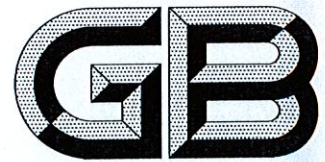


ICS 91.100.10  
Q 11



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 27973—2011

## 硅灰的化学分析方法

Methods for chemical analysis of volatilized silica

2011-12-30 发布

2012-10-01 实施



中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局  
中国国家标准化管理委员会

发布

## 目 次

前言 .....	I
1 范围 .....	1
2 规范性引用文件 .....	1
3 试验的基本要求 .....	1
4 试剂和材料 .....	1
5 仪器与设备 .....	8
6 试样的制备 .....	9
7 含水量的测定 .....	10
8 烧失量的测定——灼烧差减法 .....	10
9 氯离子的测定——硫氰酸铵容量法(基准法) .....	11
10 氯离子的测定——磷酸蒸馏-汞盐滴定法(代用法) .....	11
11 氧化钾和氧化钠的测定——火焰光度法(基准法) .....	12
12 氧化钾和氧化钠的测定——原子吸收光谱法(代用法) .....	13
13 二氧化硅的测定——氯化铵重量法(基准法) .....	14
14 二氧化硅的测定——氟硅酸钾容量法(代用法) .....	15
15 三氧化二铁的测定——邻菲罗啉分光光度法(基准法) .....	16
16 三氧化二铁的测定——EDTA 直接滴定法(代用法) .....	17
17 氧化镁的测定——原子吸收光谱法 .....	17
18 重复性限和再现性限 .....	18

## 前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准由中国建筑材料联合会提出。

本标准由全国水泥标准化技术委员会(SAC/TC 184)归口。

本标准起草单位：中国建筑材料科学研究总院、中国建筑材料检验认证中心有限公司、嘉兴南方水泥有限公司。

本标准主要起草人：崔健、刘文长、王瑞海、黄清林、倪竹君、戴平、于克孝、黄小楼、温玉刚。

# 硅灰的化学分析方法

## 1 范围

本标准规定了硅灰中二氧化硅、三氧化二铁、氧化镁、烧失量、碱含量、含水量和氯离子的分析方法。本标准适用于凝聚硅灰和微硅粉。

## 2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件,仅注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件,其最新版本(包括所有的修改单)适用于本文件。

GB/T 2007.1 散装矿产品取样、制样通则 手工取样方法

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

JJG 196 常用玻璃量器检定规程

## 3 试验的基本要求

### 3.1 质量、体积和结果的表示

质量以克表示,精确至 0.000 1 g。除非另有规定,吸管的体积用 mL 表示,精确度按 JJG 196 的规定执行。

测试结果以质量分数计,氯的测试结果的计算与表示至小数点后三位,其他成分均表示至小数点后二位。

### 3.2 空白试验

使用等量的试剂,不加入试样,按照相同的测定步骤进行试验,对得到的测定结果进行校正。

### 3.3 灼烧

将滤纸和沉淀放入预先已灼烧并恒量的坩埚中,烘干。在氧化性气氛中慢慢灰化,不使之有火焰产生,灰化至无黑色碳颗粒后,放入高温炉(5.5)中,在规定的温度下灼烧。在干燥器中冷却至室温,称量。

### 3.4 恒量

经第一次灼烧、冷却、称量后,通过连续对每次 15 min 的灼烧,然后冷却、称量的方法来检查恒定质量,当连续两次称量之差小于 0.000 5 g 时,即达到恒量。

## 4 试剂和材料

### 4.1 通则

所用试剂不低于分析纯。用于标定与配制标准溶液的试剂,除另有说明外应为基准试剂。所用水应符合 GB/T 6682 中规定的三级水要求。

除非另有说明，“%”均为质量分数。

在化学分析中，所用酸或氨水，凡未注浓度者均指市售的浓酸或浓氨水。

用体积比表示试剂稀释程度，例如，盐酸(1+2)表示1份体积的浓盐酸与2份体积的水相混合。

#### 4.2 盐酸(HCl)

$\rho=1.18\text{ g/cm}^3\sim 1.19\text{ g/cm}^3$ ，质量分数36%~38%。

#### 4.3 氢氟酸(HF)

$\rho=1.13\text{ g/cm}^3$ ，质量分数40%。

#### 4.4 硝酸(HNO<sub>3</sub>)

$\rho=1.39\text{ g/cm}^3\sim 1.41\text{ g/cm}^3$ ，质量分数65%~68%。

#### 4.5 硫酸(H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>)

$\rho=1.84\text{ g/cm}^3$ ，质量分数95%~98%。

#### 4.6 氨水(NH<sub>3</sub>·H<sub>2</sub>O)

$\rho=0.90\text{ g/cm}^3\sim 0.91\text{ g/cm}^3$ ，质量分数25%~28%。

#### 4.7 磷酸(H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub>)

质量分数85%。

#### 4.8 乙醇(C<sub>2</sub>H<sub>5</sub>OH)

体积分数为95%。

#### 4.9 过氧化氢(H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>)

质量分数30%。

#### 4.10 氯化钾(KCl)

颗粒粗大时，应研细后使用。

#### 4.11 无水碳酸钠(Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>)

将无水碳酸钠用玛瑙研钵研细至粉末状，贮存于密封瓶中。

#### 4.12 盐酸溶液

##### 4.12.1 盐酸(1+1)

1份体积的浓盐酸与1份体积的水相混合。

##### 4.12.2 盐酸(3+97)

3份体积的浓盐酸与97份体积的水相混合。

#### 4.13 硫酸(1+1)

1份体积的浓硫酸慢慢注入1份体积的水中并不断搅拌混合均匀。

## 4.14 氨水(1+1)

1份体积的浓氨水与1份体积的水相混合。

## 4.15 硝酸溶液

## 4.15.1 硝酸(1+2)

1份体积的浓硝酸与2份体积的水相混合。

## 4.15.2 硝酸(1+100)

1份体积的浓硝酸与100份体积的水相混合。

## 4.16 硝酸银溶液(0.05 mol/L)

称取8.494 g硝酸银( $\text{AgNO}_3$ )溶于水,稀释到1 L,避光保存。

## 4.17 氢氧化钠溶液(0.5 mol/L)

将2 g氢氧化钠( $\text{NaOH}$ )溶于100 mL水中。

## 4.18 氢氧化钾溶液(200 g/L)

将200 g氢氧化钾( $\text{KOH}$ )溶于水中,加水稀释至1 L,贮存于塑料瓶中。

## 4.19 三乙醇胺(1+2)

1份体积的三乙醇胺与2份体积的水相混合。

## 4.20 碳酸铵溶液(100 g/L)

将10 g碳酸铵[( $\text{NH}_4$ )<sub>2</sub> $\text{CO}_3$ ]溶解于100 mL水中。用时现配。

## 4.21 氟化钾溶液(150 g/L)

将150 g氟化钾( $\text{KF} \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ )置于塑料杯中,加水溶解后,加水稀释至1 L,贮存于塑料瓶中。

