中华人民共和国建材行业标准

JC/T 254-1993

铸石化学分析方法

1994—01—01 实施

国家建筑材料工业局技术情报研究所 发布

筑龙网 www.sinoaec.com 《铸石化学分析方法》 资料编号：JC/T 254-1993 @

项 次

项 次 2
1 主题内容与适用范围 4
2 试样的制备 5
3 二氧化硅的测定 6
3.1 方法提要 6
3.2 试剂 6
3.3 分析步骤 7
3.4 分析结果的计算 7
4 氧化亚铁的测定 8
4.1 方法提要 8
4.2 试剂与设备 8
4.3 分析步骤 9
4.4 分析结果的计算 9
5 三氧化二铁的测定 10
5.1 方法提要 10
5.2 试剂 10
5.3 分析步骤 10
5.4 分析结果的计算 10
6 二氧化钛的测定 12
6.1 方法提要 12
6.2 试剂与仪器 12
6.3 分析步骤 12
6.4 分析结果的计算 13
7 三氧化二铬的测定 14
7.1 方法提要 14
7.2 试剂 14
7.3 分析步骤 15
7.4 分析结果的计算 15
8 三氧化二铝的测定 16
8.1 方法提要 16

筑龙网 www.sinoaec.com 《铸石化学分析方法》 资料编号：JC/T 254-1993 @

8.2 试剂 16
8.3 分析步骤 17
8.4 分析结果的计算 17
9 氧化钙的测定 19
9.1 方法提要 19
9.2 试剂 19
9.3 分析步骤 19
9.4 分析结果的计算 19
10 氧化镁的测定 21
10.1 方法提要 21
10.2 试剂 21
10.3 分析步骤 21
10.4 分析结果的计算 21
11 氧化钠和氧化钾的测定 23
11.1 火焰光度计法 23
11.2 容量法 24
12 分析误差 28
附加说明： 29

筑龙网 www.sinoaec.com 《铸石化学分析方法》 资料编号：JC/T 254-1993 @

1 主题内容与适用范围

本标准规定了铸石制品的化学分析所用试剂、试样、分析步骤以及试验结果的计算方法。

本标准适用于辉绿岩、玄武岩、页岩等铸石制品。

筑龙网 www.sinoaec.com 《铸石化学分析方法》 资料编号：JC/T 254-1993 @

2 试样的制备

将铸石样品粉碎，通过孔径为 0.090㎜ 筛，用磁铁吸除铁屑，装入磨口瓶中。分析前，应在 105- 110℃下烘干 1h。

筑龙网 www.sinoaec.com 《铸石化学分析方法》 资料编号：JC/T 254-1993 @

3 二氧化硅的测定

3.1 方法提要

采用氟硅酸盐容量法。试料用氢氧化钾熔融分解，在强酸性溶液中与适量的钾离子、氟离子作用。定量地生成氟硅酸钾沉淀，将沉淀过滤、洗涤，在热水中水解，生成氢氟酸。用氢氧化钠标准溶液滴定氢氟酸，间接求得试料中二氧化硅含量。

3.2 试剂

a.氢氧化钾；

b.氯化钾；

c.硝酸，密度 1.42g/cm3；

d.盐酸溶液，稀释 1+1；

c.氯化钾溶液，0.05g/mL；

f.氯化钾乙醇溶液，0.05g／mL：称取 5g 氯化钾，溶于 50mL 水中，加 50mL 乙醇，摇匀；

g.氟化钾溶液，0.15g/mL：将 150g 氟化钾（KF·2H2O）置于塑料杯中，加 775mL 水和 225mL 硝酸，加氯化钾至饱和。放置 30min。用预先涂蜡的漏斗过滤到塑料瓶中；

h.氢氧化钠标准溶液，0.15mol／L：称取 30g 氢氧化钠置于 5L 塑料瓶中，加约 200mL 水溶解，并用水稀释至刻度，摇匀。

标定方法：称取约 0.5g 苯二甲酸氢钾（KHC8H4O4，优级纯或基准试剂），精确至 0.0002g，置于 300mL 烧杯中。加入 150mL 经煮沸、冷却、中和过的水，使其溶解。加 15 滴酚酞指示剂，用氢氧化钠标准溶液滴定至微红色不消失为止。

氢氧化钠标准溶液的实际浓度按式（1）计算：

$$c = \frac{m}{0.2040V} \quad \cdots\cdots(1)$$

式中：c——氢氧化钠标准溶液的实际浓度，mol／L；

m——苯二甲酸氢钾的质量，g；

V——氢氧化钠标准溶液的体积，mL；

0.2040——与 1.00mL 氢氧化钠标准溶液[c（NaOH）＝1.000mol／L]相当的苯二

筑龙网 www.sinoaec.com 《铸石化学分析方法》 资料编号：JC/T 254-1993 @

甲酸氢钾的质量，g。

i.酚酞乙醇溶液，0.01g／mL：将 1g 酚酞溶于 100mL 乙醇中。

3.3 分析步骤

称取约 0.1g 试料，精确至 0.0002g。将试料置于镍坩埚中，加 1.5－2g 氢氧化钾，盖上坩埚盖，稍留缝隙，于电炉上熔融 25－30min。再移至喷灯上熔融至暗红色，

