.4.2 分光光度计

3.14.5 试样

3.14.5.1 试样粒度小于 125 μm 。

3.14.5.2 试样在 55℃~60℃干燥 2 h 左右,置于干燥器中冷却至室温。

3.14.6 分析步骤

3.14.6.1 称取约 1 g(精确至 0.000 1 g)试样于 250 mL 烧杯中,用水润湿,加入 5 mL 硝酸

(3.14.3.2)、20 mL 水,盖上表面皿,摇散试料,在电热板上煮沸 15 min,期间摇晃烧杯 2~3 次(每次使试料摇散),冷却后移入 100 mL 容量瓶中,用水稀释至标线,摇匀,澄清。

3.14.6.2 分取 25 mL 上述溶液的上层清液于 50 mL 容量瓶中,加入 5 mL 硫酸铁铵溶液(3.14.3.4),边加边摇,再加入 5mL 硫氰酸汞溶液(3.14.3.3),用水稀释至标线,摇匀,放置 1 h 后在波长 470 nm 处进行吸光度测定。

3.14.7 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(3.14.3.5.2)分别置于 50 mL 容量瓶中,加水至 30 mL 左右,加入 5 mL 硫酸铁铵溶液(3.14.3.4),以下按本部分第 3.14.6.2 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。

3.14.8 分析结果计算

3.14.8.1 氯的含量以质量分数 $\omega(\text{Cl})$ 计,数值以 10^{-2} 或 % 表示,按式(14)计算:

$$\omega(\text{Cl}) = \frac{m_1 \times V_s \times 10^{-6}}{m_s \times V_1} \times 100 \dots\dots\dots (14)$$

式中:

- m_1 ——从标准系列曲线上(或者浓度直读)所得待测溶液中氯的量,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)。

3.14.8.2 分析结果表示至小数点后两位有效数字。

3.14.9 允许差

测定结果的允许差(见表 15)。

表 15

氯的含量(%)	同一实验室的允许差(%)	不同实验室的允许差(%)
<0.015	0.004 0	0.006 0
0.015~0.050	0.010	0.012
>0.050	0.020	0.025

3.15 二氧化碳的测定

3.15.1 方法类别

- a) 烧碱石棉吸收重量法(标准法)
测定范围: >0.5%。
- b) 酸碱中和容量法(代用法)
测定范围: >5%。

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。试样在 55℃~60℃ 干燥 2 h 左右,试样粒度小于 125 μm 。

3.15.3 酸碱中和容量法

3.15.3.1 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。

3.15.3.2 试剂

- 3.15.3.2.1 水:经煮沸的冷却水,现用现煮(本方法试验用水均为此水)。
- 3.15.3.2.2 氢氧化钠标准滴定溶液[$c(\text{NaOH})=0.2\text{mol/L}$]

3.15.3.2.2.1 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。

3.15.3.2.2.2 氢氧化钠标准滴定溶液的标定

称取 0.500 0 g 经 105℃~110℃干燥 2 h 左右的邻苯二甲酸氢钾(KHC₈H₄O₄)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。

3.15.3.2.2.3 氢氧化钠标准滴定溶液物质的量浓度按式(15)计算,其值修约至四位小数:

$$c_1 = \frac{m}{V_1 \times M} \times 1\,000 \dots\dots\dots (15)$$

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 ——反应中邻苯二甲酸氢钾的摩尔质量,单位为克每摩尔(g/mol)[$M(\text{KHC}_8\text{H}_4\text{O}_4)=204.22$].

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

3.15.3.2.3.1 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。

3.15.3.2.3.2 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(3.15.3.2.4),用氢氧化钠标准滴定溶液(3.15.3.2.2)滴定至红色变黄色为终点。

3.15.3.2.3.3 盐酸标准滴定溶液物质的量浓度按式(16)计算,其值修约至四位小数:

$$c_2 = \frac{c_1 \times V_2}{V_3} \dots\dots\dots (16)$$

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)。

3.15.3.2.4 甲基红溶液(2 g/L):称取 0.2 g 甲基红(C₁₅H₁₅N₃O₂),溶于 60 mL 无水乙醇中,用水稀释至 100 mL,摇匀。

3.15.3.3 仪器设备

分析天平:感量不大于 0.000 1 g。

3.15.3.4 试样

3.15.3.4.1 试样粒度小于 100 μm。

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

3.15.3.5 分析步骤

称取 0.1 g~0.5g (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(3.15.3.2.3),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(避免试液剧烈沸腾)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,加入 2~3 滴甲基红溶液(3.15.3.2.4),用氢氧化钠标准滴定溶液(3.15.3.2.2)滴定至黄色为终点。

注:含有氧化物、硫化物的样品,可采用本部分中第 3.15.2 条烧碱石棉吸收重量法。

3.15.3.6 分析结果计算

3.15.3.6.1 二氧化碳的含量以质量分数 $\omega(\text{CO}_2)$ 计,数值以 10^{-2} 或 % 表示,按式(17)计算:

$$\omega(\text{CO}_2)=\frac{(c_2V_4-c_1V_5)\times M\times 10^{-3}}{m_s}\times 100 \dots\dots\dots (17)$$

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)。

3.15.3.6.2 分析结果表示至小数点后两位有效数字。

3.15.3.7 允许差

测定结果的允许差(见表 16)。

表 16

二氧化碳的含量(%)	同一实验室的允许差(%)	不同实验室的允许差(%)
<10	0.40	0.45
≥10	0.50	0.55