## 4.22 氯化钾溶液(50 g/L)

将50 g氯化钾( $\text{KCl}$ )溶于水中,加水稀释至1 L。

## 4.23 氯化钾—乙醇溶液(50 g/L)

将5 g氯化钾( $\text{KCl}$ )溶于50 mL水后,加入50 mL乙醇(4.8),混匀。

## 4.24 硫氰酸铵标准滴定溶液(0.05 mol/L)

称取3.8 g硫氰酸铵( $\text{NH}_4\text{SCN}$ )溶于水,稀释到1 L。

## 4.25 硝酸溶液(0.5 mol/L)

取3 mL硝酸,用水稀释至100 mL。

## 4.26 抗坏血酸溶液(5 g/L)

将0.5 g抗坏血酸(V. C)溶于100 mL水中,必要时过滤后使用。用时现配。



4.27 邻菲罗啉溶液(10 g/L 乙酸溶液)

将 1 g 邻菲罗啉( $C_{12}H_8N_2 \cdot 2H_2O$ )溶于 100 mL 乙酸(1+1)中,用时现配。

4.28 乙酸铵溶液(100 g/L)

将 10 g 乙酸铵( $CH_3COONH_4$ )溶于 100 mL 水中。

4.29 氯化铵( $NH_4Cl$ )

固体研细,密封保存。

4.30 氯化锶溶液(锶 50 g/L)

将 152.2 g 氯化锶( $SrCl_2 \cdot 6H_2O$ )溶解于水中,加水稀释至 1 L,必要时过滤后使用。

4.31 焦硫酸钾( $K_2S_2O_7$ )

将市售的焦硫酸钾在瓷蒸发皿中加热熔化,加热至无泡沫发生,冷却并压碎熔融物,贮存于密封瓶中。

4.32 钼酸铵溶液(15 g/L)

将 3 g 钼酸铵[( $NH_4$ )<sub>6</sub>Mo<sub>7</sub>O<sub>21</sub>·4H<sub>2</sub>O]溶于 100 mL 热水中,加入 60 mL 硫酸(1+1),混匀。冷却后加水稀释至 200 mL,贮存于塑料瓶中,必要时过滤后使用。此溶液在一周内使用。

4.33 工作曲线的绘制

4.33.1 氧化钾、氧化钠标准溶液的配制

称取 1.582 9 g 已于 105 °C~110 °C 烘过 2 h 的氯化钾(KCl,基准试剂或光谱纯)及 1.885 9 g 已于 105 °C~110 °C 烘过 2 h 的氯化钠(NaCl,基准试剂或光谱纯),精确至 0.000 1 g,置于烧杯中,加水溶解后,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。此标准溶液每毫升含 1 mg 氧化钾及 1 mg 氧化钠。

吸取 50.00 mL 上述标准溶液放入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至标线,摇匀。贮存于塑料瓶中。此标准溶液每毫升含 0.05 mg 氧化钾和 0.05 mg 氧化钠。

4.33.2 用于火焰光度法的工作曲线的绘制

吸取每毫升含 1 mg 氧化钾及 1 mg 氧化钠的标准溶液 0 mL;2.50 mL;5.00 mL;10.00 mL;15.00 mL;20.00 mL 分别放入 500 mL 容量瓶中,用水稀释至标线,摇匀。贮存于塑料瓶中。将火焰光度计(5.11)调节至最佳工作状态,按仪器使用规程进行测定。用测得的检流计读数作为相对应的氧化钾和氧化钠含量的函数,绘制工作曲线。

4.33.3 用于原子吸收光谱法的工作曲线的绘制

每毫升含 0.05 mg 氧化钾及 0.05 mg 氧化钠的标准溶液 0 mL、2.50 mL、5.00 mL、10.00 mL、15.00 mL、20.00 mL、25.00 mL 分别放入 500 mL 容量瓶中,加入 30 mL 盐酸及 10 mL 氯化锶溶液(4.30),用水稀释至标线,摇匀,贮存于塑料瓶中。将原子吸收光谱仪(5.12)调节至最佳工作状态,在空气-乙炔火焰中,分别用钾元素空心阴极灯于波长 766.5 nm 处和钠元素空心阴极灯于波长 589.0 nm 处,以水校零测定溶液的吸光度。用测得的吸光度作为相对应的氧化钾和氧化钠含量的函数,绘制工作曲线。

## 4.34 氯标准溶液

准确称取 0.329 7 g 已在 105 °C~110 °C 烘过 2 h 的光谱纯氯化钠,溶于少量水中,然后移入 1 L 容量瓶中,用水稀释至标线,摇匀。此溶液 1 mL 含 0.2 mg 氯。

4.35 硝酸汞[Hg(NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub>]标准滴定溶液4.35.1 0.001 mol/L 硝酸汞[Hg(NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub>]标准溶液的配制

称取 0.34 g 硝酸汞[Hg(NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub>],溶于 10 mL、0.5 mol/L 的硝酸中,移入 1 L 容量瓶内,用水稀释至标线,摇匀。

4.35.2 0.005 mol/L 硝酸汞[Hg(NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub>]标准滴定溶液的配制

称取 1.67 g 硝酸汞[Hg(NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub>],溶于 10 mL、0.5 mol/L 的硝酸中,移入 1 L 容量瓶内,用水稀释至标线,摇匀。

## 4.35.3 硝酸汞标准滴定溶液标定

用微量滴定管准确加入 0.20 mg(或 1.40 mg/mL)氯标准溶液( $m_1$ )于 50 mL 锥形瓶中,加入 20 mL 乙醇(4.8)及数滴氢氧化钠标准溶液(4.17)至溶液呈蓝色,然后滴入硝酸溶液(4.25)至溶液刚好变黄,再过量 1 滴(pH 约为 3.5),加入 10 滴二苯偶氮碳酰肼指示剂(4.45),用 0.001 mol/L(或 0.05 mol/L)硝酸汞标准溶液滴定至樱桃红色出现,消耗的体积为( $V_1$ )同时进行空白试验。消耗的体积( $V_2$ )。

硝酸汞标准溶液对氯的滴定度,按式(1)计算:

$$T_{\text{Cl}^-} = \frac{m_1}{V_1 - V_2} \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中:

$T_{\text{Cl}^-}$  ——每毫升硝酸汞标准溶液相当于氯的毫克数;

$m_1$  ——加入氯的质量,单位为毫克(mg);

$V_1$  ——标定时消耗硝酸汞标准溶液的体积,单位为毫升(mL);

$V_2$  ——空白试验消耗硝酸汞标准溶液的体积,单位为毫升(mL)。

## 4.36 比色法测定三氧化二铁工作曲线的绘制

## 4.36.1 三氧化二铁标准溶液的配制

称取 0.100 0 g 已于(950±25)°C 灼烧过 60 min 的三氧化二铁(Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>,光谱纯),精确至 0.000 1 g,置于 300 mL 烧杯中,依次加入 50 mL 水、30 mL 盐酸(1+1)、2 mL 硝酸,低温加热微沸,待溶解完全,冷却至室温后,移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至标线,摇匀。此标准溶液每毫升含 0.1 mg 三氧化二铁。

## 4.36.2 比色工作曲线的绘制

吸取每毫升含 0.1 mg 三氧化二铁的标准溶液 0.00 mL;1.00 mL;2.00 mL;4.00 mL;6.00 mL;分别放入 100 mL 容量瓶中,加水稀释至约 50 mL,加入 5 mL 抗坏血酸溶液(4.26),放置 5 min 后,加入 5 mL 邻菲罗啉溶液(4.27)、10 mL 乙酸铵溶液(4.28),用水稀释至标线,摇匀。放置 30 min 后,用分光光度计(5.8),10 mm 比色皿,以水作参比,于波长 510 nm 处测定溶液的吸光度。用测得的吸光度作为相对应的三氧化二铁含量的函数,绘制工作曲线。