保持 l－2min。旋转坩埚使熔融物均匀地附着在坩埚内壁，冷却。用热水浸取熔融物于 300mL 塑料烧杯中，盖上表皿。一次加入 15mL 硝酸，搅动使熔块溶解。用少量盐酸洗涤坩埚，洗液合并于塑料烧杯中，控制试液体积在 60mL 左右。冷却至室温，加入 2－3g 氯化钾至溶液过饱和（杯底留有氯化钾），加 10mL 氟化钾溶液，用塑料棒搅拌，静置数分钟，用涂蜡（或塑料）漏斗以快速定性滤纸过滤，用氯化钾溶液洗涤塑料杯及沉淀 2～3 次，再洗涤滤纸 1～2 次。将滤纸和沉淀放回原塑料烧杯中，加入 10mL 氯化钾乙醇溶液和 5 滴酚酞乙醇溶液，滴加氢氧化钠标准溶液中和残余酸，边滴边搅拌；并擦洗杯壁，直至微红色不消失为止。加入约 200mL 中和过的沸水和 15 滴酚酞乙醇溶液。用氢氧化钠标准溶液滴定至微红色不消失为止。

3.4 分析结果的计算

二氧化硅的百分含量 X1（%）按式（2）计算：

$$X1=\frac{V\cdot c\times 0.01502\times 100}{m} \qquad \cdots\cdots(2)$$

式中：V——氢氧化钠标准溶液的体积，mL；

c——同式（1）；

m——试料的质量，g；

0.01502——与 1.00mL 氢氧化钠标准溶液[c(NaOH)＝1.000mol／L]相当的二氧化硅的质量，g。

筑龙网 www.sinoaec.com 《锆石化学分析方法》 资料编号：JC/T 254-1993 @

4 氧化亚铁的测定

4.1 方法提要

采用高锰酸钾滴定法。试料用磷酸分解后，用高锰酸钾标准溶液滴定 Fe[2+]，其反应如下：

MnO4[-]＋5Fe[2+]＋8H[+]＝Mn[2+]＋5Fe[3+]＋4H2O

从而求得氧化亚铁含量。

4.2 试剂与设备

a.磷酸，密度 1.70g/cm3；

b.碳酸氢钠，饱和溶液；

c.高锰酸钾标准溶液，0.03mol／L：称取约 5g 高锰酸钾溶于少量水中，加热煮沸，冷却，用玻璃棉过滤（或取上层清液），用水稀释至 5L，摇匀。贮存于棕色瓶内。

标定方法：称取 0.0300g 草酸钠（优级纯或基准试剂）三份，精确至 0.0002g，分别置于 300mL 烧杯中。加入 100mL 水和 10mL 硫酸溶液（稀释 1＋1），加热至 70－80℃，用高锰酸钾标准溶液滴定至微红色不消失为止。

高锰酸钾标准溶液的实际浓度按式（3）计算：

$$c = \frac{m}{0.0670V} \quad \cdots\cdots(3)$$

式中：c——高锰酸钾标准溶液的实际浓度，mol／L；

m——草酸钠的质量，g；

V——高锰酸钾标准溶液的体积，mL；

0.0670——与 1.00mL 高锰酸钾标准溶液[c（KMnO4）＝1.000mol／L]相当的草酸钠的质量，g。

d.N-苯基邻氨基苯甲酸溶液，0.005g／mL：称取 0.5gN-苯基邻氨基甲酸，加 0.5g 碳酸钠，用 100mL 水使其溶解；

e.封闭漏斗：见图 1（图略），亦可用图 2（图略）装置代替。

筑龙网 www.sinoaec.com 《铸石化学分析方法》 资料编号：JC/T 254-1993 @

4.3 分析步骤

称取约 0.2g 试料，精确至 0.0002g。将试料置于 250 或 300mL 锥形瓶中，加 25mL 磷酸，用封闭漏斗塞紧。向漏斗内倒入碳酸氢钠溶液至浸没虹吸管口约 2mm，于电炉上迅速加热至沸腾，降低电炉温度保持微沸状态至试样全部熔解（加热时，不应使大量磷酸浓度烟冒出），停止加热，于干燥地方冷却，同时漏斗内碳酸氢钠溶液应不断补充，再于水龙头下迅速冷却至室温。打开塞子，用水吹洗瓶塞及锥形瓶内壁。加入 2～3 滴 N－苯基邻氨基苯甲酸溶液，用高锰酸钾标准溶液滴定至微红色。该溶液为溶液 A，保留溶液 A 用于三氧化二铁的测定。

