

中华人民共和国国家标准

GB/T 5762-2000

建材用石灰石化学分析方法

2000—06—01 实施

发布

项 次

项 次	2
1 总则	3
2 试样	4
3 化学分析方法	5
3.1 试样溶液的制备	5
3.2 二氧化硅的测定	5
3.3 三氧化二铁的测定	8
3.4 三氧化二铝的测定	12
3.5 二氧化钛的测定	14
3.6 氧化钙的测定	15
3.7 氧化镁的测定	16
3.8 氧化钾、氧化钠的测定	19
3.9 烧失量的测定	20
4 原子吸收光谱法	22
4.1 试样溶液的制备	22
4.2 二氧化硅的测定	23
4.3 三氧化三铝的测定	24
4.4 三氧化二铁的测定	26
4.5 氧化镁的测定	27
4.7 氧化钠的测定	30
5 分析结果的允许差	33
附 录 A (参考件)	35
附 录 B 最小稳定性变异系数的计算 (补充件)	36
附 录 C 推荐性方法 (用于例行分析) (参考件)	37
C.1 氟的测定	37
C.2 游离二氧化硅的测定	38
附加说明：	40

1 总则

- 1.1 本标准适用于建筑材料工业用石灰石的化学分析。
- 1.2 本标准并列了化学分析方法和原子吸收光谱法，可根据实际情况选用。
- 1.3 分析用的水系指去离子水，所用化学试剂除另有说明外应为分析纯、优级纯。用于标定的试剂，除另有说明外应为基准试剂。
- 1.4 称取试样时应准确至 0.0002 克，分析步骤须严格按照本方法规定的分析步骤进行。
- 1.5 凡以百分浓度表示的试剂，均按 100 毫升溶剂中所加溶质的克数配制。所用之酸或氨水，凡未注明浓度者均为浓酸或浓氨水。
- 1.6 所用分析天平不应低于四级，天平与砝码应定期进行检定。所用滴定管、容量瓶、移液管应进行校正。容量法测定低含量元素时，应采用 10 毫升或 25 毫升滴定管。
- 1.7 分析前，试样应于 105-110 干燥 2 小时，然后置于干燥器中冷却至室温。
- 1.8 分析时，必须同时作烧失量的测定。其他各项测定应同时进行空白试验，并对所测结果加以校正。
- 1.9 各项分析结果(%)的数值，须修约至小数点后第二位。

2 试样

试样必须具有代表性和均匀性。由大样缩分后的试样不得少于 100 克，试样通过 0.08 毫米方孔筛时的筛余不应超过 15%。再以四分法或缩分器将试样缩减至约 25 克，然后放在玛瑙乳钵中研磨至全部通过孔径为 0.08 毫米方孔筛，装入试样瓶中，供分析用。其余作为原样保存备用。

3 化学分析方法

3.1 试样溶液的制备

3.1.1 方法提要

试样于铂坩埚中以碳酸钾 - 硼砂混合熔剂熔融，熔融物以硝酸加热浸取。

3.1.2 试剂

a. 碳酸钾 - 硼砂(1+1)混合熔剂：将 1 份重量的碳酸钾与 1 份重量的无水硼砂混匀研细，贮存于磨口瓶中。

b. 硝酸(1+6)：将 1 体积的硝酸与 6 体积的水混合。

3.1.3 制备步骤

称取约 0.5 克试样置于铂坩埚中，加 2 克碳酸钾 - 硼砂混合熔剂，混匀，再以少许熔剂擦洗玻璃棒，并铺于试样表面。盖上坩埚盖，从低温开始逐渐升高温度至气泡停止发生后，在 950-1000℃ 下继续熔融 3-5 分钟。然后用坩埚钳夹持坩埚旋转，使熔融物均匀地附着于坩埚内壁。

冷却至室温后将坩埚及盖一并放入已加热至微沸的盛有 100 毫升硝酸的 300 毫升烧杯中，并继续保持微沸状态，直至熔融物完全分解。用水洗净坩埚及盖，然后将溶液冷却至室温，移入 250 毫升容量瓶中，加水稀释至标线，摇匀，供测定用。

3.2 二氧化硅的测定

3.2.1 硅钼蓝比色法[注]

注：二氧化硅含量小于 7% 时可采用比色法。

3.2.1.1 方法提要

在微酸性(0.035-0.40N)溶液中单硅酸和钼酸铵生成硅钼酸络离子(钼黄)，然后以抗坏血酸使钼黄还原为硅钼蓝。用分光光度计于 660 纳米处测定吸光度。

3.2.1.2 试剂与仪器

a. 无水碳酸钠：经研细后使用。

b. 盐酸(1+11)：将 1 体积的盐酸与 11 体积的水混合。

c. 盐酸(1+1)：将盐酸与同体积水混合。

d. 95%乙醇。

e. 5%钼酸铵溶液：将 5 克钼酸铵溶于 100 毫升温水中，过滤后贮存于塑料瓶中。

f. 0.5%抗坏血酸溶液：将 0.5 克抗坏血酸溶于 100 毫升水中，过滤后使用(用时配制)。

g. 二氧化硅标准溶液：准确称取 0.1000 克二氧化硅(光谱纯，已于 950℃ 灼烧 30 分钟)置于铂坩埚中，加入 1 克碳酸钠搅拌均匀后，于高温下熔融 3-5 分钟。冷却后用热水将熔块浸出于盛有约 300 毫升热水的烧杯中，待全部溶解后，移入 1 升容量瓶中，冷至室温，加水稀释至标线，摇匀，移入塑料瓶中保存。此标准溶液每毫升含有 0.1 毫克二氧化硅。

h. 分光光度计：721 型或类似性能的仪器。

3.2.1.3 工作曲线的绘制

准确量取 0.00, 1.00, 2.00, 3.00, 4.00 毫升二氧化硅标准溶液(分别相当于 0.00, 0.10, 0.20, 0.30, 0.40 毫克二氧化硅)，分别放入 100 毫升容量瓶中，用水稀释至约 40 毫升。加入 5 毫升盐酸(1+11)，8 毫升 95%乙醇，6 毫升 5%钼酸铵溶液，按下述不同温度，放置不同的时间：

温度(℃)	放置时间(分)
10 - 20	30
20 - 30	10 - 20
30 - 35	5 - 20
沸水浴	振摇 30 秒钟立即以自来水冷却

然后加 20 毫升盐酸(1+1)，5 毫升 0.5%抗坏血酸溶液，用水稀释至标线，摇匀。放置 1 小时后，用分光光度计以水作参比，使用 10 毫米比色皿，在波长 660 纳米处测定溶液的吸光度。同时按上述操作进行空白试验。然后，以测得的吸光度为纵坐标，比色溶液的浓度为横坐标，绘制工作曲线。

3.2.1.4 分析步骤

准确吸取一定体积试样溶液(视二氧化硅含量而定)，放入 100 毫升容量瓶中，用水稀释至约 40 毫升，加入 2-3 毫升盐酸(1+11)。以下操作同 3.2.1.3。

3.2.1.5 结果计算

二氧化硅的百分含量(X1)按式(1)计算：

$$X1 = \frac{C \cdot n}{G \times 1000} \times 100 \dots\dots\dots(1)$$

式中：C 在工作曲线上查得每 100 毫升被测定溶液中二氧化硅的含量，毫克；

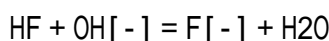
G 试样重量，克；

n 试样溶液的总体积与所分取试样溶液的体积之比。

3.2.2 氟硅酸钾容量法

3.2.2.1 方法提要

在有过量氟离子和钾离子存在的强酸性溶液中，硅酸能与氟离子作用形成氟硅酸离子 ($\text{SiF}[2-]_6$)，进而与钾离子作用生成氟硅酸钾(K_2SiF_6)沉淀。该沉淀在热水中水解生成定量的氢氟酸，以酚酞为指示剂，用氢氧化钠溶液进行滴定。其反应如下：



3.2.2.2 试剂

- a. 碳酸钾：经研细后使用。
- b. 氯化钾：经研细后使用。
- c. 15% 氟化钾溶液：将 15 克氟化钾($\text{KF} \cdot 2\text{H}_2\text{O}$)溶于 100 毫升水中，贮存在塑料瓶内。
- d. 5% 氯化钾溶液：将 5 克氯化钾溶于 100 毫升水中。
- e. 5% 氯化钾 - 乙醇溶液：将 5 克氯化钾溶于 50 毫升水中，加入 50 毫升 95% 乙醇，混匀。
- f. 1% 酚酞指示剂溶液：将 1 克酚酞溶于 100 毫升乙醇中。
- g. 0.15N 氢氧化钠标准溶液：将 60 克氢氧化钠溶于 10 升水中，充分摇匀，贮存于带胶塞(装有钠石灰干燥管)的塑料桶内。

标定方法：准确称取约 0.6 克苯二甲酸氢钾(基准试剂)置于 400 毫升烧杯中，加入 150 毫升新煮沸过的冷水(已用氢氧化钠溶液中和至酚酞呈微红色)，使其溶液。然后加入 5-6 滴 1% 酚酞指示剂溶液，以氢氧化钠标准溶液滴定至微红色。

氢氧化钠标准溶液对二氧化硅的滴定度按式(2)计算：

$$T_{\text{SiO}_2} = \frac{G \times 0.01502 \times 1000}{V \times 0.2042} \dots\dots\dots (2)$$