## 4.37 比色法测定二氧化硅工作曲线的绘制

## 4.37.1 二氧化硅标准溶液的配制

称取 0.2 g 已于 1 000 °C~1 100 °C 灼烧过 60 min 的二氧化硅(SiO<sub>2</sub>, 光谱纯), 精确至 0.000 1 g, 置于铂坩埚中, 加入 2 g 无水碳酸钠(4.11), 搅拌均匀, 在 950 °C~1 000 °C 高温下熔融 15 min。冷却后, 将熔融物浸出于盛有约 100 mL 沸水的塑料烧杯中, 待全部溶解, 冷却至室温后, 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。此标准溶液每毫升含 0.2 mg 二氧化硅。

吸取 50.00 mL 上述标准溶液放入 500 mL 容量瓶中, 用水稀释至标线, 摇匀, 贮存于塑料瓶中。此标准溶液每毫升含 0.02 mg 二氧化硅。

## 4.37.2 比色工作曲线的绘制

吸取每毫升含 0.02 mg 二氧化硅的标准溶液 0 mL; 2.00 mL; 4.00 mL; 5.00 mL; 6.00 mL; 8.00 mL; 10.00 mL 分别放入 100 mL 容量瓶中, 加水稀释至约 40 mL, 依次加入 5 mL 盐酸(1+10), 8 mL 乙醇(4.8), 6 mL 钼酸铵溶液(4.32), 摇匀。放置 30 min 后, 加入 20 mL 盐酸(1+1), 5 mL 抗坏血酸溶液(4.26), 用水稀释至标线, 摇匀。放置 60 min 后, 用分光光度计(5.8), 10 mm 比色皿, 以水作参比, 于波长 660 nm 处测定溶液的吸光度。用测得的吸光度作为相对应的二氧化硅含量的函数, 绘制工作曲线。

## 4.38 原子吸收法测定氧化镁工作曲线的绘制

## 4.38.1 氧化镁标准溶液的配制

称取 1.000 0 g 已于(950±25)°C 灼烧过 60 min 的氧化镁(MgO, 基准试剂或光谱纯), 精确至 0.000 1 g, 置于 250 mL 烧杯中, 加入 50 mL 水, 再缓缓加入 20 mL 盐酸(1+1), 低温加热至完全溶解, 冷却至室温后, 移入 1 000 mL 容量瓶中, 用水稀释至标线, 摇匀。此标准溶液每毫升含 1 mg 氧化镁。

吸取 25.00 mL 上述标准溶液放入 500 mL 容量瓶中, 用水稀释至标线, 摇匀。此标准溶液每毫升含 0.05 mg 氧化镁。

## 4.38.2 用于原子吸收工作曲线的绘制

吸取每毫升含 0.05 mg 氧化镁的标准溶液 0.00 mL; 2.00 mL; 4.00 mL; 6.00 mL; 8.00 mL; 10.00 mL; 12.00 mL 分别放入 500 mL 容量瓶中, 加入 30 mL 盐酸及 10 mL 氯化锶溶液(4.30), 用水稀释至标线, 摇匀。将原子吸收光谱仪(5.12)调节至最佳工作状态, 在空气-乙炔火焰中, 用镁元素空心阴极灯, 于波长 285.2 nm 处, 以水校零测定溶液的吸光度。用测得的吸光度作为相对应的氧化镁含量的函数, 绘制工作曲线。

4.39 碳酸钙标准溶液 [ $c(\text{CaCO}_3) = 0.024 \text{ mol/L}$ ]

称取 0.6 g( $m_2$ )已于 105 °C~110 °C 烘过 2 h 的碳酸钙(CaCO<sub>3</sub>, 基准试剂), 精确至 0.000 1 g, 置于 400 mL 烧杯中, 加入约 100 mL 水, 盖上表面皿, 沿杯口慢慢加入 5 mL~10 mL 盐酸(1+1), 搅拌至碳酸钙全部溶解, 加热煮沸并微沸 1 min~2 min。冷却至室温后, 移入 250 mL 容量瓶中, 用水稀释至标线, 摇匀。

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

## 4.40.1 EDTA 标准滴定溶液的配制

称取 5.6 g EDTA(乙二胺四乙酸二钠, C<sub>10</sub>H<sub>14</sub>N<sub>2</sub>O<sub>8</sub>Na<sub>2</sub>·2H<sub>2</sub>O)置于烧杯中, 加入约 200 mL 水, 加热溶解, 过滤, 加水稀释至 1 L, 摇匀。

## 4.40.2 EDTA 标准滴定溶液浓度的标定

吸取 25.00 mL 碳酸钙标准溶液(4.39)放入 300 mL 烧杯中,加水稀释至约 200 mL 水,加入适量的 CMP 混合指示剂(4.46),在搅拌下加入氢氧化钾溶液(4.18)至出现绿色荧光后再过量 2 mL~3 mL,用 EDTA 标准滴定溶液滴定至绿色荧光消失并呈现红色。

EDTA 标准滴定溶液的浓度按式(2)计算:

$$c(\text{EDTA}) = \frac{m_2 \times 25 \times 1\,000}{250 \times V_3 \times 100.09} = \frac{m_2}{V_3 \times 1.000\,9} \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中:

- $c(\text{EDTA})$ ——EDTA 标准滴定溶液的浓度,单位为摩尔每升(mol/L);
- $V_3$ ——滴定时消耗 EDTA 标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);
- $m_2$ ——按 4.39 配制碳酸钙标准溶液的碳酸钙的质量,单位为克(g);
- 100.09—— $\text{CaCO}_3$  的摩尔质量,单位为克每摩尔(g/mol)。

## 4.40.3 EDTA 标准滴定溶液对各氧化物的滴定度的计算

EDTA 标准滴定溶液对三氧化二铁的滴定度分别按式(3)计算:

$$T_{\text{Fe}_2\text{O}_3} = c(\text{EDTA}) \times 79.84 \quad \dots\dots\dots (3)$$

4.41 氢氧化钠标准滴定溶液 [ $c(\text{NaOH}) = 0.15 \text{ mol/L}$ ]

## 4.41.1 氢氧化钠标准滴定溶液的配制

称取 30 g 氢氧化钠(NaOH)溶于水后,加水稀释至 5 L,充分摇匀,贮存于塑料瓶或带胶塞(装有钠石灰干燥管)的硬质玻璃瓶内。

## 4.41.2 氢氧化钠标准滴定溶液浓度的标定

称取 0.8 g ( $m_3$ ) 苯二甲酸氢钾( $\text{C}_8\text{H}_5\text{KO}_4$ , 基准试剂),精确至 0.000 1 g,置于 300 mL 烧杯中,加入约 200 mL 预先新煮沸过并冷却后用氢氧化钠溶液中和至酚酞呈微红色的冷水,搅拌使其溶解,加入 6~7 滴酚酞指示剂溶液(4.43),用氢氧化钠标准滴定溶液滴定至微红色。

氢氧化钠标准滴定溶液的浓度按式(4)计算:

$$c(\text{NaOH}) = \frac{m_3 \times 1\,000}{V_4 \times 204.2} \quad \dots\dots\dots (4)$$

式中:

