

陶瓷用石膏化学分析方法

1 主题内容与适用范围

本标准规定了石膏吸附水、结晶水、酸不溶物、三氧化硫、氧化钙、氧化镁、二氧化硅、三氧化二铝、三氧化二铁、二氧化钛、氧化钾、氧化钠成分的分析方法。

本标准适用于含二水硫酸钙为主要成分的天然石膏和含半水硫酸钙为主要成分的陶瓷模用石膏粉的定量化学分析。

2 通则

2.1 分析用水为蒸馏水或相应纯度的脱离子水。

2.2 除特别指明者外,分析用试剂使用分析纯试剂;标准溶液标定使用基准试剂;所用的溶液均指水溶液。

2.3 分析用仪器及容量器具,须定期经法定计量检定部门检定合格。

2.4 分析过程中的恒重为处理前后两次之间的重量之差不大于 0.2 mg,称量的精度准确至 0.1 mg。

2.5 空白试验须按试样分析步骤同时进行,并以试剂空白值对分析结果进行校正。

2.6 当酸不溶物小于 2%时,取酸溶法溶液进行三氧化硫(SO₃)、氧化钙(CaO)、氧化镁(MgO)、三氧化二铝(Al₂O₃)、三氧化二铁(Fe₂O₃)的测定;酸不溶物大于 2%时,用碱熔法的溶液进行三氧化硫(SO₃)、氧化钙(CaO)、氧化镁(MgO)、三氧化二铝(Al₂O₃)、三氧化二铁(Fe₂O₃)、二氧化钛(TiO₂)、二氧化硅(SiO₂)的测定。

2.7 分析结果以百分数表示,平行测定结果之差不大于本标准规定的分析允差,且全分析各组分的总和在 99.50~100.50 时,允许取其平均值为报出结果。

2.8 试验报告应包括下列内容:

- a. 送检单位、抽样人、送检日期;
- b. 试样名称、编号、要求分析项目;
- c. 分析方法的标准编号及名称;
- d. 分析结果;
- e. 分析者、审核者签名、分析单位盖章;
- f. 结果报出日期;
- g. 其他对分析结果有关的说明。

3 试剂

3.1 2N 盐酸。

3.2 1%硝酸银溶液。

3.3 1:1 氢氧化铵。

3.4 1:1 盐酸。

3.5 2%乙二胺四乙酸二钠(EDTA)溶液。

QB/T 1641—1992

- 3.6 10%氯化钡溶液。
 3.7 0.2%甲基红乙醇溶液。
 3.8 0.5%盐酸。
 3.9 30%三乙醇胺。
 3.10 25%氢氧化钾溶液。
 3.11 碳酸钙:优级纯。
 3.12 钙黄绿素混合指示剂:称取 20 g 氯化钾,加 0.2 g 钙黄绿素,0.12 g 麝香草酚蓝研细混匀,贮存于磨口称量瓶中(此三种试剂均需在 105~110℃烘干)。
 3.13 0.01 M 乙二胺四乙酸二钠溶液。
 3.14 氧化钙标准溶液:1 mL 含 1 mg 氧化钙。

精确称取经 105~110℃烘 2 h 的优级纯碳酸钙 0.892 4 g,置于 500 mL 烧杯中,加 50 mL 水,逐滴加 1:1 盐酸 20 mL,加热使碳酸钙完全溶解,冷却至室温后,移入 500 mL 容量瓶中以水稀释至刻度,摇匀。

3.15 氧化钙标准溶液的标定方法

准确吸取 3.14 条中的溶液 10 mL 于 250 mL 烧杯中,加水 100 mL,30%三乙醇胺 5 mL,20%氢氧化钾 20 mL,用玻璃棒搅匀溶液后,加适量钙黄绿素混合指示剂,在黑色背景下以 0.01 M EDTA 溶液滴定至绿色荧光消失并呈紫红色为终点,记下所消耗 EDTA 毫升数 V 。

EDTA 标准溶液对氧化钙滴定度按式(1)计算。

$$T_{\text{CaO}} = \frac{W}{V} \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中: T_{CaO} ——1 mL EDTA 标准溶液相当于氧化钙的毫克数;

W ——吸取氧化钙的毫克数;

