

ICS 73.080
Q 69
备案号:38926—2013

JC

中华人民共和国建材行业标准

JC/T 2100—2012

叶蜡石化学分析方法

Chemical analysis methods of pyrophyllite

2012-12-28 发布

2013-06-01 实施



中华人民共和国工业和信息化部 发布

目 次

前言 II

1 范围 1

2 规范性引用文件 1

3 术语和定义 1

4 通则 1

5 试样制备 2

6 烧失量的测定 2

7 二氧化硅的测定 3

8 三氧化二铝的测定 6

9 总铁的测定 10

10 二氧化钛的测定（I 法） 13

11 原子吸收分光光度（AAS）法测定氧化锰、氧化镁、氧化钙、氧化钠和氧化钾（I 法） 14

12 火焰光度（FES）法测定氧化钠和氧化钾（II 法） 16

13 电感耦合等离子体原子发射光谱（ICP）法测定总铁、氧化钠（III 法）、氧化钾（III 法）、二氧化钛（II 法）、氧化锰（II 法）、氧化镁（II 法）和氧化钙（II 法） 16

14 总硫的测定（I 法） 18

15 五氧化二磷的测定（I 法） 21

16 电感耦合等离子体原子发射光谱（ICP）法测定总硫和五氧化二磷（II 法） 22

17 化学需氧量的测定 23

18 试验报告 25

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。

本标准由全国非金属矿产品及制品标准化技术委员会 (SAC/TC 406) 归口。

本标准起草单位：南京玻璃纤维研究设计院有限公司、浙江皓翔矿业有限公司、巨石集团有限公司、咸阳非金属矿研究设计院有限公司。

本标准主要起草人：李勇、陈雄春、陈建良、杨勇、石玉强、沙德仁、苏月斌、司玉华、侯彩红。

本标准首次发布。

叶蜡石化学分析方法

警告——本标准中使用或稀释市售的盐酸、硝酸和氢氟酸等挥发性强酸时，用硫酸、硝酸、盐酸、高氯酸和氢氟酸等溶样时，用焦硫酸钾等在喷灯上熔样时，都应在通风橱内进行。使用氢氟酸、硫酸、硝酸、高氯酸等强腐蚀性酸时都应戴塑胶手套。本标准并未指出所有可能的安全问题，使用者有责任采取适当的安全和健康措施。

1 范围

本标准规定了叶蜡石烧失量、二氧化硅、三氧化二铝、总铁、二氧化钛、氧化锰、氧化镁、氧化钙、氧化钠、氧化钾、总硫、五氧化二磷等化学成分的分析方法及化学需氧量的测定方法。

本标准适用于工业用叶蜡石化学成分的分析及化学需氧量的测定。

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 601 化学试剂 标准滴定溶液的制备

GB/T 602 化学试剂 杂质测定用标准溶液的制备

GB/T 4842 氩

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

GB 6819 溶解乙炔

GB/T 8979 纯氮、高纯氮和超纯氮

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1

化学需氧量 **chemical oxygen demand**

样品中易被强氧化剂氧化的还原性物质所消耗氧化剂折算成氧的量。

4 通则

4.1 仪器与校准

干燥样品用电热烘箱；灼烧样品用箱式电阻炉；精确称量用万分之一分析天平；定容溶液用玻璃容量瓶、移液管和滴定管；分光光度(COL)法用可见分光光度计；原子吸收分光光度(AAS)法用原子吸收光谱仪；火焰原子发射光谱(FES)法用火焰光度计；电感耦合等离子体原子发射光谱(ICP)法用电感耦合等离子体原子发射光谱仪。上述仪器设备应按规定定期校准，以满足测试要求。

4.2 试剂和气体

一般分析所用试剂应为分析纯或优于分析纯；原子吸收、发射光谱测定用试剂应为优级纯或优于优级纯；用于标定的试剂除另有说明外，应为基准试剂。标准溶液的配制、标定和贮存可参照 GB/T 601 和 GB/T 602 的规定。

原子吸收光谱仪用乙炔气应符合 GB 6819 的要求；电感耦合等离子体原子发射光谱仪炬管用氩气应符合 GB/T 4842 中纯氩的要求；吹扫光路系统用气体应符合 GB/T 4842 中高纯氩或 GB/T 8979 中高纯氮的要求。

4.3 分析用水

分析用水应为蒸馏水或去离子水，应符合 GB/T 6682 的规定。用于稀释的溶剂除另有说明外，皆水。

4.4 物质恒重

分析中坩埚、试剂和试样等物质的烘干、灼烧至恒重是指连续两次称量之差不大于 0.000 3 g。

4.5 空白试验

分析时应同时做空白试验，所用试剂取自同一瓶，采用相同的分析步骤。应以减去空白试验的数值计算测定结果。

4.6 试验次数

每项测定的试验次数规定为试料平行测定两次。用两次试验的平均值表示测定结果。

4.7 结果表示

计算结果表示到小数点后两位；计算结果小于 0.10% 时，保留两位有效数字。

4.8 精密度

本标准所列精密度值均为绝对差值，用百分数表示。

在同一实验室，由同一人员使用相同设备，并在短时间内按本标准方法分析同一试样时，两次独立分析结果的绝对差值应不大于重复性限 (r)。

在不同实验室，由不同的人员使用不同的设备，按本标准方法分析同一试样时，各自所得分析结果的平均值之差应不大于再现性限 (R)。

4.9 方法选择

对同一试验项目，本标准给出了多种试验方法。有争议时，以 I 法为仲裁法。

5 试样制备

样品经粉碎、混匀、缩分后研磨至可全部通过 200 目孔径筛，质量不少于 20 g。研磨后的试样贮存于称量瓶中，在 105℃~110℃ 烘箱中干燥 2 h 以上，置干燥器中冷却至室温后称量。制备过程应避免引入杂质。

6 烧失量的测定

6.1 方法提要

试样在 1 000℃灼烧至恒重,以损失的质量计算烧失量。

6.2 分析步骤

6.2.1 称取约 1 g 试样,精确至 0.000 1 g,置于已恒重的铂(或瓷)坩埚中,放入高温炉内,从低温开始逐渐升至 1 000℃,灼烧 1 h。取出后置于干燥器中,冷却至室温,称量。

6.2.2 放入 1 000℃高温炉内灼烧 20 min,取出后置于干燥器中,冷却至室温,称量。

6.2.3 重复 6.2.2 步骤,直至恒重。

6.3 结果计算

烧失量的质量分数 $[\omega(\text{LOI})]$ 以%表示,按公式(1)计算:

$$\omega(\text{LOI}) = \frac{m_1 - m_2}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

m_1 ——灼烧前的试料及坩埚的质量,单位为克(g);

m_2 ——灼烧后的剩余物及坩埚的质量,单位为克(g);

m ——试料的质量,单位为克(g)。

6.4 精密度

重复性限: 0.15%; 再现性限: 0.20%。

7 二氧化硅的测定

7.1 重量法——硅钼蓝分光光度法(I 法)

7.1.1 方法提要

试料用碳酸钠熔融,以盐酸浸出后蒸干,再用盐酸溶解,过滤并将沉淀灼烧,然后用氢氟酸处理,其前后的质量差即为沉淀的二氧化硅量,滤液中的二氧化硅用硅钼蓝分光光度法测定,两者相加得二氧化硅的含量。

7.1.2 试剂

- a) 无水碳酸钠: 固体;
- b) 氢氟酸: 40%;
- c) 乙醇: 95%;
- d) 盐酸: $\rho = 1.19 \text{ g/mL}$;
- e) 盐酸: 1+1;
- f) 盐酸: 5+95;
- g) 硫酸: 1+4;
- h) 氢氧化钠溶液: 100 g/L, 贮于塑料瓶中;
- i) 氟化钾溶液: 20 g/L, 贮于塑料瓶中;
- j) 硼酸溶液: 20 g/L, 贮于塑料瓶中;
- k) 钼酸铵 $[(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24} \cdot 4\text{H}_2\text{O}]$ 溶液: 80 g/L, 过滤后贮于塑料瓶中;

- l) 抗坏血酸溶液: 20 g/L, 用时现配;
- m) 二氧化硅标准溶液: 称取 (0.1000 ± 0.0001) g 预先经 1000°C 灼烧 1 h 的高纯石英(99.99%)于已用 1.5 g 无水碳酸钠铺底的铂坩埚中, 混匀, 再加入 0.5 g 无水碳酸钠铺在表面, 盖上坩埚盖。先低温加热, 逐渐升高温度至 1000°C , 得到透明熔体, 继续熔融 3 min~5 min, 冷却。用热水浸取熔块于 300 mL 塑料杯中, 加入 150 mL 热水, 搅拌使其溶解(此时溶液应澄清), 冷却。移入 1000 mL 容量瓶中, 稀释至标线, 摇匀后立刻转移到塑料瓶中贮存。此溶液 0.1 mg/mL;
- n) 对硝基酚指示剂: 5 g/L 乙醇溶液。

7.1.3 二氧化硅工作曲线的绘制

于一组 100 mL 塑料杯中, 分别加入(0.00、0.50、1.00、2.00、3.00、4.00、5.00)mL 二氧化硅标准溶液, 加水稀释至 25 mL, 加入 5.0 mL 氟化钾溶液, 摇动, 放置 5 min。加入 10.0 mL 硼酸溶液, 摇动, 放置 5 min。加入 2.0 mL 盐酸(7.1.2 e), 摇动, 加入 8 mL 乙醇和 5.0 mL 钼酸铵溶液, 摇动, 于 20°C ~ 30°C 避光放置 15 min。加入 15 mL 盐酸(7.1.2 e), 移入 100 mL 容量瓶中, 加入 5 mL 抗坏血酸溶液, 稀释至标线, 摇匀。1 h 后, 在分光光度计波长 700 nm 处, 用 10 mm 吸收池, 以试剂空白为参比, 测定吸光度。按吸光度与标准比色溶液浓度的关系绘制工作曲线。