- $c(\text{NaOH})$ ——氢氧化钠标准滴定溶液的浓度,单位为摩尔每升(mol/L);
- $V_4$ ——滴定时消耗氢氧化钠标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);
- $m_3$ ——苯二甲酸氢钾的质量,单位为克(g);
- 204.2——苯二甲酸氢钾的摩尔质量,单位为克每摩尔(g/mol)。

## 4.41.3 氢氧化钠标准滴定溶液对二氧化硅的滴定度的计算

氢氧化钠标准滴定溶液对二氧化硅的滴定度按式(5)计算:

$$T_{\text{SiO}_2} = c(\text{NaOH}) \times 15.02 \quad \dots\dots\dots (5)$$

式中:

- $T_{\text{SiO}_2}$ ——氢氧化钠标准滴定溶液对二氧化硅的滴定度,单位为毫克每毫升(mg/mL);
- $c(\text{NaOH})$ ——氢氧化钠标准滴定溶液的浓度,单位为摩尔每升(mol/L);
- 15.02—— $(1/4\text{SiO}_2)$  的摩尔质量,单位为克每摩尔(g/mol)。

4.42 甲基红指示剂溶液(2 g/L)

将 0.2 g 甲基红溶于 100 mL 乙醇(4.8)中。

4.43 酚酞指示剂溶液

将 1 g 酚酞溶于 100 mL 乙醇(4.8)中。

4.44 溴酚蓝指示剂乙醇溶液(1 g/L)

将 0.1 g 溴酚蓝溶于 100 mL 乙醇(1+4)中。

4.45 二苯偶氮碳酰肼乙醇溶液(10 g/L)

将 1 g 二苯偶氮碳酰肼溶于 100 mL 乙醇(4.8)中。

4.46 钙黄绿素-甲基百里香酚蓝-酚酞混合指示剂(简称 CMP 混合指示剂)

称取 1.000 g 钙黄绿素、1.000 g 甲基百里香酚蓝、0.200 g 酚酞与 50 g 已在 105 °C~110 °C 烘干过的硝酸钾(KNO<sub>3</sub>),混合研细,保存在磨口瓶中。

4.47 磺基水杨酸钠指示剂溶液(100 g/L)

将 10 g 磺基水杨酸钠(C<sub>7</sub>H<sub>5</sub>O<sub>6</sub>SNa·2H<sub>2</sub>O)溶于水中,加水稀释至 100 mL。

4.48 硫酸铁铵指示剂溶液

将 10 mL 硝酸(1+2)加入到 100 mL 冷的硫酸铁(Ⅲ)铵[NH<sub>4</sub>Fe(SO<sub>4</sub>)<sub>2</sub>·12H<sub>2</sub>O]饱和水溶液中。

5 仪器与设备

5.1 天平

精确至 0.000 1 g。

5.2 铂、银、镍或瓷坩埚

带盖,容量 15 mL~30 mL。

5.3 铂皿

容量 50 mL~100 mL。

5.4 瓷蒸发皿

容量 150 mL~200 mL。

5.5 高温炉

隔焰加热炉,在炉膛外围进行电阻加热。应使用温度控制器,准确控制炉温。

5.6 滤纸

定量滤纸。

### 5.7 玻璃容量器皿

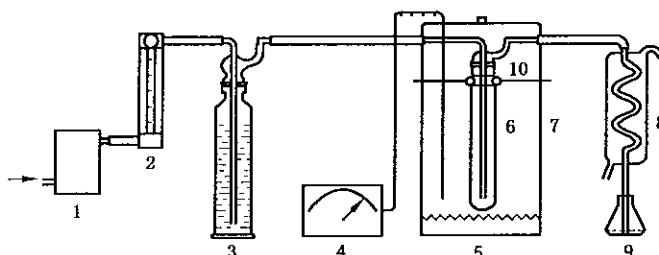
容量瓶、移液管、滴定管、称量瓶。

### 5.8 分光光度计

可在 400 nm~700 nm 范围内测定溶液的吸光度,带有 10 mm、20 mm 比色皿。

### 5.9 测氯蒸馏装置

测氯蒸馏装置如图 1 所示。



说明:

- |                              |               |
|------------------------------|---------------|
| 1——吹气泵;                      | 6——石英蒸馏管;     |
| 2——转子流量计;                    | 7——炉膛保温罩;     |
| 3——洗气瓶,内装硝酸银溶液(5 g/L)(4.16); | 8——蛇形冷凝管;     |
| 4——温控仪;                      | 9——50 mL 锥形瓶; |
| 5——电炉;                       | 10——固定架。      |

图 1 测氯蒸馏装置示意图

### 5.10 玻璃砂芯漏斗

直径 50 mm,型号 G4(平均孔径 4  $\mu\text{m}$ ~7  $\mu\text{m}$ )。

### 5.11 火焰光度计

可稳定地测定钾在波长 768 nm 处和钠在波长 589 nm 处的谱线强度。

### 5.12 原子吸收光谱仪

带有镁、钾、钠、铁、锰元素空心阴极灯。

## 6 试样的制备

### 6.1 含水量测定试样的制备

按 GB/T 2007.1 的规定进行取样,试样必须具有代表性和均匀性。经混匀后缩分至 100 g 将试样分为两份,一份用于检验,另一份为备份试样,密封保存。

### 6.2 化学分析试样的制备

供化学分析用试样,经研磨后,用磁铁吸去筛余物中金属铁,使其全部通过孔径为 80  $\mu\text{m}$  方孔筛,充分混匀,装入试样瓶中,在 105  $^{\circ}\text{C}$ ~110  $^{\circ}\text{C}$  的温度下烘干 2 h 以上,取出密封保存于干燥器中。



## 7 含水量的测定

## 7.1 方法提要

在 105 °C~110 °C 的条件下,将试样中的水份烘干,称取失去的水分质量。

## 7.2 分析步骤

称取约 1 g(6.1)试样( $m_4$ ),精确至 0.000 1 g,放入已烘干至恒量的带有磨口塞的称量瓶中( $m_5$ ),于 105 °C~110 °C 的烘干箱内烘 1 h(烘干过程中称量瓶应敞盖),取出,盖上磨口塞,放入干燥器中冷至室温,称量。再放入烘箱中于同样温度下烘干 30 min,如此反复烘干、冷却、称量,直至恒量( $m_6$ )。

## 7.3 结果的计算与表示

含水量的质量分数  $w_{H_2O}$ 按式(6)计算:

$$w_{H_2O} = \frac{m_5 - m_6}{m_4} \times 100 \quad \dots\dots\dots(6)$$

式中:

$w_{H_2O}$ ——含水量的质量分数, %;

$m_4$  ——烘干前试料质量,单位为克(g);

$m_5$  ——烘干前试料与称量瓶的质量,单位为克(g);

$m_6$  ——烘干后试料与称量瓶的质量,单位为克(g)。

## 8 烧失量的测定——灼烧差减法

## 8.1 方法提要

试样中水分、碳酸盐及其他易挥发性物质,经高温灼烧即分解逸出,灼烧所失去的质量即为烧失量。

## 8.2 分析步骤

称取约 1 g(6.2)试样( $m_7$ ),精确至 0.000 1 g,置于已灼烧恒量的 30 mL 瓷坩埚中( $m_8$ ),将坩埚盖置于坩埚上,放在高温炉(5.5)内。从低温开始逐渐升高温度,在(950±25)°C下灼烧 30 min,取出坩埚置于干燥器中,冷却至室温,称量。反复灼烧,直至恒量( $m_9$ )。