V ——消耗 EDTA 毫升数。

3.16 酸性铬蓝 K-萘酚绿 B 混合指示剂

称取 20 g 氯化钾,加 0.16 g 酸性铬蓝 K,加 0.48 g 萘酚绿 B 在瓷研钵中,研细混匀,贮存于磨口称量瓶中(此三种试剂均在 105~110℃烘干)。

3.17 EDTA 标准溶液对氧化镁滴定度按式(2)计算。

$$T_{\text{MgO}} = T_{\text{CaO}} \times \frac{40.32}{56.08} \quad \dots\dots\dots(2)$$

式中: T_{MgO} ——1 mL EDTA 标准溶液相当于氧化镁的毫克数;

40.32——氧化镁分子量;

56.08——氧化钙分子量。

- 3.18 0.1%对硝基酚。
 3.19 0.2%二甲基苯酚橙。
 3.20 pH≈6 乙酸-乙酸铵缓冲溶液。
 3.21 0.01 M 乙酸锌溶液。
 3.22 三氧化二铝标准溶液:1 mL 含 1 mg 三氧化二铝。

精确称取已在干燥器中干燥过的优级纯硫酸铝钾($\text{KAl}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$)9.305 2 g,置于烧杯中,溶解后移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

3.23 EDTA 标准溶液与乙酸锌标准溶液对滴时体积比 K 值的标定。

准确移取 0.01 M EDTA 标准溶液 20 mL 于 250 mL 三角烧瓶中,加水 50 mL,加 pH≈6 乙酸-乙酸铵缓冲溶液 5 mL,加 0.2%二甲基苯酚橙指示剂 1~2 滴,用 0.01 M 乙酸锌标准溶液滴定至溶液呈微红色为终点,记下所消耗 0.01 M 乙酸锌标准溶液的体积 V 。 K 按式(3)计算。

$$K = 20/V \quad \dots\dots\dots(3)$$

式中: K ——1 毫升乙酸锌标准溶液相当于 EDTA 标准溶液的体积(即对滴时的体积比), mL;

V ——消耗乙酸锌标准溶液的毫升数。

3.24 EDTA 标准溶液对三氧化铝的滴定度 T 的标定。

准确移取 5 mL 三氧化二铝标准溶液和 0.01 M EDTA 标准溶液 20 mL 于 250 mL 三角烧瓶中,加水至 100 mL 左右,加入 5 mL 乙酸-乙酸铵缓冲溶液,以下按 3.23 条中 K 标定的步骤进行,记下所消耗的 0.01 M 乙酸锌标准溶液的体积 V_1 ,按式(4)计算滴定度 T 。

$$T = \frac{5 \times C}{20 - KV_1} \quad \dots\dots\dots(4)$$

式中: C ——三氧化二铝标准溶液浓度, mg/mL;

K ——3.23 条中换算系数;

V_1 ——0.01 M 乙酸锌标准溶液消耗毫升数。

3.25 2% 抗坏血酸(新鲜配制)。

3.26 1 M 柠檬酸。

3.27 0.1 N 乙酸溶液。

3.28 0.1 N 乙酸钠溶液。

3.29 pH \approx 3 乙酸-乙酸钠缓冲溶液。

3.30 0.4% 邻菲罗啉溶液。

3.31 三氧化二铁标准溶液:1 mL 含 0.01 mg 三氧化二铁。

精确称取 0.4911 g 优级纯硫酸亚铁铵[FeSO₄·(NH₄)₂SO₄·6H₂O]于 250 mL 烧杯中,加入 1:1 硫酸 10 mL,水 50 mL,加热溶解,冷至室温后,移入 1 000 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,吸取此液 50 mL 于 500 mL 容量瓶中,稀释至刻度,摇匀。

3.32 1 N 硫酸。

3.33 5% 二氨基比啉甲烷的 1 N 盐酸溶液。

3.34 二氧化钛标准溶液:1 mL 含 0.01 mg 二氧化钛。

精确称取 0.1 g 二氧化钛,加 1 g 焦硫酸钾熔融,冷却后用 1 N 硫酸溶解,称入 1 000 mL 容量瓶中,用 1 N 硫酸稀释至刻度摇匀,用移液管移取此液 10 mL 于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