式中：T_{SiO₂} 每毫升氢氧化钠标准溶液相当于二氧化硅的毫克数；

G 苯二甲酸氢钾的重量，克；

V 滴定时消耗氢氧化钠标准溶液的体积，毫升；

0.2042 苯二甲酸氢钾的毫克当量；

0.01502 二氧化硅的毫克当量。

3.2.2.3 分析步骤

称取约 0.2-0.3 克试样置于铂坩埚中，加入 1-1.5 克研细的碳酸钾，用玻璃棒混匀。盖上坩埚盖，于 900-950℃ 下熔融 5-10 分钟。放冷后用热水将熔融物浸出倒入塑料杯中，并洗净坩埚及盖(控制溶液体积不大于 50 毫升)，盖上表面皿，加上 15 毫升硝酸，冷却至室温，加入 10 毫升 15% 氟化钾溶液，于塑料棒搅拌下，加入氯化钾至饱和。放置 10-20 分钟，以中速滤纸过滤，塑料杯与沉淀用 5% 氟化钾水溶液洗涤 2-3 次。将沉淀连同滤纸一起置于原塑料杯中，沿杯壁加入 10 毫升 5% 氯化钾 - 乙醇溶液及 10 滴 1% 酚酞指示剂溶液，用 0.15N 氢氧化钠标准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。然后加入 200 毫升沸水(已用氢氧化钠标准溶液中和至酚酞呈微红色)，以 0.15N 氢氧化钠标准溶液滴定至微红色。

3.2.2.4 结果计算

二氧化硅的百分含量(X_{SiO_2})按式(3)计算：

$$X_{SiO_2} = \frac{T_{SiO_2} \cdot V}{G \times 1000} \times 100 \dots \dots \dots (3)$$

式中： T_{SiO_2} 每毫升氢氧化钠标准溶液相当于二氧化硅的毫克数；

V 滴定时消耗氢氧化钠标准溶液的体积，毫升；

G 试样重量，克。

3.3 三氧化二铁的测定

3.3.1 邻菲罗啉比色法

3.3.1.1 方法提要

用抗坏血酸将三价铁还原为亚铁，在 pH 大于 1.5 时亚铁和邻菲罗啉生成桔红色络合物，用分光光度计于 510 纳米处测定吸光度。

显色反应如下：(略)

3.3.1.2 试剂与仪器

- 1% 抗坏血酸溶液：将 1 克抗坏血酸溶于 100 毫升水中，过滤后使用(用时配制)。
- 1% 邻菲罗啉溶液：将 1 克邻菲罗啉溶于 100 毫升乙酸(1+1)中(用时配制)。
- 10% 乙酸铵溶液：将 10 克乙酸铵溶于 100 毫升水中。

d. 三氧化二铁标准溶液：准确称取 0.1000 克三氧化二铁(高纯试剂已于 950 灼烧 1 小时)置于 300 毫升烧杯中,加入 50 毫升水,30 毫升盐酸(1+1), 2 毫升硝酸, 低温加热至微沸,待溶解完全后冷却至室温,移入 2 升容量瓶中,加水稀释至标线,摇匀。此标准溶液每毫升含有 0.05 毫克三氧化二铁。

e. 分光光度计：721 型或类似性能的仪器。

3.3.1.3 工作曲线的绘制

准确量取 0.00,1.00,2.00,3.00,4.00,5.00,6.00 毫升(分别相当于 0.00,0.05,0.10,0.15,0.20,0.25,0.30 毫克)三氧化二铁标准溶液分别放入 100 毫升容量瓶中。用水稀释至约 50 毫升,加入 5 毫升 1%抗坏血酸溶液,放置 5 分钟,再加 5 毫升 1%邻菲罗啉溶液、2 毫升 10%乙酸铵溶液。

用水稀释至标线,摇匀,放置 30 分钟。用分光光度计以水作参比,使用 10 毫米比色皿,在波长 510 纳米处测定溶液的吸光度。同时按上述操作进行空白试验。然后以测得的吸光度为纵坐标,比色溶液的浓度为横坐标,绘制工作曲线。

3.3.1.4 分析步骤

准确吸取试样溶液 10 毫升(视三氧化二铁含量而定)放入 100 毫升容量瓶中。用水稀释至约 50 毫升,加入 5 毫升 1%抗坏血酸溶液,放置 5 分钟,再加 5 毫升 1%邻菲罗啉溶液、10 毫升 10%乙酸铵溶液,用水稀释至标线,摇匀,放置 30 分钟。以下操作步骤同 3.3.1.3。

3.3.1.5 结果计算：

三氧化二铁的百分含量(X2)按式(4)计算：

$$X2 = \frac{C \cdot n}{G \times 1000} \times 100 \dots \dots \dots (4)$$

式中：C 在工作曲线上查得每 100 毫升被测定溶液中三氧化二铁的含量,毫克；

G 试样重量,克；

n 试样溶液的总体积与所分取试样溶液的体积之比。

3.3.2 EDTA 络合滴定法

3.3.2.1 方法提要

以磺基水杨酸钠为指示剂,在溶液酸度为 pH1.5-2.0,温度为 60-70 时以 EDTA 滴定。

磺基水杨酸与 Fe^{3+} 络合生成紫红色络合物后能为 EDTA 所取代，终点时溶液由紫红色变为亮黄色，如三氧化二铁含量低，则紫红色很浅，终点几乎为无色。以 HIn^{-} 代表磺基水杨酸根离子，以 H_2Y^{2-} 代表 EDTA 离子，络合滴定 Fe^{3+} 的反应如下：

指示剂反应： $\text{Fe}^{3+} + \text{HIn} = \text{FeIn}^{-} + \text{H}^{+}$ （无色） （紫红色）

滴定反应： $\text{Fe}^{3+} + \text{H}_2\text{Y}^{2-} = \text{FeY}^{-} + 2\text{H}^{+}$

终点时指示剂变色反应： $\text{H}_2\text{Y}^{2-} + \text{FeIn}^{+} = \text{FeY}^{-} + \text{HIn}^{-} + \text{H}^{+}$
 （紫红色） （黄色） （无色）

3.3.2.2 试剂

- 氨水(1+1)：将氨水与等体积水混合。
- 盐酸(1+1)：将盐酸与等体积水混合。
- 10%磺基水杨酸钠指示剂溶液：将 10 克磺基水杨酸钠溶于 100 毫升水中。
- 精密试纸：pH0.5-5.0。
- 钙黄绿素 - 甲基百里香酚蓝 - 酚酞混合指示剂(简称 CMP)：准确称取 1 克钙黄绿素，1 克甲基百里香酚蓝，0.2 克酚酞与 50 克已在 105℃ 烘过的硝酸钾混匀研细，保存于磨口瓶中。
- 20%氢氧化钾溶液：将 20 克氢氧化钾溶于 100 毫升水中。
- 碳酸钙标准溶液：准确称取约 0.6 克碳酸钙(高纯试剂，已于 105-110℃ 烘过 2 小时)置于 400 毫升烧杯中，加入约 100 毫升水，盖上表面皿，沿杯口滴加盐酸(1+1)至碳酸钙全部溶解后，加热煮沸数分钟，将溶液冷至室温，移入 250 毫升容量瓶中，用水稀释至标线，摇匀。
- 0.015M 乙二胺四乙酸二钠(简称 EDTA 二钠)标准溶液：称取 5.6 克 EDTA 二钠置于烧杯中，加约 200 毫升水，加热溶解，过滤，用水稀释至 1 升。

标定方法：吸取 25 毫升碳酸钙标准溶液放入 400 毫升烧杯中，用水稀释至约 200 毫升，加入适量 CMP 混合指示剂，在搅拌下滴加 20% 氢氧化钾溶液至出现绿色荧光，再过量 1-2 毫升，以 0.015M EDTA 二钠标准溶液滴定至溶液绿色荧光消失呈现红色。

EDTA 二钠标准溶液对三氧化二铁、三氧化二铝、氧化钙、氧化镁的滴定度按式(5)-(8)计算：

$$T_{\text{Fe}_2\text{O}_3} = \frac{C \times 25}{V} \times \frac{M_{\text{Fe}_2\text{O}_3}}{2M_{\text{CaCO}_3}} = \frac{C \times 25}{V} \times 0.7977 \dots \dots \dots (5)$$

$$T_{Al2O3} = \frac{C \times 25}{V} \times \frac{MAI2O3}{2M_{CaCO3}} = \frac{C \times 25}{V} \times 0.5094 \dots (6)$$

$$T_{CaO} = \frac{C \times 25}{V} \times \frac{M_{CaO}}{M_{CaCO3}} = \frac{C \times 25}{V} \times 0.5603 \dots (7)$$

$$T_{MgO} = \frac{C \times 25}{V} \times \frac{MMgO}{M_{CaCO3}} = \frac{C \times 25}{V} \times 0.4028 \dots (8)$$

式中：T_{Fe2O3} 每毫升 EDTA 二钠标准溶液相当于三氧化二铁的毫克数；

T_{Al2O3} 每毫升 EDTA 二钠标准溶液相当于三氧化二铝的毫克数；

T_{CaO} 每毫升 EDTA 二钠标准溶液相当于氧化钙的毫克数；

T_{MgO} 每毫升 EDTA 二钠标准溶液相当于氧化镁的毫克数；

C 每毫升碳酸钙标准溶液含有碳酸钙的毫克数；

25 吸取碳酸钙标准溶液的体积，毫升；

V 标定时消耗 EDTA 二钠标准溶液的体积，毫升；

M_{Fe2O3} 三氧化二铁的分子量；

MAI2O3 三氧化二铝的分子量；

M_{CaCO3} 碳酸钙的分子量；

M_{CaO} 氧化钙的分子量；

MMgO 氧化镁的分子量。

3.3.2.3 分析步骤

准确吸取 50 毫升(铁、铝含量低时可吸取 100 毫升)试样溶液放入 300 毫升烧杯中，加水稀释至约 100 毫升，用氨水(1+1)调节溶液 pH 至 1.8-2.0(用精密 pH 试纸检验)。将溶液加热至 70℃，加 10 滴 10% 磺基水杨酸钠指示剂溶液，以 0.015M EDTA 二钠标准溶液缓慢地滴定至亮黄色(终点时温度应不低于 60℃左右)。