## 8.3 结果的计算与表示

烧失量的质量分数  $w_{L.O.I}$ 按式(7)计算:

$$w_{L.O.I} = \frac{m_8 - m_9}{m_7} \times 100 \quad \dots\dots\dots(7)$$

式中:

$w_{L.O.I}$ ——烧失量的质量分数, %;

$m_7$  ——灼烧前试料的质量,单位为克(g)。

$m_8$  ——灼烧前试料与瓷坩埚的质量,单位为克(g);

$m_9$  ——灼烧后试料与瓷坩埚的质量,单位为克(g)。

## 9 氯离子的测定——硫氰酸铵容量法(基准法)

### 9.1 方法提要

本方法测定除氟以外的卤素含量,以氯离子( $\text{Cl}^-$ )表示结果。试样用硝酸进行分解。同时消除硫化物的干扰。加入已知量的硝酸银标准溶液使氯离子以氯化银的形式沉淀。煮沸、过滤后,将滤液和洗涤液冷却至 25℃ 以下,以铁(Ⅲ)盐为指示剂,用硫氰酸铵标准滴定溶液滴定过量的硝酸银。

### 9.2 分析步骤

称取约 2 g(6.2)试样( $m_{10}$ ),精确至 0.000 1 g,置于 400 mL 烧杯中,加入 50 mL 水,搅拌使试样完全分散,在搅拌下加入 50 mL 硝酸(1+2),加热煮沸,在搅拌下煮沸 1 min~2 min。准确移取 5.00 mL 硝酸银标准溶液(4.16)放入溶液中,煮沸 1 min~2 min,加入少许滤纸浆,用预先用硝酸(1+100)洗涤过的中速滤纸抽气过滤或玻璃砂芯漏斗(5.10)抽气过滤,滤液收集于 250 mL 锥形瓶中,用硝酸(1+100)洗涤烧杯、玻璃棒和滤纸,直至滤液和洗液总体积达到约 200 mL,溶液在弱光线或暗处冷却至 25℃ 以下。

加入 5 mL 硫酸铁铵指示剂溶液(4.48),用硫氰酸铵标准滴定溶液(4.24)滴定至产生的红棕色在摇动下不消失为止。记录滴定所用硫氰酸铵标准滴定溶液的体积  $V_5$ 。如果  $V_5$  小于 0.5 mL,用减少一半的试样质量重新试验。

不加入试样按上述步骤进行空白试验,记录空白滴定所用硫氰酸铵标准滴定溶液的体积  $V_6$ 。

### 9.3 结果的计算与表示

氯离子的质量分数  $w_{\text{Cl}^-}$  按式(8)计算:

$$w_{\text{Cl}^-} = \frac{1.773 \times 5.00 \times (V_6 - V_5)}{V_6 \times m_{10} \times 1000} \times 100 = 0.8865 \times \frac{V_6 - V_5}{V_6 \times m_{10}} \quad \dots\dots\dots(8)$$

式中:

$w_{\text{Cl}^-}$  ——氯离子的质量分数, %;

$V_5$  ——滴定时消耗硫氰酸铵标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

$V_6$  ——空白试验滴定时消耗的硫氰酸铵标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL)。

$m_{10}$  ——试料的质量,单位为克(g);

1.773 ——硝酸银标准溶液对氯离子的滴定度,单位为毫克每毫升(mg/mL)。

## 10 氯离子的测定——磷酸蒸馏-汞盐滴定法(代用法)

### 10.1 方法提要

用规定的蒸馏装置在 250℃~260℃ 温度条件下,以过氧化氢和磷酸分解试样,以净化空气做载体,蒸馏分离氯离子,用稀硝酸作吸收液。在 pH 值 3.5 左右,以二苯偶氮碳酰肼为指示剂,用硝酸汞标准滴定溶液滴定。

### 10.2 分析步骤

使用 5.9 规定的测氯蒸馏装置进行测定。

向 50 mL 锥形瓶中加入约 3 mL 水及 5 滴硝酸(4.25),放在冷凝管下端用以承接蒸馏液,冷凝管下端的硅胶管插于锥形瓶的溶液中。

称取约 0.2 g(6.2)试样( $m_{11}$ ),精确至 0.000 1 g,置于已烘干的石英蒸馏管中,勿使试样粘附于管壁。

向蒸馏管中加入 5~6 滴过氧化氢溶液(4.9),摇动使试样完全分散后加入 5 mL 磷酸,套上磨口塞,摇动,待试样分解产生的二氧化碳气体大部分逸出后,将(5.9)所示的仪器装置中的固定架(图 1)套在石英蒸馏管上,并将其置于温度 250 °C~260 °C 的测氯蒸馏装置(5.9)炉膛内,迅速地以硅橡胶管连接好蒸馏管的进出口部分(先连出气管,后连进气管),盖上炉盖。

开动气泵,调节气流速度在 100 mL/min~200 mL/min,蒸馏 10 min~15 min 后关闭气泵,拆下连接管,取出蒸馏管置于试管架内。

用乙醇(4.8)吹洗冷凝管及其下端,洗液收集于锥形瓶内(乙醇用量约为 15 mL)。由冷凝管下部取出承接蒸馏液的锥形瓶,向其中加入 1~2 滴溴酚蓝指示剂溶液(4.44),用氢氧化钠溶液(4.17)调节至溶液呈蓝色,然后用硝酸(4.25)调节至溶液刚好变黄,再过量 1 滴,加入 10 滴二苯偶氮碳酰肼指示剂溶液(4.45),用硝酸汞标准滴定溶液(4.35.1)滴定至紫红色出现。记录滴定所用硝酸汞标准滴定溶液的体积  $V_7$ 。

氯离子含量为 0.2%~1%时,蒸馏时间应为 15 min~20 min;用硝酸汞标准滴定溶液(4.35.2)进行滴定。

不加入试样按上述步骤进行空白试验,记录空白滴定所用硝酸汞标准滴定溶液的体积  $V_8$ 。

### 10.3 结果的计算与表示

氯离子的质量分数  $w_{\text{Cl}^-}$  按式(9)计算:

$$w_{\text{Cl}^-} = \frac{T_{\text{Cl}^-} \times (V_7 - V_8)}{m_{11} \times 1000} \times 100 = \frac{T_{\text{Cl}^-} \times (V_7 - V_8) \times 0.1}{m_{11}} \dots\dots\dots(9)$$

式中:

$w_{\text{Cl}^-}$  ——氯离子的质量分数, %;

$T_{\text{Cl}^-}$  ——硝酸汞标准滴定溶液对氯离子的滴定度,单位为毫克每毫升(mg/mL);