4.4 分析结果的计算

氧化亚铁的百分含量 X2（%）按式（4）计算：

$$X2=\frac{V\cdot c\times 0.07184\times 100}{m} \qquad \cdots\cdots(4)$$

式中：V——高锰酸钾标准溶液的体积，mL；

c——同式（3）；

m——试料的质量，g；

0.07184——与 1.00mL 高锰酸钾标准溶液[c(KMnO4)＝1.000mol／L]相当的氧化亚铁的质量，g。

筑龙网 www.sinoaec.com 《铸石化学分析方法》 资料编号：JC/T 254-1993 @

5 三氧化二铁的测定

5.1 方法提要

采用重铬酸钾法还原滴定总铁，减去氧化亚铁的含量得三氧化二铁含量。

5.2 试剂

a.盐酸，密度 1.19g/cm3；

b.硫酸溶液，稀释 1＋1；

c.氯化亚锡溶液，0.lg／mL：称取 5g 氯化亚锡，加 5mL 盐酸。加热使其溶解，用水稀释到 50mL。用时现配；

d.氯化汞溶液 0.1g／mL：称取 10g 氯化汞，加 10mL 盐酸和 90mL 水，搅动使其溶解；

e.重铬酸钾标准溶液，0.03mol／L：称取 1.4712g 重铬酸钾（优级纯或基准试剂），精确至 0.0002g，用少量水使之溶解，移人 1L 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀；

f.二苯胺磺酸钠溶液，0.005g/mL。

5.3 分析步骤

使用由测定氧化亚铁得到的溶液 A，加入 30mL 盐酸，加热至沸，稍冷，滴加氯化亚锡溶液至无色，过量 4～5 滴，迅速冷却。加 10mL 氯化汞溶液，摇动至沉淀出现。放置 5min，用水稀释至 100mL 左右，加 10mL 硫酸溶液和 2～3 滴二苯胺磺酸钠溶液，用重铬酸钾标准溶液滴定至蓝紫色不消失为止。

5.4 分析结果的计算

三氧化二铁的百分含量 X3（%）按式（5）计算：

$$X3=\frac{V\times 0.03\times 0.07984\times 100}{m}-1.1114X2 \quad \cdots\cdots\cdots\cdots\cdots\cdots (5)$$

式中：V——重铬酸钾标准溶液的体积，mL；

m——同式（4）；

0.03——重铬酸钾标准溶液的实际浓度，mol/L；

筑龙网 www.sinoaec.com 《铸石化学分析方法》 资料编号：JC/T 254-1993 @

0.07984——与 1.00mL 重铬酸钾标准溶液[c(1/6K2Cr207)＝1.000mol／L]相当的三氧化二铁的质量，g；

1.1114——氧化亚铁对三氧化二铁的换算系数；

X2——氧化亚铁的百分含量，%。

筑龙网 www.sinoaec.com 《铸石化学分析方法》 资料编号：JC/T 254-1993 @

6 二氧化钛的测定

6.1 方法提要

采用比色法。试料用硫酸、氢氟酸和焦硫酸钾分解，制成试液。于分光光度计上测其吸光度值，通过比色标准曲线求得二氧化钛含量。

6.2 试剂与仪器

a.焦硫酸钾；

b.磷酸，密度 1.70g／cm3；

c.氢氟酸，密度 0.99g/cm3；

d.过氧化氢，密度 1.44g／cm3；

e.硫酸溶液，稀释 1＋1；

f.硫酸溶液，5%（V／V）；

g.硝酸溶液，稀释 1+1；

h.二氧化钛标准溶液，0.1mg／mL：称取 0.1000g 二氧化钛（优级纯或基准试剂），精确至 0.0002g，置于铂坩埚中，加 3～4g 焦硫酸钾，先在电炉上熔融，再移至喷灯上熔至透明状态。冷却，用 20mL 硫酸溶液（1+1)浸取熔块于预先盛有 80mL 硫酸溶液（1＋1）的烧杯内，加热溶解，冷却。移入 1L 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀；

i.分光光度计或类似性能仪器。

6.3 分析步骤

6.3.1 测定

称取约 0.4g 试样，精确至 0.0002g。将试料置于铂坩埚中，用水润湿，加 4- 5 滴硫酸溶液（e）和 6－8mL 氢氟酸，于低温电炉上蒸发至干，再升高温度将三氧化硫赶尽。加 6～7g 焦硫酸钾，先在电炉上加热熔融，再移至 700－800℃喷灯上小心熔至透明状态。冷却，用热水浸取熔块于 300mL 烧杯中。加热溶解。加 2mL 硝酸溶液，加热煮沸 10min。冷却，移入 250mL 容量瓶中。用水稀释至刻度，摇匀。此为溶液 B，供二氧化钛、三氧化二铬、三氧化二铝、氧化钙和氧化镁测定之用。吸取 25.0mL 溶液 B 置于 100mL 容量瓶中，加 1mL 磷酸和 5 滴过氧化氢，用硫酸溶液（f）稀释至刻度，摇匀。于分光光度计上，以水作参比，用 10mm 比色皿，在波长 440nm 处测定

筑龙网 www.sinoaec.com 《铸石化学分析方法》 资料编号：JC/T 254-1993 @

溶液的吸光度。

6.3.2 二氧化钛比色标准曲线的绘制

吸取 1.0，5.0，10.0，15.0，20.0，25.0mL 二氧化钛标准溶液（分别相当于 0.1，0.5，1.0，1.5，2.0，2.5mg 二氧化钛），分别放入一组 100mL 容量瓶中，以下按 6.3.1 第二段所述步骤进行。按测得的吸光度与比色溶液浓度的关系绘制标准曲线。