3.3.2.4 结果计算

三氧化二铁的百分含量(X [%])按式(9)计算：

$$X [\%] = \frac{T_{Fe2O3} \cdot V \cdot n}{G \times 1000} \times 100 \dots (9)$$

式中：T_{Fe2O3} 每毫升 EDTA 二钠标准溶液相当于三氧化二铁的毫克数；

V 滴定时消耗 EDTA 二钠标准溶液的体积，毫升；

n 试样溶液总体积与所分取试样溶液的体积之比；

G 试样重量，克。

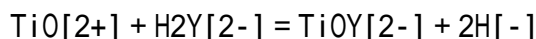
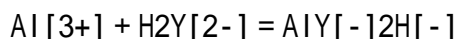
3.4 三氧化二铝的测定

3.4.1 铜盐回滴法

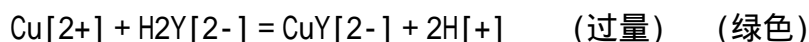
3.4.1.1 方法提要

在滴定完 Fe^{3+} 后的溶液中，加入对 Al^{3+} 过量的 EDTA 二钠标准溶液（一般过量 10 毫升左右），加热至 70-80℃，调节溶液的 pH 至 3.8-4.0，将溶液煮沸 1-2 分钟，以 PAN 为指示剂，用铜盐标准溶液回滴过量的 EDTA。此时溶液中钛也能与 EDTA 定量络合，因而测得的为铝钛含量，减去比色法测得的二氧化钛（以三氧化二铝表示）含量，即为三氧化二铝的含量。

络合反应：

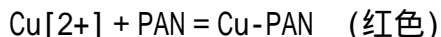


用铜盐回滴过量 EDTA 的反应：



终点时变色反应：

紫红色



3.4.1.2 试剂

a. 乙酸 - 乙酸钠缓冲溶液 (pH4.3)：将 42.3 克无水乙酸钠溶于水中，加 80 毫升冰乙酸，然后加水稀释至 1 升，摇匀（用 pH 计或精密试纸检验）。

b. 精密试纸：pH0.5-5.0。

c. 0.2% (2-吡啶偶氮) - 2-萘酚 (简称 PAN) 指示剂溶液：将 0.2 克 PAN 溶于 100 毫升乙醇中。

d. 0.015M EDTA 二钠标准溶液。

e. 0.015M 硫酸铜标准溶液：将 3.7 克硫酸铜 ($\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$) 溶于水中，加 4-5 滴硫酸 (1+1)，用水稀释至 1 升，摇匀。

EDTA 二钠标准溶液与硫酸铜标准溶液体积比的测定：从滴定管缓慢放出 10-15 毫升 0.015M EDTA 二钠标准溶液于 300 毫升烧杯中，用水稀释至约 150 毫升，加 15 毫升乙酸 - 乙酸钠缓冲溶液 (pH4.3)，然后加热至沸，取下稍冷，加 5-6 滴 0.2% PAN 指示剂溶液，以硫酸铜标准溶液滴定至亮紫色。

EDTA 二钠标准溶液与硫酸铜标准溶液的体积比 (K) 按式 (10) 计算：

$$K = \frac{V_1}{V_2} \dots\dots\dots (10)$$

式中：K 每毫升硫酸铜标准溶液相当于 EDTA 二钠标准溶液的毫升数；

V₁ EDTA 二钠标准溶液的体积，毫升；

V₂ 滴定时消耗硫酸铜标准溶液的体积，毫升。

3.4.1.3 分析步骤

在滴定铁后的溶液中，准确加入 10-15 毫升 0.015M EDTA 二钠标准溶液，然后用水稀释至约 150 毫升。将溶液加热至 70-80℃ 后，以氨水(1+1)调节溶液 pH 至 4 左右(用精密试纸检验)，加 15 毫升酸 - 乙酸钠缓冲溶液(pH4.3)，煮沸 1-2 分钟，取下稍冷，加 5-6 滴 0.2% PAN 指示剂溶液，以硫酸铜标准溶液滴定至亮紫色。

3.4.1.4 结果计算

三氧化二铝的百分含量(X₃)按式(11)计算：

$$X_3 = \frac{T_{Al_2O_3} \times (V_1 - K \cdot V_2) \times n}{G \times 1000} \times 100 - 0.64 X_4 \dots\dots\dots (11)$$

式中：T_{Al₂O₃} 每毫升 EDTA 二钠标准溶液相当于三氧化二铝的毫克数；

V₁ 加入 EDTA 二钠标准溶液的体积，毫升；

V₂ 滴定时消耗硫酸铜标准溶液的体积，毫升；

K 每毫升硫酸铜标准溶液相当于 EDTA 二钠标准溶液的毫升数；

n 试样溶液的总体积与所分取试样溶液的体积之比；

G 试样重量，克；

0.64 二氧化钛对三氧化二铝的换算系数；

X₄ 比色法测得二氧化钛的百分含量。

3.4.2 总量差减法

3.4.2.1 方法提要

加入对铁、钛、铝过量的 EDTA 二钠标准溶液(一般过量 10 毫升左右)，加热至 70-80℃，调节溶液的 pH 至 3.8-4.0，将溶液煮沸 1-2 分钟，以 PAN 为指示剂，用铜盐标准溶液回滴过量的 EDTA，测得三氧化二铁、二氧化钛、三氧化二铝总量。

3.4.2.2 试剂

试剂同本标准 3.4.1.2。

3.4.2.3 分析步骤

准确吸取 50 毫升(铁、铝含量低时可吸取 100 毫升)试样溶液,放入 300 毫升烧杯中,准确加入 10-15 毫升 0.015M EDTA 二钠标准溶液(一般过量 10 毫升左右),然后用水稀释至约 150 毫升。加热至 70-80℃,以氨水(1+1)调节溶液 pH 至 4 左右(用精密试纸检验),加 15 毫升乙酸-乙酸钠缓冲溶液(pH4.3),煮沸 1-2 分钟,取下稍冷,加 5-6 滴 0.2% PAN 指示剂溶液,以硫酸铜标准溶液滴定至亮紫色。

3.4.2.4 结果计算

三氧化二铝的百分含量($X_{Al_2O_3}$)按式(12)计算:

$$X_{Al_2O_3} = \frac{T_{Al_2O_3} \times (V_1 - K \cdot V_2) \times n}{G \times 1000} \times 100 - 0.64 X_2 - 0.64 X_4 \dots \dots (12)$$

式中: $T_{Al_2O_3}$ 每毫升 EDTA 二钠标准溶液相当于三氧化二铝的毫克数;

V_1 加入 EDTA 二钠标准溶液的体积, 毫升;

V_2 滴定时消耗硫酸铜标准溶液的体积, 毫升;

K 每毫升硫酸铜标准溶液相当于 EDTA 二钠标准溶液的毫升数;

n 试样溶液的总体积与所分取试样溶液的体积之比;

G 试样重量, 克;

0.64 二氧化钛、三氧化二铁对三氧化二铝的换算系数;

X_2 比色法测得三氧化二铁的百分含量;

X_4 比色法测得二氧化钛的百分含量。

3.5 二氧化钛的测定

3.5.1 方法提要

二安替比林甲烷与钛在酸性溶液(0.5-1N 的盐酸或硫酸溶液)中生成黄色的络合物,用分光光度计于 420 纳米处测定吸光度。

3.5.2 试剂与仪器

a. 焦硫酸钾: 经研细后使用。

b. 盐酸(1+1): 将盐酸与同体积水混合。

c. 硫酸(1+9): 将 1 体积的硫酸缓缓注入 9 体积水中。

d. 1%抗坏血酸溶液。

e. 3%二安替比林甲烷溶液: 将 15 克二安替比林甲烷溶于 500 毫升盐酸(1+11)中,过滤后使用。

f. 二氧化钛标准溶液(A)：准确称取 0.1000 克二氧化钛(光谱纯，已于 950℃ 灼烧 10 分钟)，置于瓷坩埚中，加 2 克焦硫酸钾，于高温下熔融至透明。熔块以硫酸(1+9)浸出，并加热至 50-60℃，将熔块完全溶解后，冷却至室温，移入 1 升容量瓶中，再以硫酸(1+9)稀释至标线，摇匀。此溶液每毫升含有 0.1 毫克二氧化钛。

g. 二氧化钛标准溶液(B)：准确量取 100 毫升溶液(A)，放入 500 毫升容量瓶中，用硫酸(1+9)稀释至标线，摇匀。此溶液每毫升含有 0.02 毫克二氧化钛。

h. 分光光度计：721 型或类似性能的仪器。

3.5.3 工作曲线的绘制

准确量取 0.00, 1.00, 2.00, 3.00, 4.00, 5.00, 毫升溶液(B) (分别相当于 0.00, 0.02, 0.04, 0.06, 0.08, 0.10 毫克二氧化钛)，分别放入 100 毫升容量瓶中。依次加入 5 毫升 1% 抗坏血酸溶液，10 毫升 3% 二安替比林甲烷溶液。然后用水稀释至标线，摇匀。放置 40 分钟后，用分光光度计以水作参比，使用 10 毫米比色皿，在波长 420 纳米处测定溶液的吸光度。同时按上述操作进行空白试验。然后，以测得的吸光度为纵坐标，比色溶液的浓度为横坐标，绘制工作曲线。

3.5.4 分析步骤

准确吸取试样溶液 25 毫升(视二氧化钛含量而定)，放入 100 毫升容量瓶中，加入 5 毫升盐酸(1+1)，10 毫升 1% 抗坏血酸溶液，放置 5 分钟，再加 10 毫升 3% 二安替比林甲烷溶液。以下操作步骤同 3.5.3。