3.35 10% 氢氧化钠溶液。

3.36 10% 钼酸铵溶液。

3.37 10% 抗坏血酸溶液(新鲜配制)。

3.38 二氧化硅:优级纯。

3.39 1 N 盐酸。

3.40 95% 乙醇。

3.41 0.2% 高锰酸钾溶液。

3.42 二氧化硅标准溶液:1 mL 含 0.1 mg 二氧化硅。

精确称取经 1 000°C 灼烧 1 h 的二氧化硅 0.1 g,置于铂金坩埚中,加 2 g 无水碳酸钠,混匀,置于 1 000°C 加热至完全熔融,冷却后洗至烧杯中,加热溶清,移入 1 000 mL 容量瓶中稀释至刻度,摇匀,贮存于塑料瓶中。

3.43 氧化钾标准储备液的配制:每毫升含 1 mg 氧化钾。

精确称取 105~110°C 烘干 2 h 的氯化钾 1.583 0 g,置于烧杯中,加水溶解,移入 1 L 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

3.44 氧化钠标准储备液的配制:每毫升含 1 mg 氧化钠。

精确称取 105~110°C 烘干 2 h 的氯化钠 1.885 8 g,置于烧杯中,加水溶解,移入 1 L 容量瓶中,用

QB/T 1641—1992

水稀释至刻度,摇匀。

3.45 氧化钾使用标准溶液的配制:1 mL 含 0.01 mg 氧化钾。

精确移取 3.43 条中的储备液 10 mL 于 100 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,摇匀。

3.46 氧化钠使用标准溶液的配制:1 mL 含 0.01 mg 氧化钠。

精确移取 3.44 条中的储备液 2 mL 于 200 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,摇匀。

4 仪器

4.1 原子吸收分光光度计

钾在波长 7 665 nm 的灵敏度高于 0.03 $\mu\text{g}/\text{mL}$ (1%吸收);钠在 5 890 nm 的灵敏度高于 0.01 $\mu\text{g}/\text{mL}$ (1%吸收)。

4.2 火焰分光光度计

灵敏度:钾(K)0.01 mg/mL (10 ppm)使指示器偏转 100 分格;钠(Na)0.02 mg/mL (20 ppm)使指示器偏转 100 分格。

4.3 分光光度计

灵敏度:0.012~0.01 A/3 ppm,分度值 0.01,测量范围 400~700 nm。

4.4 分析天平:分度值 0.1 mg。

4.5 可控高温箱式电阻炉:额定温度:1 000℃以上。

4.6 药物天平:感量 0.1 g。

4.7 可调电热炉盘。

4.8 电热蒸馏水器。

4.9 可调电热水浴锅。

4.10 可控电热干燥箱:灵敏度 $\pm 1^\circ\text{C}$ 。

5 试样的制备

5.1 待测试样应全部通过孔径为 0.45 mm 的标准筛,其重量不少于 50 g,并装入磨口瓶内,试验前将试样混匀,以四分法缩分至 15 g,于玛瑙钵中研磨至全部通过孔径为 0.15 mm 的标准筛,充分混匀,装入称量瓶中备用。

5.2 分析试样应置于 $(40\pm 4)^\circ\text{C}$ 烘箱烘 3 h,然后放入干燥器中冷至室温后供分析用。

5.3 酸溶试样溶液的制备

精确称取 5.2 条中的试样约 1 g,于 250 mL 烧杯中,用水润湿,盖上表皿,缓慢加入 2 N 的盐酸 50 mL,待反应停止后,用水洗净表皿与杯壁,加热煮沸 3~5 min,在沸水浴锅上保温 1 h,取下,加热水 100 mL,趁热用致密滤纸过滤于 250 mL 容量瓶中,并以热水洗至无氯离子(用硝酸银溶液检验),稀释至刻度,摇匀备用。此溶液为 A。

5.4 碱熔试样溶液的制备

精确称取 5.2 条中的试样约 1 g,置于预先熔有 4 g 氢氧化钠的银坩埚中,先以低温焙烘,然后在 600~650℃温度下熔清,冷却后,用热水洗入 250 mL 烧杯中,然后倒入预先盛有 20 mL 1:1 盐酸的烧杯中,待熔清后,移入 250 mL 容量瓶中,稀释至刻度,摇匀。此溶液为 B。