6.4 分析结果的计算

二氧化钛的百分含量 X4（%）按式（6）计算：

$$X4=\frac{c\times 10\times 100}{m\times 1000} \quad \cdots\cdots (6)$$

式中：c——在标准曲线上查得每 100mL 被测溶液中二氧化钛的含量，mg；

m——试料的质量，g；

10——全部溶液 B 与所分取溶液的体积比。

筑龙网 www.sinoaec.com 《铸石化学分析方法》 资料编号：JC/T 254-1993 @

7 三氧化二铬的测定

7.1 方法提要

采用氧化还原滴定法。用过硫酸氨将铬氧化，如试样中含锰，则用亚硝酸钠溶液还原锰，再以硫酸亚铁氨标准溶液还原滴定得到铬含量。

7.2 试剂

a.过硫酸氨；

b.尿素；

c.硫酸溶液，稀释 1＋1；

d.硝酸溶液，0.0lg／mL：将 0.5g 硝酸银溶于少量水中，加 3～4 滴硝酸。用水稀释至 50ml，贮于棕色滴瓶中；

e.亚硝酸钠溶液，0.001g/mL。

f.高锰酸钾标准溶液，0.01mol／L：配制和标定参见 4.2 条中 c 款，高锰酸钾称取量为约 2g；

g.硫酸亚铁氨标准溶液，0.01mol／L：称取约 4g 硫酸亚铁镓[FeSO4·（NH4）2SO4·6H2O]，精确至 0.0002g，置于 300mL 烧杯中，加 100mL 水，滴加 50mL 硫酸（密度 1.84g／cm3）；冷却，移入 lL 容量瓶内，用水稀释至到度，摇匀。

标定方法：吸取 25.0mL 硫酸亚铁氨标准溶液置于 300mL 烧杯中，加 10mL 硫酸溶液（1＋1），用水稀释至 120mL 左右，加 2～3 滴 N-苯基邻氨基苯甲酸溶液（0.005g／mL），用高锰酸钾标准溶液滴定至红色不消失为止。

硫酸亚铁氨标准溶液的实际浓度按式（7）计算：

$$c = \frac{c1 \cdot V1}{V} \qquad \cdots\cdots (7)$$

式中：c——硫酸亚铁氨标准溶液的实际浓度，mol／L；

c1——高锰酸钾标准溶液的实际浓度，mol／L；

V1——高锰酸钾标准溶液的体积，mL；

V——准确吸取硫酸亚铁氨标准溶液的体积，mL。

h.N-苯基邻氨基苯甲酸溶液，0.005 g／mL。

筑龙网 www.sinoaec.com 《镁石化学分析方法》 资料编号：JC/T 254-1993 @

7.3 分析步骤

吸取 50.0mL 溶液 B 置于 300mL 烧杯内，加 10mL 硫酸溶液、2～3 滴硝酸银溶液和 1－2g 过硫酸氨，加热煮沸至出现红色或黄色，再煮沸 5min。冷却，出现红色时，加 1g 尿素，滴加亚硝酸钠溶液至红色消失，过量 1 滴，放置 5min。加 2－3 滴 N－苯基邻氨基苯甲酸溶液，用硫酸亚铁氨标准溶液滴定至溶液由紫红色变为亮绿色。

注：可用测定氧化亚铁后的溶液 A 或直接称样测定三氧化二铬。

7.4 分析结果的计算

三氧化二铬的百分含量 X5（%）按式（8）计算：

$$X5=\frac{V\cdot c\times 0.02533\times 5\times 100}{m} \qquad \cdots\cdots(8)$$

式中：V——硫酸亚铁氨标准溶液的体积，mL；

c——同式(7)；

m——同式（6）；

0.02533——与 1.00mL 硫酸亚铁氨标准溶液[c＝1.000mol／L]相当的三氧化二铬的质量，g；

5——全部溶液 B 与所分取溶液的体积比。

筑龙网 www.sinoaec.com 《铸石化学分析方法》 资料编号：JC/T 254-1993 @

8 三氧化二铝的测定

8.1 方法提要

采用 EDTA 络合滴定法。在试验溶液中加入过量的乙二胺四乙酸二钠盐（以下简称 EDTA）标准溶液，使之与铝、铁、钛、铬充分络合，用乙酸锌回滴剩余的 EDTA，得到铝、铁、钛、铬的合量，减去钛、铬、铁含量，即得铝含量。

8.2 试剂

a.六次甲基四胺；

b.氢氧化氨溶液，稀释 1＋1；

c.盐酸溶液，稀释 1＋1；

d.氧化钙标准溶液，1g／L：称取 1.7848g 碳酸钙（优级纯或基准试剂，在 105－110℃下烘干 1～2h），精确至 0.0002g；置于 300mL 烧杯中，加 100mL 水，滴加盐酸溶液（1＋1）使其溶解，加热煮沸片刻，冷却，移入 lL 容量瓶内，用水稀释至刻度，摇匀；

e.EDTA 标准溶液,0.015mol／L :称取 5.5839gEDTA(基准试剂),精确至 0.0002g，溶于少量水中，移入 1L 容量瓶内，用水稀释至刻度，摇匀。如无基准试剂可用下述方法标定。