7.1.4 分析步骤

称取约 0.5 g 试样, 精确至 0.0001 g, 置于已用 2 g 无水碳酸钠铺底的铂坩埚中, 混匀, 再加入 1 g 无水碳酸钠铺在表面, 盖上坩埚盖。先低温加热, 逐渐升高温度至 1000°C , 熔融至透明状态, 继续熔融 15 min, 旋转坩埚, 使熔融物均匀地附在坩埚内壁, 冷却。用热水浸取熔块于铂(或瓷)蒸发皿中。

盖上表面皿, 加入 10 mL 盐酸(7.1.2 e)溶解熔块, 用少量盐酸(7.1.2 e)及热水洗净坩埚, 并入蒸发皿内, 将皿置于沸水浴上或红外灯下蒸发至无盐酸味, 取下, 冷却。加入 5 mL 盐酸(7.1.2 d), 放置约 5 min, 加入 50 mL 热水, 搅拌使盐类溶解, 用中速定量滤纸倾泻过滤, 滤液承接于 250 mL 容量瓶中, 用热盐酸(7.1.2 f)洗涤皿壁及沉淀 8 次~10 次, 再用热水洗 3 次~5 次。在沉淀上加 4 滴硫酸, 将滤纸和沉淀移入铂坩埚中, 置电炉上低温烘干, 升高温度使滤纸充分灰化。于 1100°C 灼烧 1 h, 在干燥器中冷却至室温, 称量。反复灼烧, 直至恒重。将沉淀用水润湿, 加入 4 滴硫酸及 5 mL~7 mL 氢氟酸, 于低温电炉上蒸发至干, 重复处理一次, 逐渐升高温度驱尽三氧化硫白烟, 将残渣于 1100°C 灼烧 15 min, 在干燥器中冷却至室温, 称量。反复灼烧, 直至恒重。

向上述铂坩埚中的残留物中加 1 g 焦硫酸钾, 至喷灯上熔融, 冷却, 用热水溶解熔融物, 冷却后并入盛滤液的 250 mL 容量瓶中, 稀释至标线, 摇匀。此为试液(A), 供测定二氧化硅(分光光度法)、三氧化二铝(8)、总铁(9.1 或 9.2)、二氧化钛(10)用。

取 25.00 mL 试液(A)于 100 mL 塑料杯中, 加入 5.0 mL 氟化钾溶液, 摇动, 放置 5 min。加入 10.0 mL 硼酸溶液和 1 滴对硝基酚指示剂, 滴加氢氧化钠溶液至试液变黄, 加入 2.0 mL 盐酸(7.1.2 e)……以下按 7.1.3 步骤进行。从试料比色溶液的吸光度中减去空白试验的吸光度, 在工作曲线上查得试料比色溶液中二氧化硅的浓度。

7.1.5 结果计算

二氧化硅的质量分数 $[\omega(\text{SiO}_2)]$ 以%表示, 按公式(2)计算:

$$\omega(\text{SiO}_2) = \left(\frac{(m_1 - m_2)}{m} + \frac{cV \times 10}{m \times 1000} \right) \times 100 \dots\dots\dots (2)$$

式中:

m_1 ——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_2 ——经氢氟酸处理灼烧后的残渣及坩埚的质量，单位为克(g)；
 c ——减去空白试验后的试料比色溶液中二氧化硅的浓度，单位为毫克每毫升(mg/mL)；
 V ——试料比色溶液的体积，单位为毫升(mL)；
 m ——试料的质量，单位为克(g)。

7.1.6 精密度

重复性限：0.20%；再现性限：0.25%。

7.2 氟硅酸钾容量法(Ⅱ法)

7.2.1 方法提要

试料经氢氧化钾熔融，加入硝酸生成游离硅酸，与过量的钾、氟离子作用，定量生成氟硅酸钾沉淀。沉淀经分离、中和后，在热水中水解，生成氢氟酸，以酚酞为指示剂，用氢氧化钠标准滴定溶液滴定，求得二氧化硅的含量。

7.2.2 试剂

- a) 氢氧化钾：固体；
- b) 氯化钾：固体；
- c) 邻苯二甲酸氢钾：固体；
- d) 乙醇：95%；
- e) 硝酸： $\rho=1.42\text{ g/mL}$ ；
- f) 硝酸：1+1；
- g) 氯化钾溶液：50 g/L；
- h) 氯化钾乙醇溶液：50 g/L。50 g 氯化钾溶于 500 mL 水中，加入 500 mL 乙醇，摇匀；
- i) 氟化钾溶液：15 g 氟化钾置于塑料杯中，加入 80 mL 水和 20 mL 硝酸(7.2.2 e)使其溶解，加氯化钾至饱和。放置过夜，过滤到塑料瓶中；
- j) 氢氧化钠标准滴定溶液： $c(\text{NaOH})\approx0.15\text{ mol/L}$ ；

配制：称取 30 g 氢氧化钠置于 500 mL 塑料杯中，加入 200 mL~300 mL 水溶解，移入 5 L 塑料瓶中，稀释至约 5L，摇匀。加入 2.5 g~3g 氯化钡，摇匀。放置数小时后再加入 2 g~3g 硫酸钠，摇匀。瓶盖装上钠石灰管。静置过夜，待标定。

标定：称取约 0.7 g(精确至 0.0001g)预先经 105℃~110℃干燥至恒重的基准试剂邻苯二甲酸氢钾，置于 300 mL 烧杯中，加入 150 mL 经煮沸、冷却并中和过的水，搅拌使其溶解，加入 15 滴酚酞指示剂，用已配制好的氢氧化钠溶液滴定至微红色。

氢氧化钠标准滴定溶液的标定浓度 $[c(\text{NaOH})]$ 以摩尔每升(mol/L)表示，按公式(3)计算：

$$c(\text{NaOH})=\frac{m\times1000}{VM}\dots\dots\dots (3)$$

式中：

m ——邻苯二甲酸氢钾的质量，单位为克(g)；
 V ——减去空白试验后的标定用氢氧化钠溶液的体积，单位为毫升(mL)；
 M ——邻苯二甲酸氢钾的摩尔质量，单位为克每摩尔(g/mol) [$M(\text{KHC}_8\text{H}_4\text{O}_4)=204.22$]。

计算结果保留到小数点后四位。

- k) 酚酞指示剂：10 g/L 乙醇溶液(中和至微红色)。

7.2.3 分析步骤

称取约 0.1 g 试样，精确至 0.0001 g，置于镍坩埚中。加入 2 g 氢氧化钾，盖上坩埚盖并稍留缝隙，置低温电炉上熔融，摇动坩埚，继续升高温度熔融 10 min，取下坩埚盖检查若有试样浮在熔融物上面，取下坩埚，稍冷，用 0.5 g 氢氧化钾盖在碱上面的试样上，置低温电炉上熔融，升高温度熔融 10 min。旋转坩埚，使熔融物均匀地附着于坩埚内壁，冷却。用热水浸取熔融物于 300 mL 塑料杯中，盖上表面皿，一次加入 15 mL 硝酸(7.2.2 e)，再用少量硝酸(7.2.2 f)和热水洗净坩埚及其盖，控制溶液体积在 70 mL 左右，冷却至室温(最好冷至 15℃~20℃)。在搅拌下加入氯化钾溶液(7.2.2 g)至过饱和，加入 10 mL 氟化钾溶液(7.2.2 i)，搅拌，放置 7 min~10 min。用塑料(或涂蜡的玻璃)漏斗以快速定性滤纸过滤，用氯化钾溶液(7.2.2 g)洗涤塑料杯 2 次~3 次，再洗涤滤纸 2~3 次。将滤纸和沉淀置于原塑料杯中，加入 10 mL 氯化钾乙醇溶液(7.2.2 h)及 1 mL 酚酞指示剂，用氢氧化钠标准滴定溶液中和残余酸，仔细搅拌滤纸，擦洗杯壁，直至试液呈现微红色不消失。加入约 250 mL 中和过的沸水，立即以氢氧化钠标准滴定溶液滴定至微红色为终点。

7.2.4 结果计算

二氧化硅的质量分数[$\omega(\text{SiO}_2)$]以%表示，按公式(4)计算：

$$\omega(\text{SiO}_2) = \frac{cV \times 15.02 \times 100}{m \times 1000} = \frac{cV \times 1.502}{m} \dots\dots\dots (4)$$

式中：
c——氢氧化钠标准滴定溶液的标定浓度，单位为摩尔每升(mol/L)；
V——减去空白试验后的滴定用氢氧化钠标准滴定溶液的体积，单位为毫升(mL)；
m——试料的质量，单位为克(g)；
15.02——四分之一二氧化硅的摩尔质量，单位为克每摩尔(g/mol)。

7.2.5 精密度

重复性限：0.25%。

8 三氧化二铝的测定

8.1 乙酸锌反滴定法(I 法)

8.1.1 方法提要

在酸性和微酸性溶液中，铝、铁、钛与过量的 EDTA 经加热定量生成稳定的配合物，以二甲酚橙为指示剂，用乙酸锌标准滴定溶液回滴过量的 EDTA，得铝、铁、钛含量，差减后得三氧化二铝含量。

8.1.2 试剂

- a) 焦硫酸钾：固体；
- b) 氢氟酸：40%；
- c) 硫酸：1+1；
- d) 盐酸：1+1；
- e) 氨水：1+1；
- f) 硫酸：1+4；
- g) 六次甲基四胺溶液：200 g/L；

h) 三氧化二铝标准溶液：称取 (0.5293 ± 0.0001) g 金属铝 (99.99%) 于塑料烧杯中，加入约 50 mL 水和 5 g~10 g 氢氧化钠，使其溶解 (必要时可在水浴上低温加热溶解)。加入硫酸 (7.1.2 c) 至酸性后再加约 10 mL，移入 500 mL 烧杯中，加热煮沸使溶液透明，冷却至室温。移入 1 000 mL 容量瓶中，稀释至标线，摇匀。此溶液 1 mg/mL；

i) 乙酸锌标准滴定溶液： $c[\text{Zn}(\text{CH}_3\text{COO})_2] \approx 0.015 \text{ mol/L}$ ；
配制：33 g 乙酸锌 $[\text{Zn}(\text{CH}_3\text{COO})_2]$ ，溶于水中，加入 20 mL 乙酸 (36%) 或 7 mL 冰乙酸，移入 10 L 下口瓶中，稀释至 10 L，摇匀。待标定。