$V_7$  ——滴定时消耗硝酸汞标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

$V_8$  ——空白试验消耗硝酸汞标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

$m_{11}$  ——试料的质量,单位为克(g)。

## 11 氧化钾和氧化钠的测定——火焰光度法(基准法)

### 11.1 方法提要

经氢氟酸—硫酸蒸发处理除去硅,用热水浸取残渣,以氨水和碳酸铵分离铁、铝、钙、镁。滤液中的钾、钠用火焰光度计进行测定。

### 11.2 分析步骤

称取约 0.1 g 化学分析试样( $m_{12}$ ),精确至 0.000 1 g,置于铂皿中,加少量水润湿,加入 10 mL 氢氟酸(4.3)和 15~20 滴硫酸(1+1),放入通风橱内电炉上缓慢加热,蒸发至干,近干时摇动铂皿以防溅失,至白色浓烟完全逸尽后,取下冷却至室温。加入适量热水,压碎残渣使其溶解,加 1 滴甲基红指示剂(4.42),用氨水(1+1)中和至黄色,再加入 10 mL 碳酸铵溶液(4.20)搅拌,然后放入通风橱内电炉上低温加热 20 min~30 min。用快速滤纸过滤,以热水洗涤,滤液及洗液转移到 100 mL 容量瓶中,冷却至室温。用盐酸(1+1)中和至溶液呈微红色,用水稀释至标线,摇匀。将火焰光度计调节至最佳工作状态,按仪器使用规程进行测定。在工作曲线(4.33.2)上分别查出氧化钾和氧化钠的含量( $m_{13}$ )和( $m_{14}$ )。



### 11.3 结果的计算与表示

氧化钾和氧化钠的质量分数  $w_{K_2O}$  和  $w_{Na_2O}$  按式(10)和式(11)计算:

$$w_{K_2O} = \frac{m_{12}}{m_{13} \times 1\,000} \times 100 = \frac{m_{12} \times 0.1}{m_{13}} \dots\dots\dots (10)$$

$$w_{Na_2O} = \frac{m_{12}}{m_{14} \times 1\,000} \times 100 = \frac{m_{12} \times 0.1}{m_{14}} \dots\dots\dots (11)$$

式中:

$w_{K_2O}$  ——氧化钾的质量分数, %;

$w_{Na_2O}$  ——氧化钠的质量分数, %;

$m_{12}$  ——试料的质量, 单位为克(g)。

$m_{13}$  ——测定溶液中氧化钾的含量, 单位为毫克每毫升 mg;

$m_{14}$  ——测定溶液中氧化钠的含量, 单位为毫克每毫升 mg。

## 12 氧化钾和氧化钠的测定——原子吸收光谱法(代用法)

### 12.1 方法提要

用氢氟酸—高氯酸分解试样, 以铯盐消除硅、铝、钛等的干扰, 在空气-乙炔火焰中, 分别于波长 766.5 nm 处和波长 589.0 nm 处测定氧化钾和氧化钠的吸光度。

### 12.2 分析步骤

称取约 0.1 g(6.2) 试样( $m_{15}$ ), 精确至 0.000 1 g, 置于铂坩埚(或铂皿)中, 加入 0.5 mL~1 mL 水润湿, 加入 5 mL~7 mL 氢氟酸和 0.5 mL 高氯酸, 放入通风橱内低温电热板上加热, 近干时摇动铂坩埚以防溅失。待白色浓烟完全驱尽后, 取下冷却。加入 20 mL 盐酸(1+1), 温热至溶液澄清, 冷却后, 移入 100 mL 容量瓶中, 加入 5 mL 氯化铯溶液(4.30), 用水稀释至标线, 摇匀。此溶液供原子吸收光谱法测定氧化钾和氧化钠用。

从上述溶液中吸取一定量的试样溶液放入容量瓶中(试样溶液的分取量及容量瓶的容积视氧化钾和氧化钠的含量而定), 加入盐酸(1+1)及氯化铯溶液(4.30), 使测定溶液中盐酸的体积分数为 6%, 铯的浓度为 1 mg/mL。用水稀释至标线, 摇匀。用原子吸收光谱仪(5.12), 在空气-乙炔火焰中, 分别用钾元素空心阴极灯于波长 766.5 nm 处和钠元素空心阴极灯于波长 589.0 nm 处, 在仪器条件下测定溶液的吸光度, 在工作曲线(4.33.3)上查出氧化钾的浓度( $c_1$ )和氧化钠的浓度( $c_2$ )。

### 12.3 结果的计算与表示

氧化钾和氧化钠的质量分数  $w_{K_2O}$  和  $w_{Na_2O}$  分别按式(12)和(13)计算:

$$w_{K_2O} = \frac{c_1 \times V_9 \times n}{m_{15} \times 1\,000} \times 100 = \frac{c_1 \times V_9 \times n \times 0.1}{m_{15}} \dots\dots\dots (12)$$

$$w_{Na_2O} = \frac{c_2 \times V_9 \times n}{m_{15} \times 1\,000} \times 100 = \frac{c_2 \times V_9 \times n \times 0.1}{m_{15}} \dots\dots\dots (13)$$

式中:

$w_{K_2O}$  ——氧化钾的质量分数, %;

$w_{Na_2O}$  ——氧化钠的质量分数, %;

$c_1$  ——测定溶液中氧化钾的浓度, 单位为毫克每毫升(mg/mL);



- $c_2$  ——测定溶液中氧化钠的浓度,单位为毫克每毫升(mg/mL);  
 $V_9$  ——测定溶液的体积,单位为毫升(mL);  
 $m_{15}$  ——试料的质量,单位为克(g);  
 $n$  ——全部试样溶液与所分取试样溶液的体积比。

### 13 二氧化硅的测定——氯化铵重量法(基准法)

#### 13.1 方法提要

试样以无水碳酸钠烧结,盐酸溶解,加入固体氯化铵于蒸气水浴上加热蒸发,使硅酸凝聚,经过滤灼烧后称量。用氢氟酸处理后,失去的质量即为胶凝性二氧化硅含量,加上从滤液中比色回收的可溶性二氧化硅含量即为总二氧化硅含量。

#### 13.2 分析步骤

##### 13.2.1 胶凝性二氧化硅的测定

称取约 0.2 g 化学分析试样( $m_{16}$ ),精确至 0.000 1 g。置于铂坩埚中,加入 0.3 g 无水碳酸钠(4.11),混匀,将坩埚置于 950 °C~1 000 °C 下灼烧 15 min,放冷。

将烧结块移入瓷蒸发皿中,加少量水润湿,用平头玻璃棒压碎块状物,盖上表面皿,从皿口滴入 5 mL 盐酸及 2~3 滴硝酸,待反应停止后取下表面皿,用平头玻璃棒压碎块状物使分解完全,用(1+1)盐酸清洗坩埚数次,洗液合并于蒸发皿中。将蒸发皿置于沸水浴上,皿上放一玻璃三脚架,再盖上表面皿。蒸发至糊状后,加 1 g 氯化铵,充分搅匀,继续在沸水浴上蒸发至干。

取下蒸发皿,加入 10 mL~20 mL 热盐酸(3+97),搅拌使可溶性盐类溶解。用中速滤纸过滤,用胶头扫棒以热盐酸(3+97)擦洗玻璃棒及蒸发皿,并洗涤沉淀 3~4 次,然后用热水充分洗涤沉淀,直至检验无氯根为止。滤液及洗液保存在 250 mL 的容量瓶中。

将沉淀连同滤纸一并移入恒重的坩埚中,烘干并灰化后放入 950 °C~1 000 °C 的高温炉内灼烧 1 h,取出坩埚置于干燥器中冷却至室温,称量。反复灼烧,直至恒重( $m_{17}$ )。

向坩埚中慢慢加入数滴水润湿沉淀,加入 3 滴硫酸(1+4)和 10 mL 氢氟酸(4.3),放入通风橱内电加热板上缓慢加热,蒸发至干,升高温度继续加热至三氧化硫白烟完全驱尽。将坩埚放入(950±25)°C 的高温炉(5.5)内灼烧 30 min,取出坩埚置于干燥器中,冷却至室温,称量。反复灼烧,直至恒量( $m_{18}$ )。