标定方法：吸取三份 10.0ml。氧化钙标准溶液，分别置于 300mL 烧杯中，用水稀释至 120mL 左右，滴加氢氧化钠溶液（0.2g/mL）至 pH 值为 12，过量 2mL，加少许钙指示剂，用 EDTA 标准溶液滴定至溶液由红色变为纯蓝色。

EDTA 标准溶液的实际浓度按式（9）计算：

$$c = \frac{m}{0.05608V} \quad \cdots\cdots(9)$$

式中：c——EDTA 标准溶液的实际浓度，mol／L；

m——氧化钙的质量，g；

V——EDTA 标准溶液的体积，mL；

0.05608——与 1.00mLEDTA 标准溶液[c（EDTA）=1.000mol/L]相当的氧化钙的质量，g。

筑龙网 www.sinoaec.com 《铸石化学分析方法》 资料编号：JC/T 254-1993 @

f.乙酸锌标准溶液，0.015mol／L：称取约 2.4g 乙酸锌，精确至 0.0002g，溶于少量水中。滴加乙酸至 pH 值为 6，用水稀释至 1L，摇匀。

EDTA 标准溶液与乙酸锌标准溶液体积比的测定：移取三份 10.0mL，EDTA 标准溶液，分别置于 300mL 烧杯中，用水稀释至 120mL 左右，加 1g 六次甲基四胺（此时溶液 pH 值应为 5.5- 6.0）和 3～4 滴二甲酚橙溶液，用乙酸锌标准溶液滴定至溶液由黄色变为红色。

EDTA 标准溶液与乙酸锌标准溶液的体积比按式（10）计算：

$$K=\frac{V1}{V2} \quad \cdots\cdots(10)$$

式中：K——每毫升乙酸锌标准溶液相当于 EDTA 标准溶液的毫升数；

V1——移取 EDTA 标准溶液的体积，mL；

V2——乙酸锌标准熔液的体积，mL；

g.二甲酚橙溶液，0.005g／mL。

8.3 分析步骤

吸取 25.0mL 溶液 B 置于 300mL 烧杯内，用于稀释至 50mL，加入 20.0mLEDTA 标准溶液（视铁、铝、钛、铬含量而定)，加热至 60－70℃，加 1 滴二甲酚橙熔液，滴加氢氧化氨溶液至溶液变为红色，再滴加盐酸溶液变为黄色，加热煮沸 5－7min。冷却，用水稀释至 150mL 左右，加 1g 六次甲基四胺（此时溶液 pH 值为 5.5－6.0），如出现红色，滴加盐酸溶液至黄色。加 2～3 滴二甲酚橙溶液，用乙酸锌标准溶液滴定至红色。

8.4 分析结果的计算

三氧化二铝的百分含量 X6(%)按式（11）计算：

$$X6=\left[\frac{(V3-KV4)\times c\times 0.05098\times 10\times 100}{m}\right]-(0\cdot 7095X2+0.6384X3+0.6380X4+0.6708X5) \quad \cdots\cdots(11)$$