乙酸锌标准滴定溶液与 EDTA 标准滴定溶液体积比的测定：取 10.00 mL EDTA 标准滴定溶液于 250 mL 烧杯中，加入约 100 mL 水、5 mL~7 mL 六次甲基四胺溶液和 2 滴二甲酚橙指示剂，用乙酸锌溶液滴定至溶液由黄色变成稳定的玫瑰红色为终点。

乙酸锌标准滴定溶液与 EDTA 标准滴定溶液的体积比 (K) 按公式 (5) 计算：

$$K = \frac{10.00}{V} \dots\dots\dots (5)$$

式中：
 V ——标定用乙酸锌溶液的体积，单位为毫升 (mL)。
计算结果保留四位有效数字。

j) EDTA 标准滴定溶液： $c(\text{EDTA}) \approx 0.015 \text{ mol/L}$ ；
配制：56 g 乙二胺四乙酸二钠 (EDTA) 置于 1 000 mL 烧杯中，加入约 800 mL 水，加热使其溶解，冷却。移入 10 L 下口瓶中，稀释至 10 L，摇匀。待标定。

标定：取 10.00 mL 三氧化二铝标准溶液于 250 mL 烧杯中，加入 25.00 mL EDTA 溶液，加水至约 150 mL。加热至 60℃ 以上，取下，用氨水和硫酸 (8.1.2 f) 调节溶液 $\text{pH} = 3.5 \sim 4.0$ ，然后加热至微沸，保持 3 min~5 min，取下，用水吹洗杯壁，冷却至室温。加入 5 mL~7 mL 六次甲基四胺溶液和 2 滴二甲酚橙指示剂，滴加硫酸 (8.1.2 f) 至溶液刚变黄色，用乙酸锌标准滴定溶液滴定至溶液由黄色变为稳定的玫瑰红色为终点。

EDTA 标准滴定溶液的标定浓度 $[c(\text{EDTA})]$ 以摩尔每升 (mol/L) 表示，按公式 (6) 计算：

$$c(\text{EDTA}) = \frac{m \times 1\,000}{(V_1 - V_2 K) M} \dots\dots\dots (6)$$

式中：
 m ——所取三氧化二铝标准溶液中三氧化二铝的质量，单位为克 (g)；
 V_1 ——滴定前加入过量 EDTA 溶液的体积，单位为毫升 (mL)；
 V_2 ——回滴用乙酸锌标准滴定溶液的体积，单位为毫升 (mL)；
 K ——乙酸锌标准滴定溶液与 EDTA 标准滴定溶液的体积比；
 M ——二分之一三氧化二铝的摩尔质量，单位为克每摩尔 (g/mol) $[M(1/2\text{Al}_2\text{O}_3) = 50.98]$ 。
计算结果保留到小数点后五位。

k) 二甲酚橙指示剂：5 g/L。贮于棕色滴瓶中；
l) 混合碱熔剂：两份无水碳酸钠一份硼酸研磨混匀，储于塑料瓶中。

8.1.3 分析步骤

8.1.3.1 试液制备

称取约 0.5 g 试样 (精确至 0.000 1 g) 置于铂坩埚中。用少量水润湿，加入 2 mL 硫酸 (8.1.2 c) 和 10 mL 氢氟酸，置电炉上低温加热蒸发至近干，升高温度直至三氧化硫白烟冒尽，冷却。加入 5 g 混合碱熔

剂在茂弗炉中先低温熔融，然后逐渐升温至 1 000℃保温 15 min，期间拿出来摇一次。取出，冷却后放入已加 25 mL 盐酸和 50 mL 热水的烧杯中，置电炉上低温加热至盐类完全溶解，取下后，洗出坩埚及盖，冷却。移入 250 mL 容量瓶中，稀释至标线，摇匀，此为试液 (A)，供测定三氧化二铝、总铁 (第 9 章) 和二氧化钛 (第 10 章) 用。

8.1.3.2 测定

取试液 (A) 25.00 mL 于 250 mL 烧杯中，加入 EDTA 标准滴定溶液 25.00 mL~30.00 mL，加水至约 150 mL。加热至 60℃ 以上，取下，用氨水和硫酸 (8.1.2 f) 调节溶液 pH = 3.5~4.0，然后加热至微沸，保持 3 min~5 min，取下，用水吹洗杯壁，冷却至室温。加入 5 mL~7 mL 六次甲基四胺溶液和 2 滴二甲酚橙指示剂，滴加硫酸 (8.1.2 f) 至溶液刚变黄色，用乙酸锌标准滴定溶液滴定至溶液由黄色变为稳定的玫瑰红色为终点。

8.1.4 结果计算

三氧化二铝的质量分数 $[\omega(\text{Al}_2\text{O}_3)]$ 以 % 表示，按公式 (7) 计算：

$$\omega(\text{Al}_2\text{O}_3) = \frac{c(V - V_1K) \times 50.98}{m} - \omega(\text{Fe}_2\text{O}_3) \times 0.6384 - \omega(\text{TiO}_2) \times 0.6380 \dots\dots\dots (7)$$

式中：

- c ——EDTA 标准滴定溶液的标定浓度，单位为摩尔每升 (mol/L)；
- V ——滴定前加入过量 EDTA 标准滴定溶液的体积，单位为毫升 (mL)；
- V_1 ——回滴用乙酸锌标准滴定溶液的体积，单位为毫升 (mL)；
- K ——乙酸锌标准滴定溶液与 EDTA 标准滴定溶液的体积比；
- m ——试料的质量，单位为克 (g)；
- $\omega(\text{Fe}_2\text{O}_3)$ ——三氧化二铁的质量分数，%；
- $\omega(\text{TiO}_2)$ ——二氧化钛的质量分数，%；
- 50.98——二分之一三氧化二铝的摩尔质量，单位为克每摩尔 (g/mol)；
- 0.6384——三氧化二铁对三氧化二铝的换算系数；
- 0.6380——二氧化钛对三氧化二铝的换算系数。

8.1.5 精密度

重复性限：0.25%。

8.2 硫酸铜反滴定法 (II 法)

8.2.1 方法提要

在酸性和微酸性溶液中，铝、铁、钛与过量的 EDTA 经加热定量生成稳定的配合物，以 PAN 为指示剂，用硫酸铜标准滴定溶液回滴过量的 EDTA，得铝、铁、钛含量，差减后得三氧化二铝含量。

8.2.2 试剂

- a) 氨水：1+1；
- b) 硫酸：1+1；
- c) 乙酸-乙酸钠缓冲溶液：pH≈4.2。280 g 乙酸钠 (或无水乙酸钠 82 g) 溶于水，加冰乙酸 220 mL，稀释至 1 L，摇匀；
- d) 硫酸铜标准滴定溶液： $c(\text{CuSO}_4) \approx 0.015 \text{ mol/L}$ ；

配制：称取 38 g 硫酸铜($\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$)溶于水中，加入 8 mL 硫酸，转入 10 L 下口瓶中，稀释至 10 L，摇匀；

硫酸铜标准滴定溶液与 EDTA 标准滴定溶液体积比的测定：取 10.00 mL EDTA 标准滴定溶液于 250 mL 烧杯中，加水至约 150 mL，加入 15 mL 乙酸-乙酸钠缓冲溶液(8.2.2 c)，煮沸，用少量水吹洗杯壁，使溶液温度为 $80^\circ\text{C} \sim 90^\circ\text{C}$ ，加入 10 滴 PAN 指示剂，立即用硫酸铜溶液滴定至溶液由黄色变成稳定的紫色为终点。

硫酸铜标准滴定溶液与 EDTA 标准滴定溶液的体积比(K)按式(8)计算：

$$K = \frac{10.00}{V} \dots\dots\dots (8)$$

式中：

V ——标定用硫酸铜溶液的体积，单位为毫升(mL)。

计算结果保留四位有效数字。

e) EDTA 标准滴定溶液： $c(\text{EDTA}) \approx 0.015 \text{ mol/L}$ ；

配制：同 8.1.2 j)。

标定：取 10.00 mL 三氧化二铝标准溶液于 250 mL 烧杯中，加入 25.00 mL EDTA 溶液，加水至约 150 mL。加热至 60°C 以上，取下，用氨水调节溶液 $\text{pH} = 3 \sim 3.5$ ，加入 15 mL 乙酸-乙酸钠缓冲溶液。然后加热至微沸，保持 3 min~5 min，取下，用少量水吹洗杯壁，使溶液温度为 $80^\circ\text{C} \sim 90^\circ\text{C}$ ，加入 10 滴 PAN 指示剂，立即用硫酸铜标准滴定溶液滴定至溶液由黄色变成稳定的紫色为终点。

EDTA 标准滴定溶液的标定浓度[$c(\text{EDTA})$]以摩尔每升(mol/L)表示，按公式(9)计算：

$$c(\text{EDTA}) = \frac{m \times 1000}{(V_1 - V_2 K) M} \dots\dots\dots (9)$$

式中：

m ——所取三氧化二铝标准溶液中三氧化二铝的质量，单位为克(g)；

V_1 ——滴定前加入过量 EDTA 溶液的体积，单位为毫升(mL)；

V_2 ——回滴用硫酸铜标准滴定溶液的体积，单位为毫升(mL)；

K ——硫酸铜标准滴定溶液与 EDTA 标准滴定溶液的体积比；

M ——二分之一三氧化二铝的摩尔质量，单位为克每摩尔(g/mol) [$M(1/2\text{Al}_2\text{O}_3) = 50.98$]。

计算结果保留到小数点后五位。

f) PAN 指示剂：1 g/L 乙醇溶液。

8.2.3 分析步骤

取试液(A) 25.00 mL 于 250 mL 烧杯中，加入 EDTA 标准滴定溶液 25.00 mL~30.00 mL，加水至 150 mL。加热至 60°C 以上，取下，用氨水(8.2.2 a)调节溶液 $\text{pH} = 3 \sim 3.5$ ，加入 15 mL 乙酸-乙酸钠缓冲溶液(8.2.2 c)。然后加热至微沸，保持 3 min~5 min，取下，用少量水吹洗杯壁，使溶液温度为 $80^\circ\text{C} \sim 90^\circ\text{C}$ ，加入 10 滴 PAN 指示剂，立即用硫酸铜标准滴定溶液滴定至溶液由黄色变成稳定的紫色为终点。