3.5.5 结果计算

二氧化钛的百分含量(X4)按式(13)计算：

$$X4 = \frac{C \cdot n}{G \times 1000} \times 100 \dots \dots \dots (13)$$

式中：C 在工作曲线上查得每 100 毫升被测定溶液中二氧化钛的含量，毫克；

G 试样重量，克；

n 试样溶液的总体积与所分取试样溶液的体积之比。

3.6 氧化钙的测定

3.6.1 方法提要

在 pH 大于 12 的溶液中，以氟化钾(2%)掩蔽硅酸，三乙醇胺掩蔽铁、铝，以 CMP 为指示剂，用 EDTA 二钠标准溶液直接滴定钙。钙离子与钙黄绿素生成的络合物为绿色荧光，钙黄绿素指示剂本身为桔红色，因此滴定至终点时溶液绿色荧光消失，而呈现桔红色。

3.6.2 试剂

- a. 盐酸(1+1)。
- b. 2%氟化钾溶液：将 2 克氟化钾($KF \cdot 2H_2O$)溶于 100 毫升水中，贮存在塑料瓶中。
- c. 三乙醇胺(1+2)：将 1 体积三乙醇胺与 2 体积的水混合。
- d. CMP 混合指示剂。
- e. 20%氢氧化钾溶液。
- f. 0.015M EDTA 二钠标准溶液。

3.6.3 分析步骤

准确吸取试样溶液 25 毫升，放入 400 毫升烧杯中，加 5 毫升盐酸及 5 毫升 2%氟化钾溶液，搅拌并放置 2 分钟以上，然后用水稀释至约 200 毫升。加 4 毫升三乙醇胺及适量的 CMP 混合指示剂，以 20%氢氧化钾溶液调节溶液出现绿色荧光后再过量 7-8 毫升(此时溶液 pH 大于 13)。

用 0.015M EDTA 二钠标准溶液滴定至溶液绿色荧光消失呈现红色。

3.6.4 结果计算

氧化钙百分含量(X5)按式(14)计算：

$$X5 = \frac{T_{CaO} \cdot V \times 10}{G \times 1000} \times 100 \dots \dots \dots (14)$$

式中：T_{CaO} 每毫升 EDTA 二钠标准溶液相当于氧化钙的毫克数；

V 滴定时消耗 EDTA 二钠标准溶液的体积，毫升；

G 试样重量，克；

10 试样溶液的总体积与所分取试样溶液的体积之比。

3.7 氧化镁的测定

3.7.1 比色法[注]

注：氧化镁含量低于 2.0%时可采用比色法。

3.7.1.1 方法提要

在 pH10 时，镁离子与二甲苯胺蓝 - 、溴化十六烷基三甲胺生成红色络合物，用分光光度计于 520 纳米处，以试剂溶液作参比，测定吸光度。溴化十六烷基三甲胺乙醇溶液的加入，同时还能降低试剂溶液的吸光度，消除大量钙的干扰。铁、铝、锰的干扰可加 1.2 - 环己二胺四乙酸 - 钙加混合溶液消除。

3.7.1.2 试剂与仪器

- a. 0.035%二甲苯胺蓝 - 溶液：将 0.175 克二甲苯胺蓝 - 溶于 500 毫升水中。
- b. 1.5%溴化十六烷基三甲胺乙醇溶液：将 1.5 克溴化十六烷基三甲胺溶于 100 毫升无水乙醇中。
- c. 三乙醇胺 - 四乙烯五胺混合溶液：将 85 毫升三乙醇胺和 10 毫升四乙烯五胺混合后，加水稀释至 500 毫升。
- d. 0.1%中性红指示剂乙醇溶液：称取 0.05 克中性红溶于 50 毫升乙醇中。
- e. 1.2 - 环己二胺四乙酸 - 钙(简称 CyDTA-Ca[2+])溶液：称取 0.866 克 1.2 - 环己二胺四乙酸于烧杯中，加水约 200 毫升，稍热，滴加氨水(1+1)使全部溶解。
称取 0.500 克碳酸钙于烧杯中，加水约 50 毫升滴加 20 毫升盐酸(1+2)，加热至微沸，驱尽二氧化碳后，取下冷却至室温。将上述二溶液混合以 0.1%中性红为指示剂，滴加氨水(1+1)至溶液呈现黄色，然后加水稀释至 500 毫升，摇匀备用。
- f. 氨水 - 氯化铵缓冲溶液(pH10)：将 67.5 克氯化铵溶于水中，加入 570 毫升氨水，然后用水稀释至 1 升(用 pH 计或精密试纸)。
- g. 氧化镁标准溶液(A)：准确称取 0.1000 克氧化镁(优级纯，已于 600℃灼烧 1.5 小时)于 300 毫升烧杯中，加水润湿后，加入 20 毫升盐酸(1+2)，加热至微沸，待完全溶解后，冷却至室温，移入 500 毫升容量瓶中，加水稀释至标线，摇匀。此溶液，每毫升含有 200 微克氧化镁。
- h. 氧化镁标准溶液(B)：准确量取 25 毫升溶液(A)，放入 500 毫升容量瓶中，加水稀释至标线，摇匀。此溶液每毫升含有 10 微克氧化镁。
- i. 分光光度计：721 型或类似性能的仪器。

3.7.1.3 工作曲线的绘制

准确量取 0.00, 1.00, 2.00, 3.00, 4.00, 5.00 毫升氧化镁标准溶液(B)分别放入 50 毫升容量瓶中(分别相当于 0.00, 10.00, 20.00, 30.00, 40.00, 50.00 微克氧化镁)，加水稀释至约 20 毫升，依次加入 CyDTA-Ca[2+]溶液 1 毫升，三乙醇胺 - 四乙烯五胺混合溶液 1 毫升，氨水 - 氯化铵缓冲溶液(pH10) 8 毫升，沿瓶壁依次加入 1.5%溴化十六烷基三甲胺乙醇溶液 1 毫升，0.035%二甲苯胺蓝 - 溶液 10 毫升(用移液管加入)，加水稀释至标线，摇匀。放置 60 分钟后，用分光光度计以试剂空白作参比，使用 10 毫米比色皿，在波长 520 纳米处测定溶液的吸光度。然后以测得的吸光度为纵坐标，比色溶液的浓度为横坐标，绘制工作曲线。

3.7.1.4 分析步骤

准确吸取一定体积试样溶液(视氧化镁含量而定)，放入 50 毫升容量瓶中，加水稀释至约 20 毫升，以下操作同 3.7.1.3。

3.7.1.5 结果计算

氧化镁百分含量(X6)按式(15)计算：

$$X6 = \frac{C \cdot n \times 10^{-3}}{G \times 100} \times 100 \dots \dots \dots (15)$$

式中：C 在工作曲线上查得每 50 毫升被测定溶液中氧化镁的含量，微克；

G 试样重量，克；

n 试样溶液的总体积与所分取试样溶液的体积之比。

3.7.2 络合滴定法

3.7.2.1 方法提要

在 pH10 的溶液中，以三乙醇胺、酒石酸钾钠掩蔽铁、铝，以酸性铬蓝 K - 萘酚绿 B 为指示剂，用 EDTA 二钠标准溶液滴定钙镁含量。减去按 3.6.3 测得的钙量后，求得氧化镁含量。

3.7.2.2 试剂

- a. 2%氟化钾溶液。
- b. 三乙醇胺(1+2)。
- c. 氨水(1+1)。
- d. 10%酒石酸钾钠溶液：将 10 克酒石酸钾钠溶于 100 毫升水中。
- e. 氨水 - 氯化铵缓冲溶液(pH10.5)：将 54 克氯化铵溶于水中，加 570 毫升氨水，然后用水稀释至 1 升(用 pH 计或精密试纸检验)。
- f. 0.015M EDTA 二钠标准溶液。
- g. 精密试纸：pH9.5-13.0。
- h. 酸性铬蓝 K - 萘酚绿 B (1+2.5)混合指示剂：称取 0.3 克酸性铬蓝 K，0.75 克萘酚绿 B，和已在 105℃ 烘过的 50 克硝酸钾混合研细，贮存在磨口瓶中。

3.7.2.3 分析步骤

准确吸取 25 毫升试样溶液放入 400 毫升烧杯中，加 5 毫升 2%氟化钾溶液，然后用水稀释至约 200 毫升。加入 1 毫升 10%酒石酸钾钠溶液，4 毫升三乙醇胺(1+2)，以氨水

(1+1)调节溶液 pH 至约 10(用精密试纸检验) ,加入 20 毫升氨水 - 氯化铵缓冲溶液(pH10) 及适量的酸性铬蓝 K - 萘酚绿 B 混合指示剂 , 以 0.015M EDTA 二钠标准溶液滴定 , 近终点时应缓慢滴定至纯蓝色。

3.7.2.4 结果计算

氧化镁的百分含量 (X [%])按式(16)计算 :

$$(X [\%]) = \frac{T_{MgO} \times (V_2 - V_1) \times 10}{G \times 1000} \times 100 \dots \dots \dots (16)$$

式中 : T_{MgO} 每毫升 EDTA 二钠标准溶液相当于氧化镁的毫克数 ;

V_1 滴定钙时消耗 EDTA 二钠标准溶液的体积 , 毫升 ;

V_2 滴定钙、镁含量消耗 EDTA 二钠标准溶液的体积 , 毫升 ;

G 试样重量 , 克 ;