6 吸附水的测定

6.1 方法提要

由于天然石膏中硫酸钙与水分子的结合不很牢固,所以二水硫酸钙失去结晶水的温度较低,一般在 80℃以上,就开始排出结晶水,故石膏附着水分子的测定在 40℃左右进行。

6.2 分析步骤

精确称取 5.1 条中的试样约 2 g, 放入已烘干至恒重的称量瓶中, 置于烘箱于 $(40 \pm 4)^\circ\text{C}$ 烘 2 h 后, 取出, 盖上磨口塞, 于干燥器中冷至室温后称量, 反复烘干(复烘为 1 h)直至恒重。

6.3 计算

吸附水的百分含量按式(5)计算。

$$\text{吸附水}(\%) = \frac{G_1 - G_2}{G} \times 100 \quad \dots\dots\dots(5)$$

式中: G_1 ——干燥前试样加称量瓶质量, g;

G_2 ——干燥后试样加称量瓶质量, g;

G ——干燥前试样质量, g。

7 结晶水的测定

7.1 方法提要

天然石膏中的结晶水与硫酸钙结合比较疏松, 一般情况下, 结晶水在温度约 180°C 基本排除, 质地纯而结晶好的石膏排出结晶水的温度略高, 故石膏结晶水的测定在 230°C 左右进行。

7.2 分析步骤

精确称取 3.2 条中的试样约 2 g, 置于已恒重铂金坩埚(或瓷坩埚)中, 在 $(230 \pm 5)^\circ\text{C}$ 灼烧 45 min 后, 取出移入干燥器中, 冷至室温后称量, 反复灼烧(复烧为 30 min), 直至恒重。

7.3 计算

结晶水百分含量按式(6)计算。

$$\text{结晶水}(\%) = \frac{G_1 - G_2}{G} \times 100 \quad \dots\dots\dots(6)$$

式中: G_1 ——灼烧前试样质量加坩埚质量, g;

G_2 ——灼烧后试样质量加坩埚质量, g;

G ——灼烧前试样质量, g。

8 酸不溶物的测定

8.1 方法提要

试样用 2 N 盐酸溶解, 残渣在 $950 \sim 1000^\circ\text{C}$ 灼烧至恒重, 即为酸不溶物。

8.2 分析步骤

按 5.3 条中步骤进行操作, 将所得沉淀连同滤纸移入已恒重的铂坩埚(或瓷坩埚)中, 低温灰化后, 放入高温炉中由室温升温于 $950 \sim 1000^\circ\text{C}$ 灼烧 1 h, 取出, 放入干燥器中, 冷却至室温后, 称量, 反复灼烧(复烧为 30 min)直至恒重。

8.3 计算

酸不溶物按式(7)计算。

$$\text{酸不溶物}(\%) = \frac{G_2 - G_1}{G} \times 100 \quad \dots\dots\dots(7)$$

式中: G_1 ——坩埚质量, g;

G_2 ——灼烧后残渣质量加坩埚质量, g;

G ——试样质量, g。

9 三氧化硫的测定

9.1 方法提要

取酸溶或碱熔试液, 用 EDTA 络合铁, 在盐酸溶液中, 以氯化钡沉淀硫, 在 800°C 灼烧至恒重, 然后

QB/T 1641—1992

根据硫酸钡的重量换算为三氧化硫的含量。

9.2 分析步骤

准确移取溶液 A 或 B 5 mL, 以甲基红为指示剂, 用 1:1 氢氧化铵调至溶液呈黄色, 加入 1:1 盐酸 10 mL, 用水稀释至 300 mL, 加热煮沸, 缓慢加入 10% 氯化钡 15~20 mL, 煮沸 3~5 min, 取下放置过夜, 用致密滤纸过滤, 用 0.5% 盐酸洗涤烧杯及沉淀 3~4 次, 将沉淀全部移入滤纸上, 用热水洗涤沉淀至无氯离子(用硝酸银溶液检验), 将沉淀连同滤纸移入已恒重的瓷坩埚中, 低温灰化后, 放入高温炉中由室温升至 800℃ 再保温 1 h, 取出, 放入干燥器中冷却至室温后称量, 反复灼烧(复烧为 30 min) 直至恒重, 并作试剂空白试验, 从所得硫酸钡重量中扣除空白试验值。