8.2.4 结果计算

三氧化二铝的质量分数[$\omega(\text{Al}_2\text{O}_3)$]以%表示，按公式(10)计算：

$$\omega(\text{Al}_2\text{O}_3) = \frac{c(V - V_1 K) \times 50.98}{m} - \omega(\text{Fe}_2\text{O}_3) \times 0.6384 - \omega(\text{TiO}_2) \times 0.6380 \dots\dots\dots (10)$$

式中：

- c ——EDTA 标准滴定溶液的标定浓度，单位为摩尔每升(mol/L)；
 V ——滴定前加入过量 EDTA 标准滴定溶液的体积，单位为毫升(mL)；
 V_1 ——回滴用硫酸铜标准滴定溶液的体积，单位为毫升(mL)；
 K ——硫酸铜标准滴定溶液与 EDTA 标准滴定溶液的体积比；
 m ——试料的质量，单位为克(g)；
 $\omega(\text{Fe}_2\text{O}_3)$ ——按第 9 章测得的总铁的质量分数，%；
 $\omega(\text{TiO}_2)$ ——按第 10 章测得的二氧化钛的质量分数，%；
50.98——二分之一三氧化二铝的摩尔质量，单位为克每摩尔(g/mol)；
0.638 4——三氧化二铁对三氧化二铝的换算系数；
0.638 0——二氧化钛对三氧化二铝的换算系数。

8.2.5 精密度

同 8.1.5。

9 总铁的测定

9.1 邻菲罗啉分光光度法(I 法)

9.1.1 方法提要

用盐酸羟胺将铁(III)还原为铁(II)，控制溶液 pH 值为 3~5，使邻菲罗啉(Phen)与铁(II)生成稳定的橙红色配合物，分光光度计测定总铁含量。

9.1.2 试剂

- 盐酸：1+1；
- 氨水：1+1；
- 酒石酸：100 g/L；
- 盐酸羟胺溶液：100 g/L；
- 乙酸-乙酸钠缓冲溶液：pH $\approx$ 5。160 g 无水乙酸钠(CH_3COONa)或 270 g 三水合乙酸钠($\text{CH}_3\text{COONa} \cdot 3\text{H}_2\text{O}$)溶于适量水中，加入无水乙酸 60 mL，稀释至 1 L；
- 邻菲罗啉($\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$)溶液：1 g/L。贮于棕色瓶中，避光保存；
- 三氧化二铁标准储备溶液：称取(1.000 0 $\pm$ 0.000 1)g 预先经 400℃灼烧 30 min 的光谱纯三氧化二铁于 300 mL 烧杯中，加入 50 mL 盐酸和 100 mL 水，加热溶解，冷却，移入 1 000 mL 容量瓶中，稀释至标线，摇匀。此溶液 1 mg/mL；
- 三氧化二铁稀标准溶液：取 10.00 mL 三氧化二铁标准溶液，于 100 mL 容量瓶中，加入 5 mL 盐酸，稀释至标线，摇匀。此溶液 0.1 mg/mL；
- 对硝基酚指示剂：5 g/L 乙醇溶液。

9.1.3 三氧化二铁工作曲线的绘制

按下列方法之一绘制工作曲线：

- 于一组 100 mL 容量瓶中，加入 40 mL 水，分别加入(0.00、0.50、1.00、2.00、3.00、4.00、5.00)mL 三氧化二铁稀标准储备溶液。加入 4 mL 盐酸羟胺溶液，摇动。加入 10 mL 邻菲罗啉溶液、20 mL 乙酸-乙酸钠缓冲溶液，此时溶液 pH 值约为 5。稀释至标线，摇匀。放置 20 min 后，

在分光光度计波长 510nm 处，用 10mm 吸收池，以试剂空白为参比，测定吸光度。按吸光度与标准比色溶液浓度的关系绘制工作曲线；

- b) 于一组 100 mL 容量瓶中，加入 40 mL 水，分别加入 (0.00、0.50、1.00、2.00、3.00、4.00、5.00)mL 三氧化二铁稀标准储备溶液。加入 5mL 酒石酸溶液和 1 滴~2 滴对硝基酚指示剂，滴加氨水至溶液呈现黄色，随即滴加盐酸至溶液刚变无色，此时溶液 pH 值约为 5。加入 2 mL 盐酸羟胺溶液，摇动，加入 10 mL 邻菲罗啉溶液，稀释至标线，摇匀。以下步骤同 9.1.3 a)。

9.1.4 分析步骤

按下列方法之一显色测定：

- a) 取试液 (A) 10.00 mL 或 25.00 mL 于 100 mL 容量瓶中，加水至 40 mL，加入 4 mL 盐酸羟胺溶液，以下按 9.1.3 a) 步骤进行。从试料比色溶液的吸光度中减去空白试验的吸光度，在工作曲线上查得试料比色溶液中三氧化二铁的浓度；
- b) 取试液 (A) 10.00 mL 或 25.00 mL 于 100 mL 容量瓶中，加水至 40 mL，加入 5 mL 酒石酸溶液，以下按 9.1.3 b) 步骤进行。从试料比色溶液的吸光度中减去空白试验的吸光度，在工作曲线上查得试料比色溶液中三氧化二铁的浓度。

9.1.5 结果计算

总铁以三氧化二铁的质量分数 [$\omega(\text{TFe}_2\text{O}_3)$] 计，以 % 表示，按公式 (11) 计算：

$$\omega(\text{TFe}_2\text{O}_3)=\frac{cV_2\times100}{m(V_1/250)\times1000}=\frac{cV_2\times25}{mV_1}\dots\dots\dots(11)$$

式中：

- c ——减去空白试验后的试料比色溶液中三氧化二铁的浓度，单位为毫克每毫升 (mg/mL)；
- V_2 ——试料比色溶液的体积，单位为毫升 (mL)；
- m ——试料的质量，单位为克 (g)；
- V_1 ——分取试液的体积，单位为毫升 (mL)。

9.1.6 精密度

重复性限见表 1。

表1 邻菲罗啉分光光度法测定总铁的重复性限

含量范围 %	重复性限 %
$0.1\leq\omega\leq0.5$	0.03
$0.5<\omega\leq1.0$	0.08
$1.0<\omega\leq2.5$	0.15

9.2 EDTA 络合滴定法 (II 法)

9.2.1 方法提要

在 pH=1.5~1.7 酸性溶液中、70℃~80℃ 温度下，以磺基水杨酸钠为指示剂，用 EDTA 标准滴定溶液滴定三氧化二铁含量。

9.2.2 试剂

- a) 氨水(1+1);
- b) 氨水-氯化铵缓冲溶液: pH ≈ 10。67.5 g 氯化铵溶于水中, 加入 570 mL 氨水($\rho = 0.90 \text{ g/mL}$), 稀释至 1 L, 摇匀;
- c) 氧化锌基准溶液: 称取经(800±50)℃灼烧至恒重的基准试剂氧化锌(1.000 0±0.000 1)g, 置于 250 mL 烧杯中, 加约 100 mL 水, 加热, 滴加盐酸使其溶解, 冷却。移入 1 000 mL 容量瓶中, 稀释至标线, 摇匀。此溶液 1 mg/mL;
- d) EDTA 标准滴定溶液: $c(\text{EDTA}) \approx 0.005 \text{ mol/L}$;

配制: 1.86 g 乙二胺四乙酸二钠(EDTA)置于 1 000 mL 烧杯中, 加入 1 000 mL 水, 加热使其溶解, 冷却。贮于试剂瓶中, 摇匀。待标定。

标定: 取 10.00 mL 氧化锌基准溶液于 250 mL 烧杯中, 加入约 100 mL 水、10 mL 氨水-氯化铵缓冲溶液, 加入适量的铬黑 T 指示剂, 用已配置好的 EDTA 溶液滴定至溶液由紫红色变成纯蓝色为终点。同时做空白试验。

EDTA 标准滴定溶液的标定浓度 $[c(\text{EDTA})]$ 以摩尔每升(mol/L)表示, 按公式(12)计算:

$$c(\text{EDTA}) = \frac{m \times 1000}{V \cdot M} \dots\dots\dots (12)$$

式中:

- m ——所取氧化锌基准溶液中氧化锌的质量, 单位为克(g);
- V ——减去空白试验后的标定用 EDTA 溶液的体积, 单位为毫升(mL);
- M ——氧化锌的摩尔质量, 单位为克每摩尔(g/mol) [$M(\text{ZnO}) = 81.39$]。

计算结果保留到小数点后六位。

- e) 铬黑 T 指示剂: 0.1 g 铬黑 T 与 10 g 氯化钾在玛瑙研钵中研磨混匀, 装入磨口瓶, 贮于干燥器中;
- f) 磺基水杨酸钠指示剂: 100 g/L。

9.2.3 分析步骤

取试液(A)25 mL 或 50 mL 于 250 mL 烧杯中, 加入 1 mL 磺基水杨酸钠指示剂, 加水至 100 mL, 用氨水调节 pH 值至 1.5~1.7(以精密 pH 试纸检验)。加热至 70℃~80℃, 用 EDTA 标准滴定溶液滴定至溶液由紫色变成亮黄色(或无色)为终点(终点时溶液温度应不低于 65℃)。

9.2.4 结果计算

总铁以三氧化二铁的质量分数 $[\omega(\text{TFe}_2\text{O}_3)]$ 计, 数值以%表示, 按式(13)计算:

$$\omega(\text{TFe}_2\text{O}_3) = \frac{cV \times 79.84 \times 100}{m(V_1/250) \times 1000} = \frac{cV \times 25 \times 79.84}{mV_1} \dots\dots\dots (13)$$

式中:

- c ——EDTA 标准滴定溶液的标定浓度, 单位为摩尔每升(mol/L);
- V ——减去空白试验后的滴定用 EDTA 标准滴定溶液的体积, 单位为毫升(mL);
- m ——试料的质量, 单位为克(g);
- V_1 ——分取试液的体积, 单位为毫升(mL);
- 79.84——二分之一三氧化二铁的摩尔质量, 单位为克每摩尔(g/mol)。

9.2.5 精密度

重复性限：0.20%，再现性限：0.25%。

10 二氧化钛的测定(I 法)

10.1 方法提要

在盐酸酸性溶液中，用抗坏血酸消除铁(III)的干扰，以二安替比林甲烷(DAM)为显色剂，分光光度计测定二氧化钛含量。

10.2 试剂

- a) 盐酸：1+1；
- b) 抗坏血酸溶液：10 g/L。用时现配；
- c) 二安替比林甲烷溶液：3 g 二安替比林甲烷溶于 100 mL 盐酸(1+11)中，过滤后使用；
- d) 二氧化钛标准溶液：称取(0.1000±0.0001)g 预先经 950℃灼烧 1 h 的光谱纯二氧化钛，置于铂坩埚中，加入约 3g 焦硫酸钾，先在电炉上熔化，再移至喷灯上熔融至透明状态，冷却。用 20mL 热硫酸(1+1)浸取熔块于预先盛有 80mL 硫酸(1+1)的烧杯中，加热溶解，冷却。移入 1 000 mL 容量瓶中，稀释至标线，摇匀。此溶液 0.1 mg/mL。

10.3 二氧化钛工作曲线的绘制

于一组 100mL 容量瓶中，加入约 30mL 水，分别加入(0.00、0.50、1.00、2.00、3.00、4.00、5.00)mL 二氧化钛标准溶液，加入 10 mL 盐酸、10 mL 抗坏血酸溶液和 20 mL 二安替比林甲烷溶液，稀释至标线，摇匀。放置 40 min 后，在分光光度计波长 400 nm 处，用 10 mm 吸收池，以试剂空白为参比，测定吸光度。按吸光度与标准比色溶液浓度的关系绘制工作曲线。

10.4 分析步骤

取试液(A)10.00 mL 或 25.00 mL 于 100 mL 容量瓶中，加入 10 mL 盐酸，以下按 10.3 步骤进行。从试料比色溶液的吸光度中减去空白试验的吸光度，在工作曲线上查得试料比色溶液中二氧化钛的浓度。

10.5 结果计算

二氧化钛的质量分数[ω(TiO₂)]以%表示，按公式(14)计算：

$$\omega(\text{TiO}_2) = \frac{cV_2 \times 100}{m(V_1/250) \times 1000} = \frac{cV_2 \times 25}{mV_1} \dots\dots\dots (14)$$

式中：

- c——减去空白试验后的试料比色溶液中二氧化钛的浓度，单位为毫克每毫升(mg/mL)；
- V₂——试料比色溶液的体积，单位为毫升(mL)；
- m——试料的质量，单位为克(g)；
- V₁——分取试液的体积，单位为毫升(mL)。

10.6 精密度

精密度见表 2。

表2 二安替比林甲烷分光光度法测定二氧化钛的精密度

含量范围 %	重复性限 %	再现性限 %
$0.1 \leq \omega \leq 0.5$	0.05	0.07
$0.5 < \omega \leq 1.5$	0.10	0.15
$1.5 < \omega \leq 2.5$	0.15	0.20

11 原子吸收分光光度(AAS)法测定氧化锰、氧化镁、氧化钙、氧化钠和氧化钾(I法)

11.1 方法提要

试料用硝酸、高氯酸和氢氟酸分解后,在盐酸酸性溶液中,加入氯化锶释放剂,用原子吸收分光光度计,空气-乙炔火焰测定氧化锰、氧化镁、氧化钙、氧化钠和氧化钾的含量。

11.2 试剂

- a) 硝酸: $\rho = 1.42 \text{ g/mL}$;
- b) 高氯酸: 70%;
- c) 氢氟酸: 40%;
- d) 盐酸: 1+1;
- e) 氯化锶($\text{SrCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$)溶液: 200 g/L。贮于塑料瓶中;
- f) 三氧化二铝溶液: 10 mg/mL。称取 $(0.529\ 3 \pm 0.000\ 1) \text{ g}$ 金属铝(99.99%)于烧杯中,加入约 30 mL 水,放在低温电炉上,分数次滴加 25 mL 盐酸至完全溶解,冷却。移入 100 mL 容量瓶中,稀释至标线,摇匀;
- g) 氧化锰标准溶液: 称取 $(0.239\ 0 \pm 0.000\ 1) \text{ g}$ 优级纯硫酸锰($\text{MnSO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$)溶于水,移入 1000 mL 容量瓶中,稀释至标线,摇匀。贮于塑料瓶中。此溶液 0.1 mg/mL;
- h) 氧化镁标准储备溶液: 称取 $(1.000\ 0 \pm 0.000\ 1) \text{ g}$ 预先经 950℃灼烧至恒重的高纯氧化镁于 300 mL 烧杯中,加入 50 mL 水和 20 mL 盐酸,加热溶解,冷却,移入 1000 mL 容量瓶中,稀释至标线,摇匀。贮于塑料瓶中。此溶液 1 mg/mL;
- i) 氧化钙标准储备溶液: 称取 $(1.784\ 8 \pm 0.000\ 1) \text{ g}$ 预先经 105℃~110℃干燥 2 h 的高纯碳酸钙于 300 mL 烧杯中,加入 50 mL 水,逐滴加入 20 mL 盐酸,溶解后,加热至微沸,驱尽二氧化碳,冷却,移入 1000 mL 容量瓶中,稀释至标线,摇匀。贮于塑料瓶中。此溶液 1 mg/mL;
- j) 氧化钠标准储备溶液: 称取 $(1.885\ 9 \pm 0.000\ 1) \text{ g}$ 预先经 500℃~600℃灼烧 30 min 的高纯氯化钠溶于水,移入 1000 mL 容量瓶中,稀释至标线,摇匀。贮于塑料瓶中。此溶液 1 mg/mL;
- k) 氧化钾标准储备溶液: 称取 $(1.582\ 9 \pm 0.000\ 1) \text{ g}$ 预先经 500℃~600℃灼烧 30 min 的高纯氯化钾溶于水,移入 1000 mL 容量瓶中,稀释至标线,摇匀。贮于塑料瓶中。此溶液 1 mg/mL;
- l) 氧化锰、氧化镁、氧化钙、氧化钠和氧化钾混合标准溶液: 取 20.00 mL 氧化锰标准溶液、20 mL 氧化钙标准储备溶液和 10.00 mL 氧化镁、氧化钠、氧化钾标准储备溶液于 200 mL 容量瓶中,稀释至标线,摇匀。此溶液氧化锰的浓度为 0.01 mg/mL,氧化钙的浓度为 0.1 mg/mL,氧化镁、氧化钠和氧化钾的浓度为 0.05 mg/mL;
- m) 氧化锰、氧化镁、氧化钙、氧化钠和氧化钾混合工作曲线系列溶液: 取氧化锰、氧化镁、氧化钙、氧化钠和氧化钾混合标准溶液(0.00、1.00、2.00、4.00、6.00、8.00、10.00) mL 分别放入一组 100 mL 容量瓶中,加入 4 mL 盐酸、5.0 mL 氯化锶溶液和 4.0 mL 三氧化二铝溶液,稀释

至标线，摇匀。此溶液氧化锰的浓度为(0、0.1、0.2、0.4、0.6、0.8、1)μg/mL，氧化钙的浓度为(0、1、2、4、6、8、10)μg/mL，氧化镁、氧化钠和氧化钾的浓度(0、0.5、1、2、3、4、5)μg/mL。

11.3 分析步骤

称取 0.1 g 试样，精确至 0.000 1 g，置于铂坩埚中。用少量水润湿，加入 2 mL 硝酸和 5 mL 氢氟酸，置低温电炉上加热分解，近干后再加入 2 mL 高氯酸和 5 mL 氢氟酸继续加热分解，升高温度蒸发至高氯酸白烟冒尽。冷却后，加入 2 mL 盐酸和 10 mL 水，加热至盐类溶解。冷却至室温后，移入 50 mL 容量瓶中，加入 2.5 mL 氯化锶溶液，稀释至标线，摇匀。

仪器预热 20 min 后，调节至最佳工作状态，用空气-乙炔火焰，锰空心阴极灯(空心阴极灯以下简称灯)，在波长 279.5 nm 处；镁灯，在波长 285.2 nm 处；钙灯，在波长 422.7 nm 处；钠灯，在波长 589.0 nm 处；钾灯，在波长 766.5 nm 处，用水调零，先测定混合工作曲线系列溶液的吸光度，再测定试液的吸光度。按校正的吸光度(即减去试剂空白的吸光度)与工作曲线系列溶液浓度的关系绘制工作曲线。从试液的吸光度中减去空白试验的吸光度，在工作曲线上查得试液的浓度。

11.4 结果计算

氧化锰、氧化镁、氧化钙、氧化钠和氧化钾的质量分数[ω(MnO)]、[ω(MgO)]、[ω(CaO)]、[ω(Na₂O)] 和 [ω(K₂O)] 以 % 表示，按公式(15)计算：

$$\omega(\text{MnO})\text{或}\omega(\text{MgO})\text{或}\omega(\text{CaO})\text{或}\omega(\text{Na}_2\text{O})\text{或}\omega(\text{K}_2\text{O})=\frac{cV\times100}{m\times10^6}=\frac{cV}{m\times10^4} \dots\dots\dots (15)$$

式中：
c——减去空白试验后的试液中氧化锰或氧化镁或氧化钙或氧化钠或氧化钾的浓度，单位为微克每毫升(μg/mL)；
V——试液的体积，单位为毫升(mL)；
m——试料的质量，单位为克(g)。