10 试样溶液的总体积与所分取试样溶液的体积之比。

3.8 氧化钾、氧化钠的测定

3.8.1 方法提要

试样用氢氟酸 - 硫酸分解 , 残渣以热水浸取 , 以氨水和碳酸铵分离铁、铝、钙、镁。滤液中的钾、钠以火焰光度法测定。当试样溶液经雾化装置化为细雾送入喷灯的火焰中燃烧时 , 原子被火焰的热能所激发 , 产生特征谱线 , 其谱线强度与元素含量在一定范围内呈直线关系 , 因此可采用相应的滤光片分离出被测元素的特征谱线 , 该特征线投射在光电池上 , 所产生的光电流可用检流计测量 , 从而测得氧化钾、氧化钠含量。

3.8.2 试剂与仪器

a. 硫酸(1+1) : 将硫酸缓缓注入同体积的水中。

b. 氢氟酸。

c. 0.2% 甲基红溶液。

d. 氨水(1+1)。

e. 盐酸(1+1)。

f. 10%碳酸铵溶液 : 将 10 克碳酸铵溶于 100 毫升水中(使用时配制)。

g. 氧化钾、氧化钠标准溶液 : 准确称取 0.792 克氯化钾及 0.189 克氯化钠(均为光谱纯 , 已在 130-150 °C 烘过 2 小时) , 置于烧杯中 , 加水溶解后 , 移入 1 升容量瓶中 , 用水稀释至标线 , 摇匀。贮存于塑料瓶中。此标准溶液每毫升相当于氧化钾 0.5 毫克及氧化钠 0.1 毫克。

h. 火焰分光光度计：630 型或类似性能的仪器。

3.8.3 工作曲线的绘制

准确量取 0.00, 1.00, 2.00, 3.00, 4.00, 5.00 毫升的氧化钾、氧化钠标准溶液(分别相当于氧化钾 0.00, 0.50, 1.00, 1.50, 2.00, 2.50 毫克, 氧化钠 0.00, 0.10, 0.20, 0.30, 0.40, 0.50 毫克), 分别放入 100 毫升容量瓶中, 用水稀释至标线, 摇匀。然后分别于火焰分光光度计上按仪器使用规程进行测定。同时按上述操作进行空白试验。以测得的检流计读数为坐标, 以溶液浓度为横坐标, 分别绘制氧化钾与氧化钠的工作曲线。

3.8.4 分析步骤

称取约 0.2-0.3 克试样置于铂(或黄金)皿中, 用少量水润湿。加入 15-20 滴硫酸及 5-10 毫升氢氟酸, 置于低温电热板上蒸发。近干时摇动铂皿, 以防溅失。待氢氟酸驱尽后, 逐渐升高温度, 直至将三氧化硫的白烟赶尽, 取下, 放冷。加入约 50 毫升热水, 并将残渣压碎使其溶解。加 1 滴 0.2% 甲基红指示剂溶液, 用氨水中和至黄色, 再加入 10 毫升 10% 碳酸铵溶液, 搅拌, 置于电热板上加热 20-30 分钟。用快速滤纸过滤, 以热水洗涤, 滤液及洗液盛于 100 毫升容量瓶中。冷却至室温后, 以盐酸中和至溶液呈微红色, 然后用水稀释至标线, 摇匀, 以火焰分光光度计按仪器使用规程进行测定。

3.8.5 结果计算

氧化钾及氧化钠的百分含量(X₇、X₈)按式(17)、(18)计算:

$$X_7 = \frac{C_1}{G \times 1000} \times 100 \dots \dots \dots (17)$$

$$X_8 = \frac{C_2}{G \times 1000} \times 100 \dots \dots \dots (18)$$

式中: C₁ 在工作曲线上查得每 100 毫升被测定溶液中氧化钾的含量, 毫克;
C₂ 在工作曲线上查得每 100 毫升被测定溶液中氧化钠的含量, 毫克;
G 试样重量, 克。

3.9 烧失量的测定

3.9.1 方法提要

试样中所含碳酸盐、有机物, 及其他易挥发性物质, 经高温灼烧即分解逸出, 灼烧所损失的重量即为烧失量。

3.9.2 分析步骤

称取约 1 克试样置于已灼烧恒重的瓷坩埚中，将盖斜置于坩埚上，放在高温炉内从低温开始逐渐升高温度，在 950-1000℃ 下灼烧 1 小时，取出坩埚，置于干燥器中冷至室温，称量。如此反复灼烧直至恒重。

3.9.3 结果计算

烧失量的百分含量 (X₉) 按式 (19) 计算：

$$X_9 = \frac{G - G_1}{G} \times 100 \dots \dots \dots (19)$$

式中：G 灼烧前试样重量，克；

G₁ 灼烧后试样重量，克。

4 原子吸收光谱法

4.1 试样溶液的制备

4.1.1 方法提要

样品用硼酸锂于铂坩埚内熔融，熔融物以盐酸介质搅拌浸取。

4.1.2 试剂与仪器

a. 熔剂：称取 75 克碳酸锂(优级纯)和 125 克硼酸(优级纯)于玛瑙乳钵中混匀，转移至瓷蒸发皿中，置于 400 的高温炉中灼烧 2 小时，取出冷却至室温后研细，贮存于塑料瓶中。

b. 盐酸。

c. 盐酸(1+10)：将 1 体积的盐酸与 10 体积的水混合。

d. 5%锶溶液：称取 152.2 克氯化锶($\text{SrCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 原子吸收用)于烧杯中，加适量水溶解，用水稀释至 1000 毫升。

e. 5%锶 - 铯混合溶液：称取 152.2 克氯化锶($\text{SrCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 原子吸收用)和 63.4 克氯化铯(光谱纯)于烧杯中，加适量水溶解，用水稀释至 1 升。

f. 5%铯溶液：称取 63.4 克氯化铯(光谱纯)于烧杯中，加适量水溶解，稀释至 1 升。

g. 磁力搅拌器。

h. 搅拌子。

4.1.3 制备步骤

称取约 0.5 克试样于铂坩埚内，加入 0.8 克熔剂[]，置于喷灯上，先低温熔融，待大部分碳酸盐分解后，升高温度至试样全部熔融，取下，冷却，于坩埚内放一搅拌子，并将坩埚及盖放入盛有已加热至约 45 的 150 毫升盐酸(1+10)的 200 毫升烧杯中，在磁力搅拌器上搅拌并保温。待坩埚内熔融物全部溶解后，将坩埚，搅拌子及盖取出用水洗净，溶液冷却至室温后，移入 250 毫升容量瓶中，加 5 毫升 5%锶 - 铯混合溶液[]，加水稀释至标线，摇匀。该溶液即为测定母液。

注：熔剂空白较大时应准确称取。

采用空气 - 乙炔火焰，用母液测定铁、钾、钠时，需在母液中加 5 毫升 5%锶 - 铯混合溶液(使其浓度为 0.1%，按体积计)。

采用空气 - 乙炔火焰，用母液测定钾、钠时，需在母液中加 5 毫升 5% 铯溶液(使其浓度为 0.1%，按体积计)。

采用空气 - 液化石油气火焰，用母液测定钾、钠时，需在母液中加 5 毫升 5% 铷溶液(使其浓度为 0.1%，按体积计)。

4.2 二氧化硅的测定

4.2.1 方法提要

直接取用或分取测定母液，在乙炔 - 氧化亚氮火焰中，于 251.6 纳米处测定吸光度，共存元素对测定没有干扰。

4.2.2 试剂

- a. 无水碳酸钠：经研细后使用。
- b. 盐酸。
- d. 盐酸(1+10)。
- e. 氧化钙溶液(约 5000 微克/毫升)：称取 8.92 克碳酸钙(高纯试剂，已于 105-110 于 烘 2 小时)，于 400 毫升烧杯中，加水 100 毫升。滴加盐酸(1+1)至碳酸钙全部溶解后，加热至驱尽二氧化碳，冷却至室温。移入 1 升容量瓶中，用水稀释至标线，摇匀。
- f. 二氧化硅标准溶液(500 微克/毫升)：准确称取 0.5000 克二氧化硅(光谱纯，已于高温下灼烧 30 分钟)，于铂坩埚内，加 5 克无水碳酸钠，混匀于高温下熔融 3-5 分钟，冷却后，用热水浸取，冷至室温后移入 1 升容量瓶中，用水稀释至标线，摇匀，移入塑料瓶中保存。
- g. 等差浓度系列标准溶液：准确量取 0.00, 4.00, 8.00, 12.00, 16.00, 20.00 毫升二氧化硅标准溶液(500 微克/毫升)，分别置于 100 毫升容量瓶中。加 6 毫升盐酸，20 毫升氧化钙溶液(约 5000 微克/毫升)，用水稀释至标线，摇匀。该系列溶液的浓度分别为 0.00, 20.00, 40.00, 60.00, 80.00, 100.00 微克/毫升。

4.2.3 仪器

在仪器最佳工作条件下，凡达到下列指标的原子吸收分光光度计均可使用。PE-3030 型仪器工作条件见附录 A。

最低灵敏度：等差浓度系列标准溶液中，最高浓度标准溶液的吸光度不低于 0.20。

工作曲线线性：等差浓度系列标准溶液中，最高浓度与次高浓度标准溶液吸光度的差值不小于最低浓度标准溶液与零浓度溶液吸光度差值的 0.7 倍。

最小稳定性：最高浓度标准溶液与零浓度溶液多次测量所得到的吸光度相对于最高浓度标准溶液吸光度平均值的百分变异系数，应分别不大于 1.2% 和 1.0%。变异系数的计算见附录 B。

4.2.4 工作曲线的绘制

在与 4.2.5 相同的仪器条件下，测定等差浓度系列标准溶液的吸光度，减去试剂空白后，以测得的吸光度为纵坐标，二氧化硅的浓度为横坐标，绘制工作曲线。

4.2.5 分析步骤

直接取用测定母液测定，或分取一定量母液，放入容量瓶中，用水稀释至标线(母液分取量及容量瓶的容积视二氧化硅含量而定)，摇匀，供测定用。将仪器调节至最佳工作状态，在氧化亚氮 - 乙炔火焰中，于 251.6 纳米处，以水校零，测定试样溶液的吸光度。

