



中华人民共和国建材行业标准

JC/T 1021.9—2007

非金属矿物和岩石化学分析方法 第9部分 水镁石矿化学分析方法

Methods for chemical analysis of nonmetal mineral and rock
—Part 9: Methods for chemical analysis of brucite

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 9 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、徐晓萌、麻娟侠、杨向农、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9部分 水镁石矿化学分析方法

1 范围

本部分规定了水镁石矿成分化学分析方法。

本部分适用于水镁石矿的成分分析。

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 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~0.2 mol/L 的盐酸介质中,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 钼酸铵溶液(30 g/L):称取 30 g 钼酸铵[(NH₄)₆Mo₇O₂₄·4H₂O]置于烧杯中,加 400 mL

水,加热至 50℃~60℃搅拌使之溶解,用水稀释至 1 000 mL,摇匀,过滤后使用。现用现配。

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

3.1.2.2.10 二氧化硅标准溶液

3.1.2.2.10.1 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,混匀,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,摇匀后移入塑料瓶中保存。此溶液为 $\rho(SiO_2)=200.0 \mu g/mL$ 。

3.1.2.2.10.2 移取 25 mL 二氧化硅标准溶液(3.1.2.2.10.1)于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至标线,摇匀后移入塑料瓶中保存。此溶液为 $\rho(SiO_2)=50.0 \mu g/mL$ 。

3.1.2.2.11 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 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)试样置于银坩埚中,盖上银坩埚盖(应留有缝隙),加数滴乙醇(3.1.2.2.2)润湿,加入 4 g~5 g 氢氧化钠(3.1.2.2.1),放入高温炉中,升温至 600℃~650℃熔融 10 min~20 min,取出冷却。

3.1.2.5.2 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,待反应停止后用少量盐酸(3.1.2.2.5)洗出坩埚盖和坩埚,加入 40 mL 盐酸(3.1.2.2.3),边加边搅拌,稍凉、加入 2 mL 硝酸(3.1.2.2.7),煮沸、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 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)置于 100 mL 容量瓶中,加入 1 滴对硝基苯酚溶液(3.1.2.2.11),用水稀释至 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,加入 10 mL 钼酸铵溶液(3.1.2.2.8),摇匀,放置 10 min~20 min,加入 20 mL 钼蓝显色液(3.1.2.2.9),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。

3.1.2.6 标准系列溶液

移取 0.00、1.00、2.00、3.00、4.00、5.00、6.00、8.00、10.00……mL 二氧化硅标准溶液(3.1.2.2.10.2)分别置于 100 mL 容量瓶中,加入 1 滴对硝基苯酚溶液(3.1.2.2.11),加水至 40 mL 左右,以下按本部分第 3.1.2.5.3 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。

3.1.2.7 分析结果计算

3.1.2.7.1 二氧化硅的含量以质量分数 $\omega(SiO_2)$ 计,数值以 10^{-2} 或 % 表示,按式(1)计算:

$$\omega(SiO_2)=\frac{m_1 \times V_s \times 10^{-6}}{m_s \times V_1} \times 100 \dots\dots\dots (1)$$

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(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)。

- 3.1.2.7.2 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(%)	同一实验室允许差(%)	不同实验室允许差(%)
<2	0.20	0.25
≥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,加入动物胶使硅酸凝聚,析出的沉淀经过滤、灼烧、称重,计算二氧化硅含量。

3.1.3.2 试剂

- 3.1.3.2.1 氢氧化钠(固体)
- 3.1.3.2.2 盐酸(ρ 1.19 g/mL)
- 3.1.3.2.3 乙醇(无水)
- 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,摇匀后保存于棕色瓶中。
- 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 1 g。