11.5 精密度

精密度见表 3。

表3 原子吸收分光光度法测定氧化锰、氧化钙、氧化镁、氧化钠、氧化钾的精密度

化合物	含量范围 %	重复性限 %	再现性限 %
氧化锰	<0.02	0.003	0.008
	0.02<ω≤0.05	0.006	0.02
氧化钙	<0.25	0.10	0.15
	0.25≤ω≤0.5	0.12	0.17
氧化镁	<0.15	0.03	0.05
	0.15≤ω<0.25	0.05	0.07
氧化钠	—	0.06	0.09
氧化钾	—	0.06	0.09

12 火焰光度(FES)法测定氧化钠和氧化钾(II法)

12.1 方法提要

试料经高氯酸和氢氟酸分解后,分离除去铝、铁、钛,在盐酸酸性溶液中,用火焰光度计分别测定氧化钠和氧化钾的含量。

12.2 试剂

- a) 高氯酸: 70%;
- b) 氢氟酸: 40%;
- c) 盐酸: 1+1;
- d) 氨水: 1+1;
- e) 氧化钠标准储备溶液: 采用 11.2 j);
- f) 氧化钾标准储备溶液: 采用 11.2 k);
- g) 氧化钠和氧化钾混合标准溶液: 取氧化钠标准储备溶液和氧化钾标准储备溶液各 25.00 mL 于 250 mL 容量瓶中,稀释至标线,摇匀。此溶液氧化钠和氧化钾的浓度各 0.1 mg/mL;
- h) 氧化钠和氧化钾混合工作曲线系列溶液: 于一组 100 mL 容量瓶中,分别加入 (0.00、0.50、1.00、2.00、4.00、6.00、8.00、10.00) mL 氧化钠和氧化钾混合标准溶液,加入 4 mL 盐酸,稀释至标线,摇匀。移入塑料瓶中。此系列溶液氧化钠和氧化钾的浓度分别为 (0、0.5、1、2、4、6、8、10) $\mu\text{g/mL}$;
- i) 甲基红指示剂: 2 g/L 乙醇溶液。

12.3 分析步骤

称取 0.2 g~0.5 g 试样(精确至 0.000 1 g)置于铂皿中。用少量水润湿,加入 2 mL 高氯酸和 10 mL 氢氟酸,于低温电炉上加热分解,升高温度蒸发至高氯酸白烟冒尽;冷却后,再加入 2 mL 高氯酸和 5 mL 氢氟酸,继续置低温电炉上加热分解,升高温度蒸发至高氯酸白烟冒尽。取下冷却后,加入 5 mL 盐酸和 30 mL 热水,搅动残渣使其溶解,置低温电炉上煮沸 10 min。取下,加入 1 滴甲基红指示剂,用氨水中和至黄色,置低温电炉上加热 20 min。用快速滤纸过滤,热水洗涤 8 次~10 次,滤液和洗液盛于 100 mL 容量瓶中。冷却至室温后,加入 4 mL 盐酸,稀释至标线,摇匀。

仪器预热 20 min 后,调节至最佳工作状态,用水调零,先测定混合工作曲线系列溶液的发射光强度,再测定空白和试液的发射光强度。按校正的发射光强度(即减去试剂空白的发射光强度)与混合工作曲线系列溶液浓度的关系绘制工作曲线。从所测试液的发射光强度中减去空白试验的发射光强度,在工作曲线上查得所测试液的浓度。

12.4 结果计算

同 11.4。

12.5 精密度

同 11.5。

13 电感耦合等离子体原子发射光谱(ICP)法测定总铁、氧化钠(III法)、氧化钾(III法)、二氧化钛(II法)、氧化锰(II法)、氧化镁(II法)和氧化钙(II法)

13.1 方法提要

试料用高氯酸和氢氟酸分解制成溶液后,在电感耦合等离子体炬焰中激发,发射出所含元素的特征谱线,根据铁、钛、锰、镁、钙、钠和钾的特征谱线的强度测定其含量。

13.2 试剂

- a) 盐酸: $\rho = 1.19 \text{ g/mL}$;
- b) 硝酸: $\rho = 1.42 \text{ g/mL}$;
- c) 高氯酸: 70%;
- d) 氢氟酸: 40%;
- e) 盐酸: 1+1;
- f) 三氧化二铝溶液: 采用 11.2 f);
- g) 三氧化二铁标准溶液: 采用 9.1.2 g);
- h) 二氧化钛标准溶液: 称取 $(0.1000 \pm 0.0001) \text{ mg}$ 二氧化钛于烧杯中,加入 3 g 优级纯硫酸铵,10 mL 硫酸于电炉上先低温加热,直至产生白烟,升温加热至完全溶解,继续冒白烟至约 3 mL 溶液时,冷却,小心加入 60 mL 水再加入 10 mL 盐酸加热溶解,冷却,移入 1 L 容量瓶中,此溶液含二氧化钛 0.1 mg/mL ;
- i) 氧化锰标准溶液: 同 11.2 g);
- j) 氧化镁标准溶液: 同 11.2 h);
- k) 氧化钙标准溶液: 同 11.2 i);
- l) 氧化钠标准溶液: 同 11.2 j);
- m) 氧化钾标准溶液: 同 11.2 k);
- n) 三氧化二铁、氧化锰、氧化镁、氧化钙、氧化钠和氧化钾混合标准溶液: 取 20.00 mL 三氧化二铁标准储备溶液、20.00 mL 氧化锰标准溶液、20 mL 氧化钙标准储备溶液、10.00 mL 氧化镁标准储备溶液、10.00 mL 氧化钠标准储备溶液和 10.00 mL 氧化钾标准储备溶液于加有 10 mL (13.2 e) 盐酸的 200 mL 容量瓶中,稀释至标线,摇匀。此溶液氧化锰的浓度为 0.01 mg/mL ,三氧化二铁和氧化钙的浓度为 0.1 mg/mL ,氧化镁、氧化钠和氧化钾的浓度为 0.05 mg/mL ;
- o) 三氧化二铁、二氧化钛、氧化锰、氧化镁、氧化钙、氧化钠和氧化钾混合工作曲线系列溶液: 分别取三氧化二铁、氧化锰、氧化镁、氧化钙、氧化钠和氧化钾混合标准溶液和二氧化钛标准溶液(0.00、0.50、1.00、2.00、4.00、6.00、8.00、10.00、15.00、20.00) mL 分别放入一组 100 mL 容量瓶中,加入 10 mL (13.2 e) 盐酸和 4.0 mL 三氧化二铝溶液,稀释至标线,摇匀。此溶液氧化锰的浓度为(0、0.05、0.1、0.2、0.4、0.6、0.8、1、1.5、2) $\mu\text{g/mL}$,三氧化二铁、二氧化钛和氧化钙的浓度为(0、0.5、1、2、4、6、8、10、15、20) $\mu\text{g/mL}$,氧化镁、氧化钠和氧化钾的浓度为(0、0.25、0.5、1、2、3、4、5、7.5、10) $\mu\text{g/mL}$ 。

13.3 分析步骤

称取 0.2 g 试样,精确至 0.0001 g ,置于 100 mL 聚四氟乙烯烧杯中。用少量水润湿,加入 5 mL 盐酸(12.2 a)盖上聚四氟乙烯表面皿,置电热板上加热分解,煮沸后取下稍冷,加入 2 mL 硝酸,继续加热至近沸,用水冲洗表面皿,加入 5 mL 氢氟酸,继续加热蒸发至近干,再加入 1 mL 高氯酸和 5 mL 氢氟酸,加热至高氯酸白烟冒尽。冷却后,加入 14 mL 盐酸至电炉上加热至盐类溶解。冷却至室温后,移入 100 mL 容量瓶中,稀释至标线,摇匀。

仪器预热稳定后,用表 4 推荐的波长,先测定混合工作曲线系列溶液的光强度,绘制工作曲线,再测定空白和试液的光强度。

表4 ICP 法测定铁、钛、锰、镁、钙、钠和钾的推荐波长

单位为纳米

元素	铁	钛	锰	镁	钙	钠	钾
波长 1	259.940	336.122	257.610	285.213	315.887	589.592	766.491
波长 2	239.563	337.280	259.372	279.553	317.933	588.995	769.897

13.4 结果计算

总铁、二氧化钛、氧化锰、氧化镁、氧化钙、氧化钠、氧化钾的质量分数 $[\omega(\text{Fe}_2\text{O}_3)]$ 、 $[\omega(\text{TiO}_2)]$ 、 $[\omega(\text{MnO})]$ 、 $[\omega(\text{MgO})]$ 、 $[\omega(\text{CaO})]$ 、 $[\omega(\text{Na}_2\text{O})]$ 和 $[\omega(\text{K}_2\text{O})]$ 以%表示，按公式(16)计算：

$$\omega(\text{TFe}_2\text{O}_3)\text{或}\omega(\text{TiO}_2)\text{或}\omega(\text{MnO})\text{或}\omega(\text{MgO})\text{或}\omega(\text{CaO})\text{或}\omega(\text{Na}_2\text{O})\text{或}\omega(\text{K}_2\text{O})=\frac{cV\times100}{m\times10^6}=\frac{cV}{m\times10^4}\cdots(16)$$

式中：

c ——减去空白试验后的试液中三氧化二铁、二氧化钛、氧化锰、氧化镁、氧化钙、氧化钠或氧化钾的浓度，单位为微克每毫升($\mu\text{g/mL}$)；

V ——试液的体积，单位为毫升(mL)；

m ——试料的质量，单位为克(g)。

13.5 精密度

重复性限见表 5。

表5 ICP 法测定总铁、二氧化钛、氧化钙、氧化锰、氧化镁、氧化钠、氧化钾的重复性限

化合物	含量范围 %	重复性限 %
总铁、二氧化钛、氧化钙	<0.2	0.02
	$0.2\leq\omega\leq0.5$	0.03
	$0.5<\omega<1.0$	0.05
氧化锰	$0.025<\omega\leq0.05$	0.004
	$0.05<\omega\leq0.10$	0.010
氧化镁、氧化钠、氧化钾	<0.1	0.01
	$0.1\leq\omega<0.2$	0.02
	$0.2\leq\omega\leq0.5$	0.03

14 总硫的测定(I 法)