试样溶液的吸光度减去空白后，在工作曲线上查得相应的浓度。

4.2.6 结果计算

二氧化硅的百分含量 ($X[\%]$) 按式(20)计算：

$$X[\%] = \frac{n \cdot C \cdot V \times 10^{-6}}{G} \times 100 \dots \dots \dots (20)$$

式中：n 试样溶液的总体积与所分取试样溶液的体积之比；

C 在工作曲线上查得的二氧化硅浓度，微克/毫升；

V 测定溶液体积，毫升；

G 试样重量，克。

4.3 三氧化三铝的测定

4.3.1 方法提要

分取一定量测定母液，加入氟化钾消除铝的电离，并抑制硅对铝的干扰。在氧化亚氮 - 乙炔火焰中，于 309.3 纳米处测定吸光度。

4.3.2 试剂

a. 2% 氟化钾溶液：称取 32.4 克氟化钾 ($KF \cdot 2H_2O$) 于塑料烧杯中，加适量水溶解，稀释至 1000 毫升，移入塑料瓶中保存。

b. 氧化钙溶液 (约 5000 微克/毫升)。

c. 盐酸。

d. 盐酸 (1 + 1)。

e. 三氧化二铝标准溶液（1000 微克/毫升）：准确称取 0.5292 克铝丝（光谱纯）于 250 毫升烧杯中，加 150 毫升水。再加入 50 毫升盐酸及 5 毫克氯化汞（ HgCl_2 ）低温加热至全部溶解，冷却后将溶液移入 1 升容量瓶中，弃残留汞球，加水稀释至标线，摇匀。

f. 三氧化二铝标准溶液（100 微克/毫升）：准确量取 50 毫升三氧化二铝标准溶液（1000 微克/毫升），放入 500 毫升容量瓶中，加水稀释至标线，摇匀。

g. 等差浓度系列标准溶液：准确量取

0.00, 5.00, 10.00, 15.00, 20.00, 25.00, 30.00, 35.00 毫

升三氧化二铝标准溶液（100 微克/毫升），分别置于 100 毫升容量瓶中，加入 6 毫升盐酸，13.5 毫升氧化钙溶液（约 5000 微克/毫升），加水稀释至标线，摇匀。该系列溶液的浓度分别为：0.00, 5.00, 10.00, 15.00, 20.00, 25.00, 30.00, 35.00 微克/毫升。

4.3.3 仪器

在仪器最佳工作条件下，凡达到下列指标的原子吸收分光光度计均可使用。PE-3030 型仪器工作条件见附录 A。

最低灵敏度：等差浓度系列标准溶液中最高浓度标准溶液的吸光度不小于 0.100。

工作曲线线性：等差浓度系列标准溶液中，最高浓度与次高浓度标准溶液吸光度的差值不小于最低浓度愚问 热玆何 舛快钕档? .7 倍。

最小稳定性：最高浓度标准溶液与零浓度溶液多次测量所得的吸光度相对于最高浓度标准溶液吸光度的平均值的百分变展览纱数，应分别不大于 1.2% 和 0.6%。变异系数的计算见附录 B。

4.3.4 工作曲线的绘制

在与 4.3.5 相同的仪器条件下，测定等差浓度系列标准溶液的吸光度，减去试剂空白后，以测得的吸光度为纵坐标，三氧化二铝为横坐标，绘制工作曲线。

4.3.5 分析步骤

准确量取 100 毫升测定母液，放入 150 毫升容量瓶中，加入 7.5 毫升 2% 氟化钾溶液，用水稀释至标线，摇匀，供测定用。将仪器调节至最佳工作状态，在氧化亚氮 - 乙炔火焰中，于 309.3 纳米处，用水校零，分别测定试样溶液的吸光度。

试样溶液的吸光度减去空白后，在工作曲线上查得相应的浓度。

4.3.6 结果计算

三氧化二铝的百分含量（ $X[\quad]$ 3）按式（21）计算：

$$X[\text{Fe}] = \frac{n \cdot C \cdot V \times 10^{-6}}{G} \times 100 \dots \dots \dots (21)$$

式中：n 试样溶液总体积与所分取试样溶液的体积之比；

C 在工作曲线上查得的三氧化二铁浓度，微克/毫升；

V 测定溶液体积，毫升；

G 试样重量，克。

4.4 三氧化二铁的测定

4.4.1 方法提要

直接取用或分取一定量测定母液，加入铈盐，消除硅、铝对铁的抑制干扰。在空气-乙炔火焰中于 248.3 纳米处测定吸光度。

4.4.2 试剂

- a. 盐酸。
- b. 盐酸(1+1)。
- c. 5%铈溶液。
- d. 硝酸。
- e. 三氧化二铁标准溶液(100 微克/毫升)：准确称取 0.1000 克三氧化二铁(高纯试剂，已于 950℃灼烧 1 小时)，于 300 毫升烧杯中，加入 50 毫升水，30 毫升盐酸(1+1)。2 毫升硝酸。低温加热至全部溶解，冷却后，移入 1 升容量瓶中，用水稀释至标线，摇匀。
- f. 等差浓度系列标准溶液：准确量取 0.00, 2.00, 4.00, 6.00, 8.00, 10.00 毫升三氧化二铁标准溶液(1000 微克/毫升)，分别放入 100 毫升容量瓶中，加 5 毫升盐酸，2 毫升 5%铈溶液，用水稀释至标线，摇匀。该系列溶液的浓度分别为 0.00, 2.00, 4.00, 6.00, 8.00, 10.00 微克/毫升。

4.4.3 仪器

在仪器最佳工作条件下，凡达到下列指标的原子吸收分光光度计均可使用。PE-3030 型仪器工作条件见附录 A。

最低灵敏度：等差浓度系列标准溶液中最高浓度标准溶液的吸光度不小于 0.3。

工作曲线线性：等差浓度系列标准溶液中，最高浓度与次高浓度标准溶液吸光度的差值不小于最低浓度与零浓度溶液吸光度差值的 0.7 倍。

最小稳定性：最高浓度标准溶液与零浓度溶液多次测量所得的吸光度相对于最高浓度标准溶液吸光度为纵坐标，三氧化二铁浓度为横坐标绘制工作曲线。

4.4.5 分析步骤

直接取用测定母液测定，或分取一定量测定母液，放入容量瓶中，分别加放盐酸(使溶液盐酸浓度为 6%，按体积计)，5% 锑溶液(使测定溶液中锑浓度为 0.1%)，用水稀释至准线(母液分取量及容量瓶的容积视三氧化二铁含量而定)，摇匀，供测定用。

将仪器调节至最佳工作状态，在空气 - 乙炔火焰中，于 248.3 纳米处，以水校零，测定试样溶液的吸光度。

试样溶液的吸光度减去空白后，在工作曲线上查得三氧化二铁的浓度。

4.4.6 结果计算

试样中三氧化二铁的百分含量($X[\text{Fe}_2\text{O}_3]$)按式(22)计算：

$$X[\text{Fe}_2\text{O}_3] = \frac{n \cdot C \cdot V \times 10^{-6}}{G} \times 100 \dots \dots \dots (22)$$

式中：n 试样溶液总体积与所分取试样溶液的体积之比；

C 在工作曲线上查得的三氧化二铁浓度，微克/毫升；

V 测定溶液体积，毫升；

G 试样重量，克。

4.5 氧化镁的测定

4.5.1 方法提要

分取测定母液，加入锑盐，消除硅、铝、钛对镁的抑制干扰，在空气 - 乙炔火焰中，于 285.2 纳米处测定吸光度。

4.5.2 试剂

a. 盐酸。

b. 盐酸(1+1)。

c. 5% 锑溶液。

d. 氧化镁标准溶液(1000 微克/毫升)：准确称取 1.0000 克氧化镁(优级纯，已于 600℃ 灼烧 1.5 小时)，于 250 毫升烧杯中。加 50 毫升水，再缓缓加入 20 毫升盐酸(1+1)，低温加热至全部溶解，冷却后，移入 1 升容量瓶中，用水稀释至标线，摇匀。

e. 氧化镁标准溶液(50 微克/毫升)：准确量取 25 毫升氧化镁标准溶液，放入 500 毫升容量瓶中，加水稀释至标线，摇匀。

f. 等差浓度系列标准溶液：准确量取 0.00, 0.40, 0.80, 1.20, 1.60, 2.00 毫升氧化镁标准溶液(50 微克/毫升)，分别置于 100 毫升容量瓶中，加 6 毫升盐酸，2 毫升 5% 锶溶液，用水稀释至标线，摇匀。该系列溶液的浓度分别为 0.00, 0.20, 0.40, 0.60, 0.80, 1.00 微克/毫升。

4.5.3 仪器

在仪器最佳工作条件下，凡达到下列指标的原子吸收分光光度计均可使用。PE-3030 型仪器工作条件见附录 A。

最低灵敏度：等差浓度系列标准溶液中最高浓度标准溶液的吸光度不低于 0.4。

工作曲线线性：等差浓度系列标准溶液中，最高浓度与次高浓度标准溶液吸光度的差值不小于最低浓度与零浓度溶液吸光度差值的 0.7 倍。

最小稳定性：最高浓度标准溶液与零浓度溶液多次测量所得的吸光度相对于最高浓度标准溶液吸光度的平均值的百分变异系数，应分别不大于 1.0% 和 0.5%。变异系数的计算见附录 B。