3.1.3.4 试样

- 3.1.3.4.1 试样粒度小于 100 μ 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,加数滴乙醇(3.1.3.2.3)润湿,加 4 g~5 g 氢氧化钠(3.1.3.2.1),盖上银坩埚盖(应留有缝隙),放入高温炉中,升温至 600℃~650℃熔融 10 min~20 min,取出冷却。
- 3.1.3.5.2 用滤纸擦净坩埚外壁,放入盛有约 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(3.1.3.2.2),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,取下稍冷,加入 20 mL 盐酸(3.1.3.2.2),煮沸 5 min,降低温度至 70℃~80℃时加入 10 mL 动物胶溶液(3.1.3.2.8),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,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、镁等的测定。
- 3.1.3.5.3 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℃~1 000℃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 $\omega(\text{SiO}_2)$ 计,数值以 10^{-2} 或 % 表示,按式(2)计算:

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

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

同一实验室允许差(%)	不同实验室允许差(%)
0.40	0.50

3.2 三氧化二铁的测定

3.2.1 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%。

3.2.2 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 10mL~25mL 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 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)。

滴定铁后的试液为试液 C,可继续留作三氧化二铝的络合滴定。

3.3 三氧化二铝的测定

3.3.1 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%。

3.3.2 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~10mL 试液 A(本部分 3.1.2.5.2)或试液 B(本部分 3.1.3.5.2)。

3.3.3 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 C(本部分 3.2.3)。

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 10mL~25mL 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 3)。

表 3

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 氧化钙的测定

3.5.1 方法类别

- a) EDTA 容量法(标准法)
测定范围:>0.50%。
- b) 原子吸收分光光度法(标准法)
测定范围:0.050%~9%。

3.5.2 EDTA 容量法

3.5.2.1 方法提要

试料经氢氧化钠熔融,盐酸浸取,分取溶液,以三乙醇胺为掩蔽剂,糊精为分散剂,在试液 pH≥12 的条件下以钙-羧酸钠为指示剂,用 EDTA 标准滴定溶液进行滴定。

3.5.2.2 试剂

- 3.5.2.2.1 盐酸(1+1)
- 3.5.2.2.2 三乙醇胺(1+2)
- 3.5.2.2.3 氢氧化钠溶液(200 g/L):贮存于塑料瓶中。
- 3.5.2.2.4 氧化钙标准溶液:称取 1.784 8 g 经 150℃±5℃干燥 2 h 左右的碳酸钙于烧杯中,加 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 ρ(CaO)=1.00 mg/mL。
- 3.5.2.2.5 EDTA 标准滴定溶液[c(EDTA)=0.012 mol/L]
- 3.5.2.2.5.1 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。

3.5.2.2.5.2 EDTA 标准滴定溶液对氧化钙滴定度的标定

移取 5 mL~20 mL 氧化钙标准溶液(3.5.2.2.4)于 250 mL 烧杯中,加水至 80 mL 左右,加入 8 mL 氢氧化钠溶液(3.5.2.2.3)、适量的钙-羧酸钠指示剂(3.5.2.2.7),用 EDTA 标准滴定溶液滴定至纯兰色为终点。

3.5.2.2.5.3 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:

$$T=\frac{\rho \times V_1}{V_2} \dots\dots\dots (3)$$

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);
- ρ——移取氧化钙标准溶液的浓度,单位为毫克每毫升(mg/mL);
- V₁——移取氧化钙标准溶液的体积,单位为毫升(mL);
- V₂——消耗 EDTA 标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL)。

3.5.2.2.6 糊精溶液(50 g/L):称取 20 g 糊精于 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(3.5.2.2.3)、适量的酸性铬蓝 K-萘酚绿 B 混合指示剂,用 EDTA 标准滴定溶液滴定至纯兰色,再用盐酸(1+1)中和至试液呈鲜红色。现用现配。

3.5.2.2.7 钙-羧酸钠指示剂:称取 1 g 钙-羧酸钠(C₂₁H₁₃N₂NaO₇S)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。

3.5.2.2.8 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

分取 25 mL 试液 A(本部分 3.1.2.5.2)或者试液 B(本部分 3.1.3.5.2)于 250 mL 烧杯中,加入 1 mL 三乙醇胺(3.5.2.2.2),加水至 100 mL 左右,加入 25 mL 糊精溶液(3.5.2.2.6)、一小片刚果红试纸,用氢氧化钠溶液(3.5.2.2.3)调至试纸刚变红色并过量 6 mL,加适量的钙-羧酸钠指示剂(3.5.2.2.7),用 EDTA 标准滴定溶液(3.5.2.2.5)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(4)计算:

$$\omega(\text{CaO}) = \frac{T \times V_3 \times V_s \times 10^{-3}}{m_s \times V_4} \times 100 \quad \dots\dots\dots (4)$$