14.1 方法提要

试料与氧化铜混合后，在高温管炉($1\,250^{\circ}\text{C}\sim1\,350^{\circ}\text{C}$)氧气流中灼烧，使各种形态的硫转化成二氧化硫气体逸出，用含有淀粉指示剂的稀盐酸吸收，以含有碘化钾的碘酸钾标准滴定溶液滴定。

14.2 试剂与仪器

- a) 氢氧化钠：固体；
- b) 碘化钾：固体；
- c) 无水氯化钙：固体；

- d) 盐酸: $\rho = 1.19 \text{ g/mL}$;
- e) 硫酸铜溶液: 50 g/L ;
- f) 高锰酸钾溶液: 50 g/L ;
- g) 线状氧化铜: 硫含量 $< 0.001\%$;
- h) 吸收液: 0.5 g 淀粉用少量水调成糊状, 搅拌下加入 100 mL 沸水, 煮沸 2 min , 取下冷却, 加入 5 mL 盐酸, 加水至 1000 mL ;
- i) 碘酸钾标准滴定溶液:

碘酸钾标准滴定溶液 I [$c(\text{KIO}_3) = 0.001040 \text{ mol/L}$] 的配制: 称取 0.2225 g 预先在 105°C 干燥 2 h 的碘酸钾(KIO_3), 溶解在含有 1 g 碘化钾及 1 g 氢氧化钠的水中, 移入 1000 mL 容量瓶中, 稀释至标线, 摇匀。

碘酸钾标准滴定溶液 II [$c(\text{KIO}_3) = 0.0005196 \text{ mol/L}$] 的配制: 称取 0.1112 g 预先在 105°C 干燥 2 h 的碘酸钾(KIO_3), 溶解在含有 1 g 碘化钾及 1 g 氢氧化钠的水中, 移入 1000 mL 容量瓶中, 稀释至标线, 摇匀。

标定: 称取和分析试样硫含量相近的标准试样三份, 按 14.3 的分析步骤进行, 根据三氧化硫的含量, 大于 0.25% 的用碘酸钾标准滴定溶液 I 滴定, 小于 0.25% 的用碘酸钾标准溶液 II 滴定。

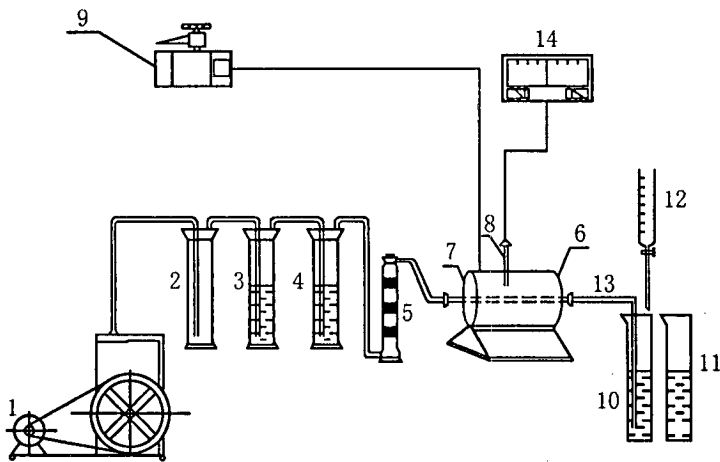
碘酸钾标准滴定溶液对三氧化硫的滴定度(T)以毫克每毫升(mg/mL)表示, 按公式(17)计算:

$$T = \frac{\omega(\text{SO}_3)m \times 1000}{V} \dots\dots\dots (17)$$

式中:

- $\omega(\text{SO}_3)$ ——标准试样中三氧化硫的质量分数, (%) ;
- m ——标准试样的质量, 单位为克(g) ;
- V ——减去空白试验后的滴定用碘酸钾标准滴定溶液的体积, 单位为毫升(mL)。

j) 测硫仪装置(见图 1);



说明:

- 1——抽气泵; 2——缓冲瓶; 3——洗气瓶(内装 5% 高锰酸钾溶液); 4——洗气瓶(内装 5% 硫酸铜溶液);
- 5——干燥塔(内装无水固体氯化钙); 6——管式炉; 7——陶瓷管; 8——热电偶; 9——自动控温装置;
- 10、11——吸收瓶(内装吸收液); 12——滴定管; 13——玻璃弯管; 14——温度指示。

图1 测硫仪装置

k) 瓷舟: 经 1000°C 灼烧后使用。

14.3 分析步骤

14.3.1 准备

在吸收瓶内加入吸收液，滴定管装满所需用的碘酸钾标准滴定溶液 I 或 II，将管炉升温至 1250℃～1350℃，打开钢瓶让气流通过整个测定系统，控制其流量为每秒通过吸收瓶 2～3 个气泡，再逐段检查其密封情况，当确信其不漏气后，从滴定管向吸收器滴入碘酸钾标准滴定溶液至得到稳定的蓝色。

14.3.2 空白试验

向瓷舟加入 0.5 g 氧化铜，取下燃烧管端橡皮塞，将瓷舟放入管内，再用镍铬丝钩把瓷舟推入高温区，立即塞紧塞子，使气体通过吸收器，待吸收液褪色时，立即从滴定管加入碘酸钾标准滴定溶液，直至保持稳定的蓝色，记下读数。

14.3.3 试料测定

根据表 6，称取适量试样(精确至 0.000 1 g)，置于经 1 000℃灼烧后的瓷舟中。加入 0.5 g 氧化铜，以下按 14.3.2 步骤进行。

注：一般测定 3 次～4 次后，应更换新的吸收液，以保证终点变化敏锐、清晰。

表6 试样的三氧化硫含量与称样量及碘酸钾标准滴定溶液的浓度关系

$\omega(\text{SO}_3)$ %	试样量 g	碘酸钾标准滴定溶液
<0.13	1	II
0.013～0.25	0.5	II
0.25～0.5	0.5	I
0.5～1.25	0.2	I
1.25～2.5	0.1	I

14.4 结果计算

总硫以三氧化硫的质量分数 $[\omega(\text{SO}_3)]$ 计，以%表示，按式(18)计算：

$$\omega(\text{SO}_3) = \frac{VT \times 100}{m \times 1000} \dots\dots\dots (18)$$

式中：

V ——减去空白试验后的滴定用碘酸钾标准滴定溶液的体积，单位为毫升(mL)；

T ——碘酸钾标准滴定溶液对三氧化硫的滴定度，单位为毫克每毫升(mg/mL)；

m ——试料的质量，单位为克(g)。

14.5 精密度

精密度见表 7。

表7 燃烧碘量法测定总硫的精密度

%

含量范围	重复性限	再现性限
<0.13	0.02	0.04
0.13~0.25	0.03	0.06
0.25~0.5	0.04	0.08
0.5~1.25	0.06	0.10
1.25~2.5	0.10	0.15

15 五氧化二磷的测定(I 法)

15.1 方法提要

试料经硫酸和氢氟酸分解后，在 1.0 mol/L~1.4 mol/L 盐酸介质中，有酒石酸钾钠和乙醇存在下，使钼酸铵与磷酸根离子生成黄色的磷钼杂多酸，再用抗坏血酸将磷钼黄还原成磷钼蓝，分光光度计测定五氧化二磷含量。

15.2 试剂

- a) 氢氟酸：40%；
- b) 硫酸：1+1；
- c) 盐酸：1+1；
- d) 钼酸铵溶液：50 g/L。50 g 钼酸铵溶于 500 mL 水中，过滤，稀释至 1 L。贮于塑料瓶中；
- e) 酒石酸钾钠溶液：400 g/L。40 g 酒石酸钾钠溶解于水中，过滤，加水至 100 mL；
- f) 抗坏血酸溶液：50 g/L。用时现配；
- g) 乙醇：95%；
- h) 五氧化二磷标准溶液：称取 (0.191 8±0.000 1) g 预先经 105℃~110℃干燥至恒重的优级纯磷酸二氢钾(KH₂PO₄)，溶于水后移入 1 000 mL 容量瓶中，稀释至标线，摇匀。贮于塑料瓶中。此溶液 0.1 mg/mL；
- i) 五氧化二磷稀标准溶液：取 10.00 mL 五氧化二磷标准溶液，置于 100 mL 容量瓶中，稀释至标线，摇匀。此溶液 0.010 mg/mL。

15.3 五氧化二磷工作曲线的绘制

于一组 100 mL 容量瓶中，分别加入 (0.00、0.50、1.00、2.00、3.00、4.00、5.00、7.50、10.00) mL 五氧化二磷稀标准溶液，加入 20 mL 盐酸、2 mL 酒石酸钾钠溶液、10 mL 钼酸铵溶液和 10 mL 乙醇。每加入一种试剂均需摇匀。加水至 60 mL。至沸水浴上加热 5 min。取下，立即加入 10 mL 抗坏血酸溶液，摇匀，放置 5 min~10 min 后，置水中冷却，稀释至标线，摇匀。在分光光度计波长 700 nm 处，用 10 mm 吸收池，以试剂空白为参比，测定吸光度。按吸光度与标准比色溶液浓度的关系绘制工作曲线。

15.4 分析步骤

称取 0.2 g 试样，精确至 0.000 1 g，置于铂坩埚中。用少量水润湿，加入 1 mL 硫酸和 5 mL 氢氟酸，于低温电炉上加热分解并蒸发至冒白烟，取下，冷却，用水冲洗坩埚内壁，再加入 5 mL 氢氟酸，继续低

温加热至近干，再升高温度，将三氧化硫白烟驱尽，取下，冷却。加入 2mL 盐酸及 10mL 水，加热溶解。冷却后，移入 50 mL 容量瓶中。稀释至标线，摇匀，放置澄清。

取试液 10 mL 于 50 mL 容量瓶中，加入 10 mL 盐酸，1 mL 酒石酸钾钠溶液，5 mL 钼酸铵溶液，5 mL 乙醇。每加入一种试剂均需摇匀。体积控制为 30 mL 左右，至沸水浴上加热 5min，以下按 15.3 步骤进行。从试料比色溶液的吸光度中减去空白试验的吸光度，在工作曲线上查得试料比色溶液中五氧化二磷的浓度。