4.5.4 工作曲线的绘制

在与 4.5.5 相同的仪器条件下，测定等差浓度系列标准溶液的吸光度，减去试剂空白后，以测得的吸光度为纵坐标，氧化镁浓度为横坐标，绘制工作曲线。

4.5.5 分析步骤

分取一定量测定母液，放入容量瓶中，分别加入盐酸(使溶液盐酸浓度为 6%，按体积计)，5% 锶溶液(使测定溶液中锶浓度为 0.1%)，用水稀释至标线(母液分取量及容量瓶的容积视氧化镁含量而定)，摇匀，供测定用。

将仪器调节至最佳工作状态，在空气 - 乙炔火焰中，于 2852 纳米处，以水校零，测定试样溶液的吸光度。

试样溶液的吸光度减去空白后，在工作曲线上查得相应的浓度。

4.5.6 结果计算

氧化镁的百分含量(X [%])按式(23)计算：

$$X [\%] = \frac{n \cdot C \cdot V \times 10^{-6}}{G} \times 100 \dots \dots \dots (23)$$

式中：n 试样溶液总体积与所分取试样溶液的体积之比；

C 在工作曲线上查得的氧化镁浓度，微克/毫升；

V 测定溶液体积，毫升；

G 试样重量，克。

4.6 氧化钾的测定

4.6.1 方法提要

4.6.1.1 直接取用或分取一定量测定母液，以铯盐消除钾的电离，在空气 - 乙炔火焰中，于 766.5 纳米处测定吸光度。

4.6.1.2 直接取用或分取一定量测定母液，以铈盐消除硅、铝的化学干扰，使用 1.5 毫米 × 100 毫米燃烧头，在空气 - 液化石油气火焰中，于 766.5 纳米处测定吸光度。

4.6.2 试剂

- a. 盐酸。
- b. 5 % 铯溶液。
- c. 5 % 铈溶液。
- d. 氧化钾标准溶液(100 微克/毫升)：准确称取 0.1583 克氯化钾(光谱纯，已于 130-150 °C 烘过 2 小时)，于 250 毫升烧杯中，加适量水溶解后，移入 1 升容量瓶中，用水稀释至标线，摇匀，贮存于塑料瓶中。
- e. 等差浓度系列标准溶液：准确量取 0.00, 0.50, 1.00, 1.50, 2.00 毫升氧化钾标准溶液(100 微克/毫升)，分别置于 100 毫升容量瓶中，加 6 毫升盐酸，2 毫升 5% 铯溶液(用于空气 - 乙炔火焰)或 2 毫升 5% 铈溶液(用于空气 - 液化石油气火焰)，用水稀释至标线，摇匀。该系列溶液的浓度分别为 0.00, 0.50, 1.00, 1.50, 2.00 微克/毫升。

4.6.3 仪器

在仪器最佳工作条件下，凡达到下列指标的原子吸收分光光度计均可使用。PE-3030 仪器工作条件见附录 A。

最低灵敏度：等差浓度系列标准溶液中，最高浓度标准溶液的吸光度不低于 0.25。

工作曲线线性：等差浓度系列标准溶液中最高浓度与次高浓度标准溶液吸光度的差值不小于最低浓度与零浓度溶液吸光度差值的 0.7 倍。

最小稳定性：最高浓度标准溶液与零浓度溶液多次测量所得的吸光度相对于最高浓度标准溶液吸光度平均值的百分变异系数，应分别不大于 1.0% 和 0.5%。变异系数的计算见附录 B。

4.6.4 工作曲线的绘制

在与 4.6.5 相同的仪器条件下，测定等差浓度系列标准溶液的吸光度，减去试剂空白后，以测得的吸光度为纵坐标，氧化钾浓度为横坐标，绘制工作曲线。

4.6.5 分析步骤

直接取用测定母液测定，或分取一定量测定母液放入容量瓶中(母液分取量，容量瓶的容积视氧化钾含量而定)，分别加入盐酸(使溶液盐酸浓度为 6%，按体积计)，5 % 铯溶液(使其浓度为 0.1%，用于空气 - 乙炔火焰)或 5% 锶溶液(使其浓度为 0.1%，用于空气 - 液化石油气火焰)，用水稀释至标线，摇匀，供测定用。

将仪器调节至最佳工作状态，在空气 - 乙炔火焰或空气 - 液化石油气火焰中，于 766.5 纳米处，以水校零，测定试样溶液的吸光度。

试样溶液的吸光度减去空白后，在工作曲线上查得氧化钾的浓度。

4.6.6 结果计算

氧化钾的百分含量($X[\text{K}]$)按式(24)计算：

$$X[\text{K}] = \frac{n \cdot C \cdot V \times 10^{-6}}{G} \times 100 \dots \dots \dots (24)$$

式中： n 试样溶液总体积与所分取试样溶液的体积之比；

C 在工作曲线上查得的氧化钾浓度，微克/毫升；

V 测定溶液体积，毫升；

G 试样重量，克。

4.7 氧化钠的测定

4.7.1 方法提要

4.7.1.1 直接取用或分取一定量测定母液以铯盐消除钠的电离干扰，在空气 - 乙炔火焰中，于 589.0 纳米处测定吸光度。

4.7.1.2 直接取用或分取一定量测定母液，以锶盐消除硅、铝的化学干扰，使用 1.5 毫米 × 100 毫米燃烧头，在空气 - 液化石油气火焰中，于 589.0 纳米处测定吸光度。

4.7.2 试剂

a. 盐酸。

b. 5% 铯溶液。

c. 5 % 锶溶液。

d. 氧化钠标准溶液(50 微克/毫升)：准确称取 0.0943 克氯化钠(光谱纯，已于 130-150℃ 烘过 2 小时)，于 250 毫升烧杯中，加适量水溶解移入 1 升容量瓶中，用水稀释至标线，摇匀，贮存于塑料瓶中。

e. 等差浓度系列标准溶液：准确量取 0.00, 0.40, 0.80, 1.20, 1.60, 2.00 毫升氧化钠标准溶液(50 微克/毫升)，分别置于 100 毫升容量瓶中。加入 6 毫升盐酸，2 毫升 5% 铯溶液(用于空气 - 乙炔火焰)或 2 毫升 5% 铈溶液(用于空气 - 液化石油气火焰)，用水稀释至标线，摇匀。

该系列溶液的浓度分别为 0.00, 0.20, 0.40, 0.60, 0.80, 1.00 微克/毫升。

4.7.3 仪器

仪器最佳工作条件下，凡达到下列指标的原子吸收分光光度计均可使用。PE-3030 型仪器工作条件见附录 A。

最低灵敏度：等差浓度系列标准溶液中，最高浓度标准溶液的吸光度不低于 0.25。

工作曲线线性：等差浓度系列标准溶液中最高浓度与次高浓度标准溶液吸光度的差值不小于最低浓度与零浓度溶液吸光度差值的 0.7 倍。

最小稳定性：最高浓度标准溶液与零浓度溶液多次测量所得的吸光度相对于最高浓度标准溶液吸光度平均值的百分变异系数，应分别不大于 1.0% 和 0.5%。变异系数的计算见附录 B。

4.7.4 工作曲线的绘制

在与 4.7.5 相同的仪器条件下，测定等差浓度系列标准溶液的吸光度，减去试剂空白后，以测得的吸光度为纵坐标，氧化钾为横坐标，绘制工作曲线。

4.7.5 分析步骤

直接取用测定母液测定，或分取一定量测定母液放入容量瓶中(母液分取量，容量瓶容积视氧化钠含量而定)，分别加入盐酸(使溶液盐酸浓度为 6%，按体积计)。5% 铯溶液(使其浓度为 0.1%，用于空气 - 乙炔火焰)，或 5% 铈溶液(使其浓度为 0.1%，用于空气 - 液化石油气火焰)，用水稀释至标线，摇匀，供测定用。

将仪器调节至最佳工作状态，在空气 - 乙炔火焰或空气 - 液化石油气火焰中，于 589.0 纳米处，以水校零，测定试样溶液的吸光度。

试样溶液的吸光度减去空白后，在工作曲线上查得氧化钠的浓度。

4.7.6 结果计算

氧化钠的百分含量(X []8)按式(25)计算：

$$X []8 = \frac{n \cdot C \cdot V \times 10^{-6}}{G} \times 100 \dots \dots \dots (25)$$

式中：n 试样溶液总体积与所分取试样溶液的体积之比；
C 在工作曲线上查得的氧化钠浓度，微克/毫升；
V 测定溶液体积，毫升；
G 试样重量，克。

5 分析结果的允许差

5.1 分析结果的允许差范围如下表：

测定项目	含量，%	室内允许差，%	室间允许差，%
烧失量		0.25	-
SiO ₂	< 0.5	0.07	0.10
	> 0.5-2.0	0.10	0.15
	> 2.0-7.0	0.15	0.20
	> 7.0	0.20	0.30
Fe ₂ O ₃	< 0.5	0.05	0.10
	0.5	0.10	0.15
Al ₂ O ₃ +TiO ₂	< 0.5	0.05	0.10
	0.5	0.10	0.20
CaO		0.25	0.40
MgO	< 1.0	0.10	0.15
	0.1-0.5	0.15	0.20
	> 0.5	0.20	0.30
TiO ₂	< 0.1	0.02	0.02
	0.1	0.04	0.06
K ₂ O	< 0.1	0.02	0.03
	0.1-0.5	0.05	0.08
	> 0.5	0.10	0.15
Na ₂ O	< 0.1	0.03	0.05
	0.1	0.04	0.06

5.2 关于允许差的几点说明：

5.2.1 在同一实验室内，采用本方法分析同一试样时，每一项目须独立地进行两次测定，取平均值为报告值。如两次分析结果之差超出室内允许差范围，则应进行第三次测定，所得分析结果与前两次或任一次分析结果之差符合室内允许差规定时，则取平均值为报告值，否则，应但原因，重新按上述规定进行分析。