9.3 计算

三氧化硫的百分含量按式(8)计算。

$$\text{SO}_3(\%) = \frac{(G_2 - G_1 - G_0) \times 0.3430 \times F}{G} \times 100 \quad \dots\dots\dots(8)$$

式中: G_0 ——试剂空白质量, g;

G_1 ——坩埚质量, g;

G_2 ——灼烧后沉淀物及坩埚质量, g;

G ——试样质量, g;

F ——总体积与分取试液体积之比;

0.3430——硫酸钡对三氧化硫的换算系数。

10 氯化钙和氯化镁的测定

10.1 方法提要

以三乙醇胺掩蔽铁和铝, 在 $\text{pH} \approx 12.5$ 的溶液中, 以钙黄绿素为指示剂, 用 EDTA 标准溶液滴定钙; 在 $\text{pH} \approx 10$ 时, 加酸性铬蓝 K-萘酚绿 B 混合指示剂, 用 EDTA 标准溶液滴定钙、镁含量, 镁量由含量中差减求得。

10.2 分析步骤

10.2.1 氯化钙的测定

准确移取溶液 A 或 B 10 mL 于 250 mL 烧杯中, 加水 100 mL, 30% 三乙醇胺 5 mL, 20% 氢氧化钾 20 mL。用玻璃棒搅匀溶液后, 加适量钙黄绿素混合指示剂, 在黑色背景下以 0.01 M 的 EDTA 标准溶液滴定至绿色荧光消失并呈现紫红色为终点, 记下所消耗 EDTA 毫升数 V_1 。

10.2.2 计算

氯化钙的百分含量按式(9)计算。

$$\text{CaO}(\%) = \frac{T_{\text{CaO}} \times V_1 \times F}{G \times 1000} \times 100 \quad \dots\dots\dots(9)$$

式中: V_1 ——滴定氯化钙时所消耗的 EDTA 毫升数;

T_{CaO} ——EDTA 标准溶液对氯化钙的滴定度, mg/mL;

F ——总体积与分取试液体积之比;

G ——试样质量, g。

10.2.3 氯化镁的测定

准确移取溶液 A 或 B 10 mL 于 250 mL 烧杯中, 加 40 mL 水, 30% 三乙醇胺 5 mL, 1:1 氢氧化铵 40 mL, 搅匀, 加适量的酸性铬蓝 K-萘酚绿 B 混合指示剂, 用 0.01 M EDTA 标准溶液滴定至呈现纯蓝色即为终点, 此时所消耗的 EDTA 标准溶液毫升数为滴定钙、镁的含量 V_2 , 于此含量中减去滴定氯化钙时所消耗的 EDTA 标准溶液毫升数 V_1 , 即为氯化镁实际消耗数。

10.2.4 水与试剂空白试验

吸取蒸馏水 50 mL,按 10.2.3 条滴定步骤操作,记下所消耗 EDTA 毫升数 V_0 。

10.2.5 计算

氧化镁的百分含量按式(10)计算。

$$\text{MgO}(\%) = \frac{(V_2 - V_1 - V_0) \times T_{\text{MgO}} \times F}{G \times 1000} \times 100 \quad \dots\dots(10)$$

式中: V_1 ——滴定氧化钙时所消耗 EDTA 标准溶液的毫升数;

V_2 ——滴定钙、镁含量时所消耗 EDTA 标准溶液的毫升数;

V_0 ——空白试验消耗的 EDTA 标准溶液的毫升数;

T_{MgO} ——EDTA 标准溶液对氧化镁的滴定度,mg/mL;

F ——总体积与分取试液体积之比;

G ——试样质量,g。

11 三氧化二铝的测定

11.1 方法提要

分取溶液 A 或 B,加入过量的 EDTA 标准溶液,以二甲酚橙为指示剂,用乙酸锌标准溶液回滴至终点。

11.2 分析步骤

准确移取溶液 A 或 B 50 mL 于 250 mL 三角烧杯中,准确加入 0.01 M 的 EDTA 标准溶液 20 mL,加水 50 mL,加热至 60~70°C,加 0.1% 对硝基酚 1 滴,以 1:1 氢氧化铵调至黄色,再以 1:1 盐酸调至无色,加乙酸铵缓冲溶液 5 mL,加热煮沸 2~3 min,冷却,加 0.2% 二甲酚橙 1~2 滴,用 0.01 M 乙酸锌标准溶液滴定至溶液呈微红色为终点,记下所消耗的 0.01 M 乙酸锌标准溶液的毫升数 V_1 。