15.5 结果计算

五氧化二磷的质量分数 $[\omega(\text{P}_2\text{O}_5)]$ 以%表示，按公式(19)计算：

$$\omega(\text{P}_2\text{O}_5)=\frac{cV\times100}{m/5\times1000}=\frac{cV}{m\times2} \dots\dots\dots (19)$$

式中：

c ——减去空白试验后的试料比色溶液中五氧化二磷的浓度，单位为毫克每毫升(mg/mL)；

V ——试料比色溶液的体积，单位为毫升(mL)；

m ——试料的质量，单位为克(g)。

15.6 精密度

精密度见表 8。

表8 磷钼蓝分光光度法测定五氧化二磷的精密度 %

含量范围	重复性限	再现性限
<0.1	0.02	0.04
0.1<0.5	0.04	0.06
0.5~1	0.06	0.08
>1	0.10	0.15

16 电感耦合等离子体原子发射光谱(ICP)法测定总硫和五氧化二磷(Ⅱ法)

16.1 方法提要

试料用王水和氢氟酸分解后，在电感耦合等离子体炬焰中激发，发射出所含元素的特征谱线，根据硫、磷特征谱线的强度测定总硫和五氧化二磷的含量。

16.2 试剂

- a) 高氯酸：70%；
- b) 王水：3 体积盐酸和 1 体积硝酸混合。用时现配；
- c) 盐酸：1+1；
- d) 三氧化硫标准溶液：称取 (0.1775 ± 0.0001) g 预先经 105℃~110℃干燥至恒重的优级纯无水硫酸钠，溶于水后移入 1000mL 容量瓶中，稀释至标线，摇匀。贮于塑料瓶中。此溶液 0.1mg/mL；
- e) 五氧化二磷标准溶液：同 15.2 h)；

f) 三氧化硫和五氧化二磷混合工作曲线系列溶液:于一组 100 mL 容量瓶中,分别加入(0.00、1.00、2.00、3.00、5.00、10.00)mL 三氧化硫和五氧化二磷标准溶液,加入 14 mL 盐酸,稀释至标线,摇匀。移入塑料瓶中。此系列溶液三氧化硫和五氧化二磷的浓度分别为(0、1、2、3、5、10)μg/mL。

16.3 分析步骤

称取 0.1 g 试样,精确至 0.000 1 g,置于 100 mL 聚四氟乙烯烧杯中。用少量水润湿。加入 5 mL 王水和 5 mL 氢氟酸,盖上聚四氟乙烯表面皿,置电热板上加热分解蒸干后,再加入 1 mL 高氯酸和 5 mL 氢氟酸,置电热板上继续加热分解至高氯酸白烟冒尽。冷却后,加入 7 mL 盐酸至电炉上加热至盐类溶解。冷却至室温后,移入 50 mL 容量瓶中,稀释至标线,摇匀。

将仪器预热,同时用高纯氩气或高纯氮气吹扫光路和检测器系统至稳定状态,于硫波长 182.254 nm(推荐)处和磷波长 213.618 nm(推荐)处,先测定混合工作曲线系列溶液的光强度,绘制工作曲线,再测定空白和试液的光强度。

16.4 结果计算

总硫和五氧化二磷的质量分数[ω(SO₃)]和[ω(P₂O₅)]以%表示,按公式(20)计算:

$$\omega(\text{SO}_3)\text{或}\omega(\text{P}_2\text{O}_5)=\frac{cV\times100}{m\times10^6}=\frac{cV}{m\times10^4}\dots\dots\dots(20)$$

式中:
c——减去空白试验后的试液中三氧化硫或五氧化二磷的浓度,单位为微克每毫升(μg/mL);
V——试液的体积,单位为毫升(mL);
m——试料的质量,单位为克(g)。

16.5 精密度

重复性限见表 9。

表9 ICP 法测定三氧化硫和五氧化二磷的重复性限 %

含量范围	重复性限
0.01≤ω≤0.05	0.010
0.05<ω≤0.1	0.015
0.1<ω≤0.5	0.03
0.5<ω≤1	0.05

17 化学需氧量的测定

17.1 方法提要

试料与重铬酸钾标准溶液在强酸介质下用银盐作催化剂,经沸腾回流后,以试亚铁灵作指示剂,用硫酸亚铁铵标准溶液滴定试样中未被还原的重铬酸钾,由消耗硫酸亚铁铵的量算出样品中的氧化还原值,以物质消耗碳的量表示。

17.2 试剂和仪器

- a) 硫酸银：固体；
- b) 硫酸汞：固体
- c) 硫酸： $\rho=1.84\text{ g/mL}$ ；
- d) 硫酸银-硫酸溶液：向 1L 浓硫酸中加入 10g 硫酸银，放置 1~2 天使之溶解，使用前小心摇晃混匀；
- e) 重铬酸钾标准溶液 $c(1/6\text{ K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7)=0.25\text{ mol/L}$ ：准确称取在 105°C 干燥 2 h 的重铬酸钾 12.258 g，溶于水中，移入 1L 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀；
- f) 硫酸亚铁铵标准滴定溶液：

配制：称取 50 g 硫酸亚铁铵 $((\text{NH}_4)_2\text{Fe}(\text{SO}_4)_2\cdot 6\text{H}_2\text{O})$ 溶于 500 mL 水中，边搅拌边加入 25.0 mL 浓硫酸，使其溶解，冷却，移入 1L 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀，用前标定，当日有效；

标定：准确吸取 10.00 mL 重铬酸钾标准溶液于锥形瓶中，用水稀释至约 80 mL，加入 30 mL 硫酸，混匀，待冷却后加 3 滴试亚铁灵指示剂，用硫酸亚铁铵滴定至溶液由黄色经蓝绿色刚变为红褐色为终点。

硫酸亚铁铵标准滴定溶液的实际浓度 $[c(\text{mol/L})]$ 按公式(21)计算：

$$c = \frac{0.2500 \times V_1}{V} \dots\dots\dots (21)$$

式中：

- V_1 ——吸取重铬酸钾标准溶液的体积，单位为毫升 (mL)；
- V ——消耗硫酸亚铁铵标准滴定溶液的体积，单位为毫升 (mL)；
- 0.250 0——重铬酸钾标准溶液的浓度，单位为摩尔每升 (mol/L)。

- g) 试亚铁灵指示剂：称取 1.5 g 邻菲啰啉，0.7 g 硫酸亚铁溶于水，稀释至 100 mL，贮于棕色试剂瓶中；
- h) 消解装置：由电加热装置、锥形烧瓶、回流冷凝管组成，电加热装置应带有温控调节器，保证在整个消解过程中试样始终处于微沸状态。

17.3 分析步骤

称取 1g 试样，精确至 0.000 1 g，置于 250 mL 锥形烧瓶中。加入 0.1 g~0.2 g 硫酸汞(视试样中氯离子含量定)，用 20.0 mL 水将试样润湿。加入 10.00 mL 重铬酸钾标准溶液，摇匀，再缓慢加入 30 mL 硫酸-硫酸银溶液，摇匀。

将锥形瓶置于电加热装置上，接到回流冷凝管下端，打开加热器加热。自溶液开始沸腾时计时，保持微沸状态 $(120\pm 5)\text{min}$ 。冷却，用 40 mL 水自冷凝管上端冲洗冷凝管内壁后，取下锥形瓶，再用水稀释至 140 mL。将溶液冷却至室温后，加入 2~3 滴试亚铁灵指示剂，用硫酸亚铁铵标准滴定溶液滴定至溶液的颜色由黄色经蓝绿色变为红褐色为终点。

空白试验，采用与试样测定完全相同的分析步骤、试剂和用量，进行平行操作。

17.4 结果计算

试样化学需氧量(COD)以毫克每千克 (mg/kg) 表示，按公式(22)计算，修约成整数：

$$COD = \frac{c \times (V_1 - V_2) \times 8.000 \times 1000}{m} \dots\dots\dots (22)$$

式中：

- c ——硫酸亚铁铵标准滴定溶液的浓度，单位为摩尔每升 (mol/L)；
- V_1 ——空白试验所消耗的硫酸亚铁铵标准滴定溶液的体积，单位为毫升 (mL)；

V_2 ——试样所消耗的硫酸亚铁铵标准滴定溶液的体积，单位为毫升(mL)；

m ——试样的质量，单位为克(g)；

8.000——四分之一氧气的摩尔质量，单位为克每摩尔(g/mol)。

注：把化学需氧量折算成试样中还原性物质的量以碳表示为 $COD_C = \frac{COD}{8.000} \times 3.003$

17.5 精密度

重复性限：5%。

18 试验报告

试验报告至少应给出以下几方面的内容：

- a) 委托单位；
 - b) 样品名称、编号、规格型号、状态、日期等；
 - c) 使用的标准(JC/T 2100—2012)；
 - d) 使用的方法；
 - e) 试验结果；
 - f) 与规定的分析步骤的差异(如有必要)；
 - g) 在试验中观察到的异常现象(如有必要)；
 - h) 试验日期。
-

中 华 人 民 共 和 国
建 材 行 业 标 准
叶蜡石化学分析方法
JC/T 2100—2012

*

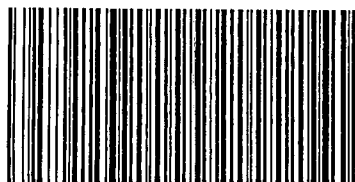
中国建材工业出版社出版
建筑材料工业技术监督研究中心
(原国家建筑材料工业局标准化研究所)发行
新华书店北京发行所发行 各地新华书店经售
地矿经研院印刷厂印刷
版权所有 不得翻印

*

开本 880×1230 1/16 印张 2 字数 56 千字
2013 年 4 月第一版 2013 年 4 月第一次印刷
印数 1—400 定价 36.00 元
书号:155160·138

*

编号:0793



JC/T 2100—2012

网址: www.standardcnjc.com 电话: (010)51164708
地址: 北京朝阳区管庄东里建材大院北楼 邮编: 100024
本标准如出现印装质量问题, 由发行部负责调换。