式中：V3——加入 EDTA 标准溶液的体积，mL；

V4——乙酸锌标准溶液的体积，mL；

筑龙网 www.sinoaec.com 《镁石化学分析方法》 资料编号：JC/T 254-1993 @

K——每毫升乙酸锌标准溶液相当于 EDTA 标准溶液的毫升数；

c——同式（9）；

m——同式（6）；

10——全部溶液 B 与所分取溶液的体积比；

0.05098——与 1.00mLEDTA 标准溶液〔c（EDTA）=1.000mol／L〕相当的三氧化二铝的质量，g；

0.7095—— 氧化亚铁对三氧化二铝的换算系数；

X2——氧化亚铁的百分含量，%；

0.6384——三氧化二铁对三氧化二铝的换算系数；

X3——三氧化二铁的百分含量，%；

0.6380——二氧化钛对三氧分二铝的换算系数；

X4——二氧化钛的百分含量，%；

0.6708——三氧化二铬对三氧化二铝的换算系数；

X5——三氧化二铬的百分含量，%。

筑龙网 www.sinoaec.com 《铸石化学分析方法》 资料编号：JC/T 254-1993 @

9 氧化钙的测定

9.1 方法提要

采用 EDTA 络合滴定法。用六次甲基四胺沉淀分离铁、铝、铬、钛，以钙指示剂作指示剂，用 EDTA 络合滴定钙。

9.2 试剂

a.六次甲基四胺；

b.氢氧化胺溶液，稀释 1＋1；

c.盐酸溶液，稀释 1＋1；

d.三乙醇胺溶液，稀释 1＋1；

e.氢氧化钠溶液，0.2g／mL；

f.EDTA 标准溶液，同 8.2 条中 e 款；

g.钙指示剂：将钙指示剂［2－羟基－1－（2－羟基－4－磺酸－1－萘基偶氮）－3－萘甲酸]与烘干过的氯化钠按 1：50 比例研细混匀，贮于棕色瓶中。

9.3 分析步骤

吸取 25.0mL 溶液 B 置于 300mL 烧杯中，用水稀释至 100mL 左右，滴加氢氧化氨溶液至出现沉淀,再滴加盐酸溶液至沉淀刚消失,加 1g 六次甲基四胺。加热煮沸 5min。待沉淀沉降后，趁热用中速滤纸过滤，用热水洗涤沉淀 8－10 次，弃去沉淀。将滤液及洗液收集于 300mL 烧杯中，加 2mL 三乙醇胺溶液，滴加氢氧化钠溶液至 pH 值为 12，过量 2mL，加少许钙指示剂，用 EDTA 标准溶液滴定至溶液由紫红色变为纯蓝色。

9.4 分析结果的计算

氧化钙的百分含量 X7（%）按式（12）计算：

$$X7=\frac{V1\cdot\times 0.05608\times 10\times 10}{m} \quad \cdots\cdots\cdots\cdots\cdots\cdots\cdots\cdots\cdots\cdots(12)$$

式中：V1——DTA 标准溶液的体积，ml；

c——同式（8）；

m——同式（6）；

筑龙网 www.sinoaec.com 《铸石化学分析方法》 资料编号：JC/T 254-1993 @

10——全部溶液 B 与所分取溶液的体积比；同

0.05608——与 1.00mL EDTA 标准溶液〔c（EOTA）＝l.000mol／L〕相当的氧化钙的质量，g。

筑龙网 www.sinoaec.com 《铸石化学分析方法》 资料编号：JC/T 254-1993 @

10 氧化镁的测定

10.1 方法提要

采用 EDTA 络合滴定法。用六次甲基四胺沉淀分离铁、铝、铬、钛，以铬黑 T 作指示剂络合滴定钙、镁合量，减去钙含量，得镁含量。

10.2 试剂

a.六次甲基四胺；

b.氢氧化镱溶液，稀释 l＋l；

c.盐酸溶液，稀释 1＋l；

d.三乙酵胺溶液，稀释 1＋1；

e.氢氧化氨－氯化氨缓冲溶液(pH 值为 10)：将 67.5g 氯化氨溶于水中，加 570mL 氢氧化氨（密度 0.90g／cm3），用水稀释至 IL；

r.EDTA 标准溶液：同 8.2 条中 e 款；

g.铬黑 T 指示剂：将铬黑 T 与烘干的氯化钠按 1·l00 比例研细混匀，贮于棕色瓶中。

10.3 分析步骤

吸取 25.0mL 溶液 B，按 9.3 条加三乙醇胺溶液前的步骤操作。加 2ml。三乙醇胺后，滴加氢氧化氨溶液至 pH 值为 10，加 10mL 氢氧化氨－氯化氨缓冲溶液和少许铬黑 T 指示剂。用 EDTA 标准溶液滴定至溶液由紫红色变为纯蓝色。

10.4 分析结果的计算

氧化镁的百分含量 X8（%）按式（13）计算：

$$X7=\frac{(V2-V1)\times c\times 0.04302\times 10\times 10}{m} \quad \cdots\cdots (12)$$

式中：V2——滴定时消耗 EDTA 标准溶液的体积，mL；

V1——同式（12）；

c——同式（9）；

m——同式（6）；

筑龙网 www.sinoaec.com 《铸石化学分析方法》 资料编号：JC/T 254-1993 @

10——全部溶液 B 与所分取溶液的体积比；

0.04302——与 l.00mL EDTA 标准溶液〔c（EDTA）－1.000mol／L〕相当氧化镁的质量，g。

筑龙网 www.sinoaec.com 《铸石化学分析方法》 资料编号：JC/T 254-1993 @

11 氧化钠和氧化钾的测定

11.1 火焰光度计法

11.1.1 方法提要

试料用硫酸、氢氟酸分解，制成溶液，于火焰光度计上测得光谱线强度，通过氧化钠、氧化钾标准曲线求得氧化钠和氧化钾的含量。此法可作为仲裁方法。

11.1.2 试剂与仪器

a.氢氟酸，密度 0.99g／cm3；

b.硫酸溶液，稀释 1＋1；

c.氢氧化氨溶液，稀释 1＋1；

d.碳酸氨溶液，0.lg／mL：用时现配；

e.氧化钠、氧化钾混合标准溶液，每毫升含氧化钠及氧化钾各 1mg：称取 1.8859g 氯化钠和 1.5830g 氯化钾（优级纯，在 130－150℃下烘干 2h），精确至 0.00002g，置于 100ml，烧杯中，加水溶解，移入 1L 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀；

f.甲基红乙醇溶液，0.001g/ml；

g.火焰光度计或类似性能的仪器。

11.1.3 分析步骤

11.1.3.1 测定

称取约 0.1g 试料。精确至 0.0002g。将试料置于铂坩埚中，用水润湿，加 8－10 滴硫酸溶液和 8～10mL 氢氟酸，于低温电炉上蒸发至干，升高温度至三氧化硫白烟冒尽。冷却，用热水浸出残渣于 100mL 烧杯中，用水稀释到 40- 50mL，于沸水浴上加热 20min 以浸取残渣。加 1 滴甲基红乙醇溶液，滴加氢氧化氨溶液至溶液变为黄色，加 10mL 碳酸氨溶液，加热 5min。用快速滤纸过滤入 100ml 容量瓶中，用热水洗涤沉淀数次，弃去沉淀。冷却，用水稀释至刻度，摇匀。于火焰光度计上，按仪器使用规程进行测定，读取检流计读数。