11.3 计算

三氧化铝的百分含量按式(11)计算。

$$\text{Al}_2\text{O}_3(\%) = \frac{(V - V_1)KT_{\text{Al}_2\text{O}_3} \times F}{G \times 1000} \times 100 - (\text{Fe}_2\text{O}_3 + \text{TiO}_2) \times 0.6387 \quad \dots\dots(11)$$

式中: V ——空白试验时所消耗的乙酸锌标准溶液的毫升数;

V_1 ——滴定试液时所消耗的乙酸锌标准溶液的毫升数;

$T_{\text{Al}_2\text{O}_3}$ ——EDTA 标准溶液对三氧化二铝的滴定度;

K ——1 mL 乙酸锌标准溶液相当于 EDTA 标准溶液的毫升数;

G ——试样质量,g;

F ——总体积与分取试液体积之比。

12 三氧化二铁的测定

12.1 方法提要

取溶液 A 或 B,用柠檬酸掩蔽共存干扰离子,以抗坏血酸将三价铁还原成二价后,在 pH≈3 的溶液中,邻菲罗啉与 Fe^{2+} 生成桔红色络合物,用分光光度计于波长 510 nm 处测其吸光度,在已绘制的标准曲线上查其含量。

12.2 分析步骤

12.2.1 标准曲线的绘制

从 3.32 条的溶液中分别移取 0,1,2,3,4,5,7,9 mL 于 100 mL 容量瓶中,加 2% 抗坏血酸溶液 5 mL,摇匀,10 min 后加入 1 M 柠檬酸 3 mL,0.1% 对硝基酚 1~2 滴,用 1:1 氢氧化铵调至黄色,滴加 1:1 盐酸使溶液黄色刚消失,加 pH≈3 乙酸-乙酸钠缓冲溶液 5 mL,0.4% 邻菲罗啉 3 mL,用水稀释至刻度,摇匀,放置 10 min 后在分光光度计上于 510 nm 处用 3 cm 比色皿,用试剂空白液作参比进行比色,

QB/T 1641—1992

测定其吸光度,绘制吸光度-浓度曲线。

12.2.2 试样的测定

准确移取溶液 A 或 B 25 mL 于 100 mL 容量瓶中,以下操作按标准曲线绘制的步骤进行。

12.3 计算

三氧化二铁的百分含量按式(12)计算。

$$\text{Fe}_2\text{O}_3(\%) = \frac{C \times F}{G \times 1000} \times 100 \quad \dots\dots\dots(12)$$

式中: C——标准曲线上查得的三氧化二铁的毫克数,

F——总体积与分取试液体积之比;

G——试样质量,g。

13 二氧化钛的测定

13.1 方法提要

在盐酸介质中,二氨替比啉甲烷(DAPM)与钛离子生成黄色络合物,加抗坏血酸消除铁离子的干扰,用分光光度计于波长 390 nm 处测定其吸光度,在已绘制的曲线上查其含量。

13.2 分析步骤

13.2.1 标准曲线的绘制

准确移取 0.1, 2, 3, 4, 5, 7 mL 二氧化钛标准溶液于 100 mL 容量瓶中,用 1 N 硫酸补至 7 mL,摇匀,放置 5 min 后,加入 2 N 盐酸 20 mL, 5% 二氨替比啉甲烷 5 mL,用水稀释至刻度,摇匀,1 h 后在分光光度计上于 390 nm 处用 2 cm 比色皿,以试剂空白溶液作参比,测定其吸光度,绘制吸光度-浓度曲线。

13.2.2 试样的测定

准确移取 B 溶液 25 mL,置于 100 mL 容量瓶中,加入 2% 抗坏血酸 5 mL,以下操作按标准曲线绘制的步骤进行。

13.3 计算

二氧化钛的百分含量按式(13)计算。

$$\text{TiO}_2(\%) = \frac{C \times F}{G \times 1000} \times 100 \quad \dots\dots\dots(13)$$