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);

V₃——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);

V₄——分取试液的体积,单位为毫升(mL)。

3.5.2.5.2 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 4)。

表 4

同一实验室允许差(%)	不同实验室允许差(%)
0.25	0.30

3.5.3 原子吸收分光光度法

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 422.7 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(ρ 1.68 g/mL)

3.5.3.2.2 氢氟酸(ρ 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 氧化钙标准溶液

3.5.3.2.5.1 氧化钙标准溶液 $\rho(\text{CaO})=1.00 \text{ mg/mL}$:配制方法同本部分 3.5.2.2.4。

3.5.3.2.5.2 移取 50 mL 氧化钙标准溶液(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 $\rho(\text{CaO})=100.0 \text{ }\mu\text{g/mL}$ 。

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)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 条进行测量。

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 0.5 mL 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 条进行测量。

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 氧化钙标准溶液(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 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。

3.5.3.7 分析结果计算

3.5.3.7.1 氧化钙的含量以质量分数 $\omega(\text{CaO})$ 计,数值以 10^{-2} 或 % 表示,单独称取试样按式(5-1)、分取系统溶液按式(5-2)计算:

$$\omega(\text{CaO}) = \frac{m_1 \times 10^{-6}}{m_s} \times 100 \dots\dots\dots (5-1)$$

$$\omega(\text{CaO}) = \frac{m_1 \times V_s \times 10^{-6}}{m_s \times V_1} \times 100 \dots\dots\dots (5-2)$$

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)。

3.5.3.7.2 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 5)。

表 5

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

续表 5

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

3.6 氧化镁的测定

3.6.1 方法类别

EDTA 容量法(标准法)

测定范围:>1%。

3.6.2 方法提要

试料经氢氧化钠熔融,盐酸浸取,分取溶液,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,差减计算氧化镁的含量。

3.6.3 试剂

3.6.3.1 盐酸(1+1)

3.6.3.2 三乙醇胺(1+2)

3.6.3.3 盐酸羟胺溶液(50 g/L)

3.6.3.4 酒石酸钾钠溶液(10 g/L)

3.6.3.5 氢氧化钾溶液(200 g/L):贮存于塑料瓶中。

3.6.3.6 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。

3.6.3.7 氧化镁标准溶液:称取 1.000 0 g 经 800℃±20℃灼烧 2 h 左右的氧化镁置于 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 ρ(MgO)=1.00 mg/mL。

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

3.6.3.8.1 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。

3.6.3.8.2 EDTA 标准滴定溶液对氧化镁滴定度的标定

移取 10 mL~20 mL 氧化镁标准溶液(3.6.3.7)于 250 mL 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(3.6.3.6)、适量的铬黑 T 指示剂(3.6.3.10)或酸性铬蓝 K-萘酚绿 B 混合指示剂(3.6.3.9),用 EDTA 标准滴定溶液滴定至纯兰色为终点。

3.6.3.8.3 EDTA 标准滴定溶液对氧化镁的滴定度按式(6)计算,其值修约至四位小数:

$$T=\frac{\rho\times V_1}{V_2} \dots\dots\dots (6)$$

式中:

T——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——移取氧化镁标准溶液的浓度,单位为毫克每毫升(mg/mL);

V₁——移取氧化镁标准溶液的体积,单位为毫升(mL);

V₂——消耗 EDTA 标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL)。

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

3.6.3.10 铬黑 T 指示剂:称取 1 g 铬黑 T(C₂₀H₁₂N₃NaO₇S)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。