5.2.2 两个实验室，采用本方法对同一试样各自进行分析时，每一项目分析结果平均值之差应符合室间允许差的规定。如有争议，应商定请另一单位按本方法进行仲裁分析，以仲裁单位报出的结果为准。与原分析结果比较，若两个测定结果之差值符合室间允许差的规定，则认为原分析结果无误，若超差则认为不准确。

附录 A (参考件)

使用美国 PE-3030 原子吸收分光光度计测定各元素的参考条件如下：

元素	分析线 波 长 mm	灯电流 mA	狭缝 宽度 mm	火焰 类型	火焰性质 助/燃	燃烧器 类 型 mm	观察高度 mm	测量线 性范围 ppm	元素的特 性浓度 ppm/1%
Fe	248.3	35	0.2	空气 -乙炔	化学计量	0.8 × 100	7	5	0.10
Mg	285.2	8	0.7	空气 -乙炔	化学计量	0.8 × 100	7.5	0.5	0.0078
K	766.5	12	0.2	空气 -乙炔	贫燃气	0.8 × 100	8.5	2.0	0.043
K	766.5	12	0.2	空气-液 化石油气	化学计量 或贫燃气	1.5 × 100	内焰上方	2.0	0.032
Na	589.0	8	0.2	空气- 乙炔	贫燃气	0.8 × 100	8.5	1.0	0.012
Na	589.0	8	0.2	空气-液 化石油气	化学计量 或贫燃气	1.5 × 100	内焰上方	1.0	0.011
Si	251.6	40	0.2	氧化亚氮 -乙炔	氧化性 1.24	0.8 × 50	6	150	2.1
Al	309.3	35	0.7	氧化亚氮 -乙炔	氧化性 1.05	0.8 × 50	6	100	1.1

附录 B 最小稳定性变异系数的计算（补充件）

最高浓度标准溶液与零浓度溶液吸光度相对于最高浓度标准溶液吸光度平均值的百分变异系数按式（B 1）、（B 2）计算：

$$S_c = \frac{100}{\bar{C}} \frac{\left[\frac{\sum (C - \bar{C})^2}{n - 1} \right]^{1/2}}{\bar{C}} \dots\dots\dots (B1)$$

$$S_0 = \frac{100}{\bar{C}} \frac{\left[\frac{\sum (O - \bar{O})^2}{n - 1} \right]^{1/2}}{\bar{C}} \dots\dots\dots (B2)$$

式中：S_c 最高浓度标准溶液吸光度的百分变异系数；

S₀ 零浓度溶液吸光度的百分变异系数；

\bar{C} 最高浓度标准溶液吸光度的平均值；

C 最高浓度标准溶液的吸光度；

\bar{O} 零浓度溶液吸光度的平均值；

O 零浓度溶液的吸光度；

n 测量次数。

附录 C 推荐性方法（用于例行分析）（参考件）

C.1 氟的测定

C.1.1 方法提要

试样经碱熔后用水浸取，在锌盐存在下，将 pH 调至 8-9 以分离干扰离子，经干过滤后，分取部分滤液于 pH4.5 的 34% 丙酮介质中形成镧 - 茜素络合剂 - 氟三元络合物，进行比色。

C.1.2 试剂与仪器

- a. 碳酸钠（固体）
- b. 氢氧化钠（固体）。
- c. 硝酸锌溶液：50 克氧化锌溶于 300 毫升硝酸(1+1)，以水稀释至 1 升。
- d. 乙酸 - 乙酸钠缓冲溶液(pH4.0-4.2)：称取 60 克乙酸钠($\text{NaAC} \cdot 3\text{H}_2\text{O}$)溶于水中，加入 115 毫升冰乙酸，以水稀释至 1 升，摇匀(用 pH 计或精密试纸检验)。
- e. 0.04M 氯化镧溶液：称取 1.6292 克氧化镧(La_2O_3 ，分析纯)，加少量水，在搅拌下滴加盐酸(1+1)加热溶解，冷却后用水稀释至 250 毫升。
- f. 显色剂：称取 0.0965 克茜素络合剂(简称 ALC)，用数滴水湿润，加入氨水(1+1)1 毫升缓慢溶解，依次加丙酮 125 毫升，pH4.0-4.2 的缓冲溶液 50 毫升，0.04M 氯化镧溶液 6.5 毫升，用水稀释至 250 毫升，摇匀(此溶液至少能稳定一周)。
- g. 1% 酚酞指示剂乙醇溶液：将 1 克酚酞溶于 100 毫升乙醇中。
- h. 2% 氢氧化钠溶液：2 克氢氧化钠溶于 100 毫升水中保存于塑料瓶内。
- i. 乙酸(1+8)：将 1 体积的乙酸与 8 体积水混合。
- j. 氟标准溶液(A)：准确称取 0.2210 克氟化钠(NaF ，优级纯，置于铂坩埚内已于 120℃ 烘过 2 小时)于 300 毫升烧杯中，用水溶解后移入 1000 毫升容量瓶中，用水稀释至标线，摇匀。贮存于塑料瓶内，此溶液每毫升含有 0.1 毫克氟。
- k. 氟标准溶液(B)：吸取上述溶液 100 毫升，放入 1000 毫升容量瓶中，用水稀释至标线，摇匀，贮存于塑料瓶内，此溶液每毫升含有 10 微克氟。
- l. 分光光度计：721 型或类似性能的仪器。

C.1.3 工作曲线的绘制

准确量取 0.00, 0.50, 1.00, 1.50, 2.00, 2.50, 3.00 毫升氟标准溶液(每毫升含有 10 微克氟), 分别放入 50 毫升容量瓶中(分别相当于 0.00, 5.00, 10.00, 15.00, 20.00, 25.00, 30.00 微克氟), 用水稀释至约 20 毫升, 加入 1% 酚酞指示剂乙醇溶液 1 滴, 用 2% 氢氧化钠溶液调节溶液呈红色, 再用乙酸调至无色。加入丙酮 12 毫升, 准确加入显色剂 10 毫升, 立即用水稀释至标线, 摇匀。放置 30 分钟后, 用分光光度计以试剂空白为参比, 使用 20 毫米比色皿, 在波长 620 纳米处测定吸光度, 然后按测得吸光度读数与比色溶液浓度的关系绘制工作曲线。

C.1.4 分析步骤

称取试样约 0.3 克于镍坩埚中, 加入 2 克氢氧化钠, 1.5 克碳酸钠, 从低温开始于 500℃ 下熔融 20-30 分钟, 取出坩埚, 冷却至室温。将坩埚及盖置于 250 毫升烧杯中, 加入 70-90 毫升热水浸取, 加热至熔块溶解后, 洗净坩埚及盖。加入 6 毫升硝酸锌溶液, 1-3 滴酚酞指示剂溶液, 滴加硝酸(1+1)使溶液呈现微红色(溶液 pH8-9), 在搅拌下于水浴上煮沸 30 分钟, 取下冷却后, 移入 250 毫升容量瓶中, 用水稀释至标线, 摇匀。

吸取 10 毫升(使比色测定体系中氟含量不超过 30 微克)清液或干过滤的滤液于 50 毫升容量瓶中, 用水稀释至约 20 毫升, 以下操作同 C.1.3。

C.1.5 结果计算

氟的百分含量 (X 10) 按式 (C1) 计算:

$$X 10 = \frac{C \cdot n \times 10^{-6}}{G} \times 100 \dots\dots\dots (C1)$$

式中: C 在工作曲线上查得每 50 毫升被测定溶液中氟的含量, 微克;

n 试样溶液的总体积与所分取试样溶液的体积之比;

G 试样重量, 克。

C.2 游离二氧化硅的测定

C.2.1 方法提要

热的浓磷酸几乎能溶解所有硅酸盐矿物, 但对石英(游离二氧化硅)的溶解度小, 利用此特性进行分离, 以重量法进行测定。

C.2.2 试剂

- a. 磷酸。
- b. 氟硼酸。

c. 0.2%硝酸铵洗液：称取 2 克硝酸铵溶于 1 升水中，加 0.2%甲基红溶液 2 滴，滴加氨水 (1+1)至溶液刚呈黄色。

C.2.3 分析步骤

称取约 1 克试样于 200 毫升干燥的高型烧杯中，沿杯壁加入磷酸 30 毫升，在杯口反盖上合适的无颈漏斗，置于已预先升温的电炉上(功率为 800 瓦)，加热煮沸 6-7 分钟，取下冷至 50-60 后，以水吹洗无颈漏斗，再加 70-80 的热水 50 毫升，充分搅拌后加入氟硼酸 10 毫升，在 50 水浴中保温半小时(中间搅拌两次)，以慢速滤纸过滤，用 0.2 %硝酸铵溶液洗涤烧杯和沉淀至不显酸性。沉淀连同滤纸移入已恒重的瓷坩埚中，低温灰化后，于 950-1050 高温下灼烧 1 小时，取出坩埚，置于干燥器中冷至室温，称量。如此反复灼烧直至恒重。

C.2.4 结果计算

游离二氧化硅的百分含量(X 11)按式(C 2)计算：

$$X 11 = \frac{G 1 - G 2}{G} \times 100 \dots \dots \dots (C 2)$$

式中：G 1 沉淀加坩埚重量，克；

G 2 空坩埚重量，克；

G 试样重量，克。

附加说明：

本标准由国家建筑材料工业局提出，由建筑材料科学研究院归口。

本标准由建筑材料科学研究院水泥科学研究所负责起草。

本标准主要起草人肖飏平、俞淑莺、肖扬。

本标准委托建筑材料科学研究院水泥科学研究所负责解释。