式中: C——标准曲线上查得二氧化钛的毫克数;

F——总体积与分取试液体积之比;

G——试样质量,g。

14 二氧化硅的测定

14.1 方法提要

硅酸在弱酸性溶液中能与钼酸铵生成黄色的硅钼酸络合物,此黄色络合物能被抗坏血酸还原成钼盐,用分光光度计于波长 650 nm 处测定其吸光度,在已绘制的曲线上查其含量。

14.2 分析步骤

14.2.1 标准曲线的绘制

准确移取 3.43 条中标准溶液 0, 0.5, 1, 2, 3, 4 mL 于 100 mL 容量瓶中,加入 1 N 盐酸 5 mL, 95% 乙醇 8 mL, 10% 钼酸铵 3 mL,加水稀释约 50 mL,加 0.2% 高锰酸钾 1 滴,于 20~30℃ 温度下放置 15 min 后加入 1:1 盐酸 10 mL,加水至 80 mL,加抗坏血酸 3 mL,用水稀释至刻度,摇匀,1 h 后在分光光度计上于 650 nm 处,用 1 cm 的比色皿,以试剂空白溶液作参比,测定其吸光度,绘制吸光度-浓度曲线。

14.2.2 试样的测定

准确移取溶液 B 10 mL,置于 100 mL 容量瓶中,加 1~2 滴对硝基酚。用 10% 氢氧化钠调至呈黄色,用 1 N 盐酸调至溶液黄色刚好消失并过量 5 mL,加 95% 乙醇 8 mL,以下操作按标准曲线绘制的步骤进行。

14.3 计算

二氧化硅的百分含量按式(14)计算。

$$\text{SiO}_2(\%) = \frac{C \times F}{G \times 1\,000} \times 100 \quad \dots\dots\dots(14)$$

式中: C——标准曲线上查得二氧化硅的毫克数;

F——总体积与分取试液体积之比;

G——试样质量, g。

15 氧化钾、氧化钠的测定

氧化钾、氧化钠的测定采用下列两种方法。

15.1 原子吸收分光光度法

15.1.1 方法提要

试样经热水溶解后,滤液在原子吸收分光光度计上,以钾空心阴极灯于波长 7 665 nm 处,钠空心阴极灯 5 890 nm 处分别测定钾、钠的吸光度。

15.1.2 分析步骤

15.1.2.1 钾、钠标准曲线的绘制

从 3.46 条中准确吸取 0,0.5,1,2,3,4,5,6,7,8 mL 钾标准溶液和从 3.47 条中吸取 0,1,2,3,4,5,6,8,10,20 mL 的钠标准溶液分别置于 100 mL 容量瓶中,加钙标准溶液(1 mL 含 1 mg 氧化钙) 10 mL,用水稀释至刻度,在已调好的原子吸收分光光度计上分别用钾空心阴极灯于波长 7 665 nm 处,钠空心阴极灯于波长 5 890 nm 处,乙炔-空气火焰,以 0 标准溶液作参比,分别测定其吸光度并分别绘制氧化钾、氧化钠的浓度-吸光度标准曲线。

15.1.2.2 仪器测定条件

仪器测定条件应符合表 1 要求。

表 1

测定元素	测定波长, nm	火焰类型	火焰状态
K	7 665	空气-乙炔	贫燃焰
Na	5 890	空气-乙炔	贫燃焰

15.1.2.3 试液的制备

精确称取 5.2 条中的试样 1~1.5 g 置于 250 mL 烧杯中,加热水 50 mL 并加热至沸时取下,放置 5 min,用中速滤纸过滤于 100 mL 容量瓶中,以温水洗涤数次,弃去残渣,用水稀释至刻度,摇匀,贮备于塑料瓶中。

15.1.2.4 试样的测定

将 15.1.2.3 条中的试样溶液分别按 15.1.2.1 和 15.1.2.2 相同步骤和条件,以试剂空白溶液作参比测定其钾、钠的吸光度,以标准曲线法或紧密内插法计算氧化钾、氧化钠的含量。