3.6.3.11 刚果红试纸

3.6.4 仪器设备

分析天平:感量不大于 0.000 1 g。

3.6.5 分析步骤

分取 25mL 试液 A(本部分 3.1.2.5.2)或者试液 B(本部分 3.1.3.5.2)置于 250mL 烧杯中,加水至 100mL 左右,加入 5mL 酒石酸钾钠溶液(3.6.3.4)、1 mL 盐酸羟胺溶液(3.6.3.3)、2mL 三乙醇胺(3.6.3.2),放置 5 min,加一小片刚果红试纸,用氢氧化钾溶液(3.6.3.5)调节至试纸刚变红色,加入 10mL 氢氧化铵-氯化铵缓冲溶液(3.6.3.6)、适量的铬黑 T 指示剂(3.6.3.10)或酸性铬蓝 K-萘酚绿 B 混合指示剂(3.6.3.9),用 EDTA 标准滴定溶液(3.6.3.8)滴定至纯兰色为终点。此为氧化钙、氧化镁含量的滴定。

3.6.6 分析结果计算

3.6.6.1 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(7)计算:

$$\omega(\text{MgO}) = \frac{T \times V_3 \times V_s \times 10^{-3}}{m_s \times V_4} \times 100 - \omega(\text{CaO}) \times 0.7189 \dots\dots\dots (7)$$

式中:

- T——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_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);

$\omega(\text{CaO})$ ——按本部分第 3.5 条测得氧化钙的百分含量;
0.718 9——氧化钙相当于氧化镁的换算系数。

3.6.6.2 分析结果表示至小数点后两位有效数字。

3.6.7 允许差

测定结果的允许差(见表 6)。

表 6

同一实验室允许差(%)	不同实验室允许差(%)
0.40	0.50

3.7 化合水的测定

3.7.1 方法类别

平菲尔特法(标准法)
测定范围: >0.50%。

3.7.2 平菲尔特法

按 JC/T 1021.2—2007 中第 3.14 条进行。称取约 0.2 g(精确至 0.000 1 g)试样,试样粒度小于 100 μm ;测定结果的允许差(见表 7)。

表 7

同一实验室允许差(%)	不同实验室允许差(%)
0.50	0.60

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 。

3.9 氧化钾、氧化钠的测定

3.9.1 方法类别

原子吸收分光光度法(标准法)

测定范围:氧化钾 $\geq 0.005\ 0\%$ 、氧化钠 $\geq 0.005\ 0\%$ 。

3.9.2 原子吸收分光光度法

按 JC/T 1021.2—2007 中第 3.7.2 条进行。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(%)	同一实验室允许差(%)	不同实验室允许差(%)
<0.050	0.005 0	0.006 0
$0.050\sim 0.10$	0.035	0.040
$>0.10\sim 1$	0.15	0.20
>1	0.25	0.30

3.10 五氧化二磷的测定

3.10.1 方法类别

磷钒钼黄分光光度法(标准法)

测定范围: $0.005\ 0\%\sim 2\%$ 。

3.10.2 磷钒钼黄分光光度法

按 JC/T 1021.3—2007 中第 3.9 条进行。称取约 $1\ \text{g}$ (精确至 $0.000\ 1\ \text{g}$)试样。

3.11 三氧化硫的测定

3.11.1 方法类别

燃烧碘量法(标准法)

测定范围: $0.010\%\sim 2\%$ 。

3.11.2 燃烧碘量法

按 JC/T 1021.2—2007 中第 3.12 条进行。试样粒度小于 $100\ \mu\text{m}$ 。

3.12 二氧化碳的测定

3.12.1 方法类别

烧碱石棉吸收重量法(标准法)

测定范围: $>0.50\%$ 。

3.12.2 烧碱石棉吸收重量法

按 JC/T 1021.2—2007 中第 3.15 条进行。试样粒度小于 $100\ \mu\text{m}$ 。

3.13 氧化锰的测定

3.13.1 方法类别

原子吸收分光光度法(标准法)

测定范围: $0.005\ 0\%\sim 5\%$ 。

3.13.2 原子吸收分光光度法

按 JC/T 1021.3—2007 中第 3.10.2 条进行。称取约 $1\ \text{g}$ (精确至 $0.000\ 1\ \text{g}$)试样。