##### 13.2.2 经氢氟酸处理后的残渣的分解

向经过氢氟酸处理后得到的残渣中加入 0.5 g 焦硫酸钾(4.31),在喷灯上熔融,熔块用热水和数滴盐酸(1+1)溶解,溶液合并入分离二氧化硅后得到的滤液中。用水稀释至标线,摇匀。此溶液供测定滤液中残留的可溶性二氧化硅的测定。

##### 13.2.3 可溶性二氧化硅的测定——硅钼蓝分光光度法

从溶液(13.2.2)中吸取 25.00 mL 溶液放入 100 mL 容量瓶中,加水稀释至 40 mL,依次加入 5 mL 盐酸(1+10)、8 mL 乙醇(4.8)、6 mL 钼酸铵溶液(4.32),摇匀。放置 30 min 后,加入 20 mL 盐酸(1+1)、5 mL 抗坏血酸溶液(4.26),用水稀释至标线,摇匀。放置 60 min 后,用分光光度计(5.8),10 mm 比色皿,以水作参比,于波长 660 nm 处测定溶液的吸光度,在工作曲线(4.37.2)上查出二氧化硅的含量( $m_{19}$ )。

### 13.3 结果的计算与表示

#### 13.3.1 胶凝性二氧化硅质量分数的计算

胶凝性二氧化硅的质量分数  $w_{\text{胶凝SiO}_2}$  按式(14)计算:

$$w_{\text{胶凝SiO}_2} = \frac{m_{17} - m_{18}}{m_{16}} \times 100 \quad \dots\dots\dots (14)$$

式中:

$w_{\text{胶凝SiO}_2}$  —— 胶凝性二氧化硅的质量分数, %;

$m_{16}$  —— 13.2.1 中试料的质量, 单位为克(g)。

$m_{17}$  —— 灼烧后未经氢氟酸处理的沉淀及坩埚的质量, 单位为克(g);

$m_{18}$  —— 用氢氟酸处理并经灼烧后的残渣及坩埚的质量, 单位为克(g)。

#### 13.3.2 可溶性二氧化硅质量分数的计算

可溶性二氧化硅的质量分数  $w_{\text{可溶SiO}_2}$  按式(15)计算:

$$w_{\text{可溶SiO}_2} = \frac{m_{19} \times 250}{m_{16} \times 25 \times 1000} \times 100 = \frac{m_{19}}{m_{16}} \quad \dots\dots\dots (15)$$

式中:

$w_{\text{可溶SiO}_2}$  —— 可溶性二氧化硅的质量分数, %;

$m_{16}$  —— 13.2.1 中试料的质量, 单位为克(g);

$m_{19}$  —— 按 13.2.3 测定的 100 mL 溶液中二氧化硅的含量, 单位为毫克(mg)。

#### 13.3.3 总二氧化硅质量分数的计算

总二氧化硅的质量分数  $w_{\text{总SiO}_2}$  按式(16)计算:

$$w_{\text{总SiO}_2} = w_{\text{胶凝SiO}_2} + w_{\text{可溶SiO}_2} \quad \dots\dots\dots (16)$$

式中:

$w_{\text{总SiO}_2}$  —— 总二氧化硅的质量分数, %;

$w_{\text{胶凝SiO}_2}$  —— 胶凝性二氧化硅的质量分数, %;

$w_{\text{可溶SiO}_2}$  —— 可溶性二氧化硅的质量分数, %。

## 14 二氧化硅的测定——氟硅酸钾容量法(代用法)

### 14.1 方法提要

在有过量的氟离子和钾离子存在的强酸性溶液中,使硅酸形成氟硅酸钾( $K_2SiF_6$ )沉淀,经过滤、洗涤及中和残余酸后,加沸水使氟硅酸钾沉淀水解生成等物质的量的氢氟酸,然后以酚酞为指示剂,用氢氧化钠标准滴定溶液进行滴定。

### 14.2 试样溶液的制备

称取 0.4 g(6.2)(精确至 0.000 1 g)试样( $m_{20}$ ),置于银坩埚中。放在 650 °C~700 °C 高温炉中预烧 20 min,取出冷却,加入 5 g~6 g 氢氧化钠,置于高温炉中,低温升起至 650 °C 熔融 30 min(期间取出摇匀 1 次),取出,冷却至室温。将银坩埚放入盛有 100 mL 近沸腾水的烧杯中,盖上表面皿,于电热板上适当加热,待熔块完浸出后,取出银坩埚,用水冲洗银坩埚和盖,在搅拌下一次加入 25 mL~30 mL 盐酸,再加入 1 mL 硝酸。用热盐酸(1+5)洗净银坩埚和盖,将溶液加热至沸,冷却,然后移入 250 mL 容量瓶中,用水稀释至标线,摇匀。此溶液供测定二氧化硅、三氧化二铁、氧化镁用。

14.3 分析步骤

吸取试样溶液(14.2)50.00 mL放入300 mL塑料杯中,加入10 mL~15 mL硝酸,搅拌,冷却至30 ℃以下。加入固体氯化钾,仔细搅拌至饱和并有少量氯化钾固体颗粒析出,再加入2 g氯化钾及10 mL氟化钾溶液(4.21),仔细搅拌(如氯化钾析出量不够,应再补充加入),放置15 min~20 min。用中速滤纸过滤,用氯化钾溶液洗涤塑料杯及沉淀3次。将滤纸连同沉淀取下,置于原塑料杯中,沿杯壁加入10 mL 30 ℃以下的氯化钾-乙醇溶液(4.23)及1 mL酚酞指示剂(4.43)溶液,用氢氧化钠标准滴定溶液中和未洗净的酸,仔细搅动滤纸并随之擦洗杯壁直至溶液呈红色。向杯中加入200 mL沸水(煮沸并用氢氧化钠溶液(4.41)中和至酚酞呈微红色),用氢氧化钠标准滴定溶液(4.41)滴定至微红色。

14.4 结果的计算与表示

二氧化硅的质量分数  $w_{\text{SiO}_2}$  按式(17)计算:

$$w_{\text{SiO}_2} = \frac{T_{\text{SiO}_2} \times V_{10} \times 5}{m_{20} \times 1\,000} \times 10 \quad \dots\dots\dots(17)$$

式中:

- $w_{\text{SiO}_2}$  ——二氧化硅的质量分数, %;
- $T_{\text{SiO}_2}$  ——每毫升氢氧化钠标准滴定溶液相当于二氧化硅的毫克数,单位为 mg/mL;
- $V_{10}$  ——滴定时消耗氢氧化钠标准滴定溶液的体积,单位为 mL;
- $m_{20}$  ——试料的质量,单位为克(g);
- 5 ——全部试样溶液与所分取试样溶液的体积比。

15 三氧化二铁的测定——邻菲罗啉分光光度法(基准法)