15.1.3 计算

15.1.3.1 紧密内插法对试样中氧化钾、氧化钠浓度 C_x 按式(15)计算。

$$C_x = \frac{(C_2 - C_1)(A_x - A_1)}{A_2 - A_1} + C_1 \quad \dots\dots\dots(15)$$

QB/T 1641—1992

式中： C_x ——测定试液中氧化钾、氧化钠的浓度， $\mu\text{g}/\text{mL}$ ；
 C_1 ——第一份标准溶液中氧化钾、氧化钠的浓度， $\mu\text{g}/\text{mL}$ ；
 C_2 ——第二份标准溶液中氧化钾、氧化钠的浓度， $\mu\text{g}/\text{mL}$ ；
 A_1 ——第一份标准溶液的吸光度；
 A_2 ——第二份标准溶液的吸光度；
 A_x ——测定试液的吸光度。

15.1.3.2 试样中氧化钾、氧化钠的百分含量按式(16)计算。

$$\text{K}_2\text{O}(\text{Na}_2\text{O})\% = \frac{C_x \cdot V \cdot F}{G \times 1000} \times 100 \quad \dots\dots\dots(16)$$

式中： C_x ——在标准曲线上查得氧化钾、氧化钠浓度(或紧密内插法求得浓度)， $\mu\text{g}/\text{mL}$ ；
 V ——试液的体积， mL ；
 F ——总体积与分取试液体积之比；
 G ——试样质量， g 。

15.2 火焰光度法

15.2.1 方法提要

经热水溶解后的试液，用火焰光度计测定钾、钠的吸光度，与标准曲线进行比较，求出钾、钠的含量。

15.2.2 分析步骤

15.2.2.1 氧化钾、氧化钠的标准曲线绘制

从 3.46 条中准确吸取 0, 0.5, 1, 2, 3, 4, 5, 6, 7, 8 mL 钾标准溶液和从 3.47 条中准确吸取 0, 1, 2, 3, 4, 5, 6, 8, 10, 20 mL 钠标准溶液分别置于 100 mL 容量瓶中，加钙标准溶液(1 mL 含 1 mg 氧化钙)10 mL，用水稀释至刻度，在已调好的火焰光度计上测钾时，用钾滤光片，测钠时，用钠滤光片，以空白标准溶液为参比，分别测定氧化钾、氧化钠在检流计上的电流值，以检流计读数为纵坐标，氧化钾、氧化钠浓度为横坐标，分别绘制检流计读数-浓度曲线。

15.2.2.2 试样的测定

将 15.1.2.3 条中的试液，按 15.2.2.1 相同步骤以试剂空白作参比测定氧化钾、氧化钠的电流值，用标准曲线或紧密内插法计算氧化钾、氧化钠的含量。

15.2.3 计算

15.2.3.1 紧密内插法对试样中氧化钾、氧化钠浓度 C_x 的计算按 15.1.3.1 条计算。

15.2.3.2 试样中氧化钾、氧化钠的百分含量的计算按 15.1.3.2 条计算。

16 分析结果的允许差

分析结果的允许差应符合表 2 规定。

表 2

测定项目	含量范围，%	允许差，%
吸附水(H_2O)	≥ 0.50	0.05
结晶水(H_2O)	≤ 10.0	0.20
	> 10.0	0.25
酸不溶物	> 2.0	0.10
SO_3	> 30.0	0.25
CaO	> 25.0	0.25
MgO	≤ 1.0	0.10

续表 2

测定项目	含量范围, %	允许差, %
MgO	>1.0	0.15
Al ₂ O ₃	≤1.0	0.10
Al ₂ O ₃	>1.0	0.15
Fe ₂ O ₃	≤1.0	0.05
Fe ₂ O ₃	>1.0	0.10
TiO ₂	>0.1	0.10
SiO ₂	≤1.0	0.05
SiO ₂	>1.0	0.10
K ₂ O, Na ₂ O	>0.1	0.05

附加说明:

本标准由轻工业部质量标准司提出。

本标准由全国陶瓷标准化中心归口。

本标准由轻工业部陶瓷工业科学研究所负责起草。

本标准主要起草人姚继烈、章茂森、李硕。

自本标准实施之日起,原轻工业部部标准 QB 972—1986《日用陶瓷用石膏化学分析方法》作废。