11.1.3.2 氧化钠、氧化钾标准曲线的绘制

取 l.0，2.0，3.0，4.0，5.0，6.0mL 氧化钠、氧化钾混合标准溶液（分别相当于氧化钠和氧化钾各 1.0，2.0，3.0，4.0，5.0，6.0mg），分别放于一组 100ml，容量瓶中，用水烯释至刻度，摇匀，分别于火焰光度计上测定，根据测得检流计读

筑龙网 www.sinoaec.com 《锆石化学分析方法》 资料编号：JC/T 254-1993 @

数与溶液浓度的关系分别绘制氧化钠与氧化钾的标准曲线。

11.1.4 分析结果的计算

氧化钠及氧化钾的百分含量 X9（%）、X10（%）分别按式（14）、（15）计算：

$$X9=\frac{C1\times 100}{m\times 100} \quad \cdots\cdots(14)$$

$$X10=\frac{C2\times 100}{m\times 100} \quad \cdots\cdots(15)$$

式中：C1——在标准曲线上查得每 100mL 被测溶液中氧化钠的含量，mg；

C2——在标准曲线上查得每 100mL 被测溶液中氧化钾的含量，mg；

m——试料的质量，g。

11.2 容量法

11.2.1 方法提要

采用石灰提取法，用盐酸标准溶液滴定，测得钾、钠合量。再用 EDTA 络合滴定法，间接测定钾含量，以减差法求得钠含量。

11.2.2 试剂与材料

a.氧化钙；

b.氢氟酸，密度 0.99g／cm3；

c.盐酸溶液，稀释 l＋l；

d.硫酸溶液，稀释 1＋1；

e.硝酸溶液，稀释 l＋l；

f.氢氧化氨溶液，稀释 1＋1；

g.钴亚硝酸钠溶液：称取 7.5g 硝酸钴〔Co（NO3）2·6Hz0）溶于少量水中，加 60g 亚硝酸钠和 15mL 乙酸，用水稀释到 250mL。用时现配；

h.乙酸－乙酸钠缓冲溶液：将 32g 乙酸钠溶于水中，加 50mL 乙酸。用水稀释至 1L；

i.盐酸标准溶液，0.lmol／L：取 9mL 盐酸置于 1L 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

标定方法：称取 0.1000g 无水碳酸钠（优级纯，于 130°C烘干），精确至 0.0002g，

筑龙网 www.sinoaec.com 《锆石化学分析方法》 资料编号：JC/T 254-1993 @

置于 150ml 烧杯中，加 50mL 水溶解，加 2～3 滴甲基橙溶液，用盐酸标准溶液滴定至溶液由黄色变为橙色。

盐酸标准溶液的实际浓度按式（16）计算：

$$c1=\frac{m}{0.053\times V} \quad \cdots\cdots (16)$$

式中：c1 一一盐酸标准溶液的实际浓度，mol／L；

m 一一碳酸钠的质量，g；

V 一一盐酸标准溶液的体积，mL；

0.05300 一一与 1.00mL 盐酸标准溶液〔c（HCl）＝1.000mol／L〕相当的碳酸钠的质量，g；

j.EDTA 标准溶液：同 8.2 条中 e 款；

k.硫酸铜标准溶液，0.015mol／L：将 3.8g 硫酸铜（CuSO4 · 5H2O）溶于水中，加 4～5 滴硫酸溶液，用水稀释至 1L，摇匀。

EUTA 标准溶液与硫酸铜标准溶液体积比的测定 :移取三份 10.0mLEDTA 标准溶液，分别置于 300ml。烧杯中，用水稀释至 120mL 左右，加 1 滴对硝基苯酚乙醇溶液，滴加氢氧化氨溶液至溶液变为黄色，再滴加硫酸溶液至黄色消失，加 10mL 乙酸，乙酸钠缓冲溶液，加热至沸，稍冷，加 3～4 滴 PAN 乙醇溶液（0.003g/mL）用硫酸铜标准溶液滴定至紫红色不消失为止。