15.1 方法提要

在酸性溶液中,加入抗坏血酸溶液,使三价铁离子还原为二价铁离子,与邻菲罗啉生成红色配合物,于波长510 nm处测定溶液的吸光度。

15.2 分析步骤

从溶液(14.2)中吸取10.00 mL溶液放入100 mL容量瓶中,用水稀释至标线,摇匀后吸取25.00 mL溶液放入100 mL容量瓶中,加水稀释至约40 mL。加入5 mL抗坏血酸溶液(4.26),放置5 min,然后再加入5 mL邻菲罗啉溶液(4.27)、10 mL乙酸铵溶液(4.28),用水稀释至标线,摇匀。放置30 min后,用分光光度计(5.8)、10 mm比色皿,以水作参比,于波长510 nm处测定溶液的吸光度。在工作曲线(4.36.2)上查出三氧化二铁的含量( $m_{21}$ )。

15.3 结果的计算与表示:

三氧化二铁的质量分数  $w_{\text{Fe}_2\text{O}_3}$  按式(18)计算:

$$w_{\text{Fe}_2\text{O}_3} = \frac{m_{21} \times 100}{m_{20} \times 1\,000} \times 100 = \frac{m_{21} \times 10}{m_{20}} \quad \dots\dots\dots(18)$$

式中:

- $w_{\text{Fe}_2\text{O}_3}$  ——三氧化二铁的质量分数, %;
- $m_{21}$  ——100 mL测定溶液中三氧化二铁的含量,单位为毫克(mg);
- $m_{20}$  ——14.2试料的质量,单位为克(g)。



## 16 三氧化二铁的测定——EDTA 直接滴定法(代用法)

## 16.1 方法提要

在 pH1.8~2.0、温度为 60 °C~70 °C 的溶液中,以磺基水杨酸钠为指示剂,用 EDTA 标准滴定溶液滴定。

## 16.2 分析步骤

从(14.2)制备的溶液中吸取 50.00 mL 溶液放入 300 mL 烧杯中,加水稀释至约 100 mL,用氨水(1+1)和盐酸(1+1)调节溶液 pH 值在 1.8~2.0 之间(用精密 pH 试纸或酸度计检验)。将溶液加热至 70 °C,加入 10 滴磺基水杨酸钠指示剂溶液(4.47),用 EDTA 标准滴定溶液(4.40.1)缓慢地滴定至亮黄色(终点时溶液温度应不低于 60 °C,如终点前溶液温度降至近 60 °C 时,应再加热至 65 °C~70 °C)。

## 16.3 结果的计算与表示

三氧化二铁的质量分数  $w_{\text{Fe}_2\text{O}_3}$  按式(19)计算:

$$w_{\text{Fe}_2\text{O}_3} = \frac{T_{\text{Fe}_2\text{O}_3} \times V_{11} \times 10 \times 5}{m_{20} \times 1\,000} \times 100 = \frac{T_{\text{Fe}_2\text{O}_3} \times 5 \times V_{11}}{m_{20}} \dots\dots\dots (19)$$

式中:

$w_{\text{Fe}_2\text{O}_3}$  ——三氧化二铁的质量分数, %;

$T_{\text{Fe}_2\text{O}_3}$  ——EDTA 标准滴定溶液对三氧化二铁的滴定度,单位为毫克每毫升(mg/mL);

$V_{11}$  ——滴定时消耗 EDTA 标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

$m_{20}$  ——14.2 试料的质量,单位为克(g);

5 ——全部试样溶液与所分取试样溶液的体积比。

## 17 氧化镁的测定——原子吸收光谱法

## 17.1 方法提要

以氢氟酸—高氯酸分解或氢氧化钠熔融-盐酸分解试样的方法制备溶液,分取一定量的溶液,用铈盐消除硅、铝、钛等对镁的干扰,在空气-乙炔火焰中,于波长 285.2 nm 处测定溶液的吸光度。

## 17.2 分析步骤

从溶液(14.2)中吸取一定量的溶液放入容量瓶中(试样溶液的分取量及容量瓶的容积视氧化镁的含量而定),加入盐酸(1+1)及氯化铈溶液(4.30),使测定溶液中盐酸的体积分数为 6%,铈的浓度为 1 mg/mL。用水稀释至标线,摇匀。用原子吸收光谱仪(5.12),在空气-乙炔火焰中,用镁空心阴极灯,于波长 285.2 nm 处,在相同的仪器条件下测定溶液的吸光度,在工作曲线(4.38.1)上查出氧化镁的浓度( $c_3$ )。

## 17.3 结果的计算与表示

氧化镁的质量分数  $w_{\text{MgO}}$  按式(20)计算:

$$w_{\text{MgO}} = \frac{c_3 \times V_{12} \times n}{m_{20} \times 1\,000} \times 100 = \frac{c_3 \times V_{12} \times n \times 0.1}{m_{20}} \dots\dots\dots (20)$$



式中：

$w_{MgO}$ ——氧化镁的质量分数，%；

$c_3$  ——测定溶液中氧化镁的浓度，单位为毫克每毫升(mg/mL)；

$V_{12}$  ——测定溶液的体积，单位为毫升(mL)；

$m_{20}$  ——14.2 试料的质量，单位为克(g)；

$n$  ——全部试样溶液与所分取试样溶液的体积比。

18 重复性限和再现性限

本标准所列重复性限和再现性限为绝对偏差，以质量分数(%)表示。

在重复性条件下，采用本标准所列方法分析同一试样时，两次分析结果之差应在所列的重复性限(表 1)内。如超出重复性限，应在短时间内进行第三次测定，测定结果与前两次或任一次分析结果之差值符合重复性限的规定时，则取其平均值，否则，应查找原因，重新按上述规定进行分析。

在再现性条件下，采用本标准所列方法对同一试样各自进行分析时，所得分析结果的平均值之差应在所列的再现性限(表 1)内。

化学分析方法测定结果的重复性限和再现性限应符合表 1 要求。

表 1 化学分析方法测定结果的重复性限和再现性限

成 分	测定方法	含量范围/ %	重复性限/ %	再现性限/ %
含水量	灼烧差减法		0.15	0.20
烧失量	灼烧差减法		0.15	0.25
氧化镁	原子吸收光谱法		0.15	0.25
二氧化硅(基准法)	氯化铵重量法		0.25	0.30
三氧化二铁(基准法)	邻菲罗啉分光光度法		0.15	0.20
氧化钾(基准法)	火焰光度法		0.10	0.15
氧化钠(基准法)	火焰光度法		0.05	0.10
氯离子(基准法)	硫氰酸铵容量法	≤0.10%	0.003	0.005
		>0.10%	0.010	0.015
氧化钾(代用法)	原子吸收光谱法		0.05	0.10
氧化钠(代用法)	原子吸收光谱法		0.05	0.10
二氧化硅(代用法)	氟硅酸钾容量法		0.35	0.40
三氧化二铁(代用法)	EDTA 直接滴定法		0.15	0.20
氯离子(代用法)	磷酸蒸馏-汞盐滴定法	≤0.10%	0.003	0.005
		>0.10%	0.010	0.015

中华人民共和国  
国家标准  
硅灰的化学分析方法  
GB/T 27973—2011

\*

中国标准出版社出版发行  
北京市朝阳区和平里西街甲2号(100013)  
北京市西城区三里河北街16号(100045)

网址 [www.spc.net.cn](http://www.spc.net.cn)

总编室:(010)64275323 发行中心:(010)51780235  
读者服务部:(010)68523946

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷  
各地新华书店经销

\*

开本 880×1230 1/16 印张 1.5 字数 39 千字  
2012年6月第一版 2012年6月第一次印刷

\*

书号: 155066·1-45002 定价 24.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换  
版权专有 侵权必究  
举报电话:(010)68510107



GB/T 27973-2011