按式（17）计算：

$$K=\frac{V1}{V2} \quad \cdots\cdots (17)$$

式中：K 一一每毫升疏酸铜标准溶液相当于 EDTA 标准溶液的毫升数；

V1——移取 EDTA 标准溶液的体积，mL；

V2——硫酸铜标准溶液的体积，mL；

1.酚酞乙醇溶液，0.01g/mL；

m.甲基橙溶液，0.001g／mL；

n.对硝基苯酚乙酵溶液，0.005g／mL；

o．PAN 乙醇溶液，0.003g／mL；

筑龙网 www.sinoaec.com 《铸石化学分析方法》 资料编号：JC/T 254-1993 @

P.大理石；

q.二氢化碳发生装置：见图 3，大理石与盐酸溶液在其中产生二氧化碳。

11.2.3 分析步骤

称取约 0.5g 试料，精确至 0.0002g。将试料置于铂坩埚中，用水润湿，加 10mL 氢氟酸，于低温电炉上蒸发至于。冷却，用热水浸取残渣于 100mL。烧杯中，将残渣用玻璃棒压碎，用水稀释至 40mL 左右，置于沸水浴上加热。加 8- 10 滴酚酞乙酵溶液。逐渐加入氧化钙至红色不消失，过量 2g，于沸水浴上提取残渣 1h，其间不断搅拌。用快速滤纸过滤。滤液接于 150mL 烧杯中，用热水洗涤沉淀 15 次。将由二氧化碳发生装置产生的二氧化碳通入滤液直至红色消失，再通 5min，于电炉上蒸发至 20-0ml，冷却，用慢速滤纸过滤，以水洗涤沉淀 10- 12 次，弃去沉淀。用盐酸标准溶液滴定至红色消失后，加 1～2 滴甲基橙溶液，继续滴定至橙红色，记下总读数，此为溶液 C。保存溶液 C 用于氧化钾的测定。

将滴定钠钾合量后的溶液 C 蒸发到 10mL 左右。冷却，加 1 滴硝酸溶液和 5min 钴亚硝酸钠溶液，搅拌 3min，此时出现沉淀，放置 30min。用慢速滤纸过滤，以水（200mL 水加 1 滴硝酸）洗至滤液变无色，将沉淀和滤纸置于原烧杯中，加 5mL 盐酸溶液，用水稀释至 30- 40mL，在不断搅拌下于电炉上加热至沸，保持 5min 以赶走氮的氧化物。用快速滤纸过滤入 300mL 烧杯中，用热水洗涤至 100mL 左右，加入 10.0mL EDTA 标准溶液,加热至 60- 70℃，加入 1 滴对硝基笨酚乙醇溶液，以下按 11.2.2 条中测定 EDTA 标准溶液与硫酸铜标准溶液的体积比的测定步骤进行。

11.2.4 结果计算

氧化钠及氮化钾的百分含量 X9(%)，X10(%)分别按式（18）、（19）计算：

$$X9=\frac{V\times c1\times 0.03099\times 100}{m}-0.6582X10 \quad \cdots\cdots\cdots\cdots\cdots\cdots \quad (18)$$

$$X10=\frac{(V-KV2)c\times 0.09420\times 100}{m} \quad \cdots\cdots\cdots\cdots\cdots\cdots\cdots\cdots \quad (19)$$

式中：V——盐酸标准溶液的体积，ml；

c——同（16）式；

m——试料的质量，g；

筑龙网 www.sinoaec.com 《锆石化学分析方法》 资料编号：JC/T 254-1993 @

V1——EDTA 标准溶液的体积，mL；

V2——硫酸铜标准溶液的体积，mL；

K——同（17）式；

c——同（9）式；

0.03099——与 1.00mL 盐酸标准溶液〔c（HCl）＝1.000mol／L〕相当的氧化钠的质量，g；

0.09420——与 l.00mLEDTA 标准溶液〔c（EDTA）＝l.000mol／L〕相当的氧化钾的质量，g；

0.6582——氧化钾对氧化钠的换算系数。

筑龙网 www.sinoaec.com 《铸石化学分析方法》 资料编号：JC/T 254-1993 @

12 分析误差

12.1 分析结果均应表示至二位小数。

12.2 分析结果的允许差列于表 1。

表 1 %

测定项目	A	B
允许差	同一实验室	不同实验室
SiO2(X1)	0.20	0.25
FeO(X2)	0.20	0.30
Fe2O3(X3)	0.25	0.35
TiO2(X4)	0.15	0.20
Cr2O3(X5)	0.10	0.15
Al2O3(X6)	0.20	0.25
CaO(X7)	0.20	0.25
MgO(X8)	0.20	0.25
Na2O(X9)	0.15	0.20
K2O(X10)	0.15	0.20

12.3 测定同一试样时，同一实验室的同一分析人员须重复进行两次测定，两次分析结果之差应符合表 1A 项规定；同一实验室的两个分析人员所得分析结果之差应符合表 1A 项规定。

12.4 测定同一试样时，不同实验室所得分析结果之差应符合 B 项规定。

12.5 测定铸石制品中十种成分的含量总和在 99.5%－100.5%范围内，则结果有效。

筑龙网 www.sinoaec.com 《铸石化学分析方法》 资料编号：JC/T 254-1993 @

附加说明：

本标准由中国建筑材料科学研究院提出并技术归口。

本标准由中国建筑材料科学研究院玻璃研究所负责起草。

本标准主要起草人汪笑松、刘忠伟。

筑龙网 www.sinoaec.com 《铸石化学分析方法》 资料编号：JC/T 254-1993 @