

# JC

## 中华人民共和国建材行业标准

JC/T 873-2000

---

### 长石化学分析方法

Methods of chemical analysis of feldspar

2000-12-25 发布

2001-05-01 实施

国家建筑材料工业局 发布

# 目 次

前言

1 范围 .....	(1)
2 一般规定 .....	(1)
3 试样的制备 .....	(1)
4 分析项目 .....	(1)
5 分析结果整理及误差分析方法 .....	(2)
6 烧失量的测定 .....	(2)
7 二氧化硅的测定 .....	(3)
8 三氧化二铁的测定 .....	(5)
9 三氧化二铝的测定 .....	(6)
10 二氧化钛的测定 .....	(8)
11 氧化钙的测定 .....	(9)
12 氧化镁的测定 .....	(9)
13 氧化钾、氧化钠的测定 .....	(10)
14 三氧化二铁、氧化镁、氧化钙、氧化钾、氧化钠的原子吸收分光光度测定法 .....	(11)
附录 A 氟硅酸钾容量法测定二氧化硅 .....	(13)

## 前 言

本标准制定参考了日本标准 JIS M8853 : 1998《长石分析方法》;原苏联标准 ГОСТ 26318—1998《非金属矿物材料化学分析方法》;美国标准 ASTM C573 : 1990《粘土质和高铝质耐火材料化学分析方法》和德国标准 DIN 51083—1998《细陶瓷的硅酸铝化学分析方法》。

本标准的附录 A 为提示的附录。

本标准由国家建筑材料工业局秦皇岛玻璃工业研究设计院提出、负责起草并技术归口。

本标准主要起草人:陈 芳 刘小礼

# 中华人民共和国建材行业标准

## 长石化学分析方法

JC/T 873-2000

Methods of chemical analysis of feldspar

### 1 范围

本标准规定了长石化学成分分析的原理,所用仪器要求,试剂、分析步骤及结果计算方法。  
本标准适用于建材工业用长石及长石类矿物原料化学成分的分析。

### 2 一般规定

2.1 化学分析所用的天平感量应为0.0001g,天平与砝码应定期进行检定。称取试样时应精确至0.0001g。“恒量”系指连续两次称量之差不大于0.0002g。

2.2 化学分析所用仪器和量器应进行校正。

2.3 化学分析用水应为蒸馏水或去离子水,所用试剂应为分析纯或优级纯,用于标定溶液的试剂应为基准试剂,标准溶液应定期标定,对水和试剂应做空白试验。

2.4 标准中同一成分所列不同分析方法,可根据具体情况选用。如对分析结果有争议时,取第一种方法为仲裁方法。

2.5 分析试样应于105~110℃烘箱中烘干1h以上,在干燥器中冷却至室温后,进行称量。

2.6 标准中所用试剂及配制方法

2.6.1 当所用试剂直接用名称表示时,是指符合下列百分浓度的试剂:

试剂名称	试剂浓度(%)
盐酸	36~38
氢氟酸	40以上
硝酸	65~68
高氯酸	70~72
硫酸	95~98
氨水	25~28

2.6.2 被稀释试剂按下列方法配制:

盐酸(1+19):1份体积盐酸与19份体积水混合

20%氢氧化钾溶液:20g氢氧化钾溶解于100mL的水中。在无特别指明时均指水溶液。

2.7 吸光测量所用的“试剂空白溶液”指不含待测组分的溶液。

### 3 试样的制备

分析试样要充分混匀,使其具有代表性和均匀性,保证无外来杂质混入。经过缩分,最后得到10g试样,于玛瑙乳钵中研磨后,要全部通过孔径为0.076mm筛(200目),装于称量瓶中备用。

### 4 分析项目

烧失量 I.L

二氧化硅	SiO <sub>2</sub>
三氧化二铝	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>
三氧化二铁	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>
氧化钙	CaO
氧化镁	MgO
二氧化钛	TiO <sub>2</sub>
氧化钾	K <sub>2</sub> O
氧化钠	Na <sub>2</sub> O

## 5 分析结果整理及误差分析方法

5.1 同一试验室,采用本方法分析同一试样,必须进行两次平行分析,在允许误差范围内取其平均值为分析结果,其值按有效数字修约规则修约至小数点后第二位,如超差须进行第三次测定,并将结果与前两次分析结果进行比较,符合室内允许差时,则取两次的平均值为分析结果,否则应重新进行分析。

5.2 在两个不同实验室内,采用本方法对同一试样进行分析时,每一项目分析结果之差应符合室间允许差规定,如有争议由仲裁单位按仲裁方法(本标准所列分析方法中第一种为仲裁法)进行测定,以仲裁单位报出结果为准,与原分析结果比较,若与其中任何一方分析结果之差符合室间允许误差规定,则认为原分析结果无误,若超差,则认为不准确。

5.3 分析结果允许误差范围如表 1。

表 1 分析结果允许误差范围

%

测定项目	含量范围	室内允许差	室间允许差
I.L	<2	0.10	0.15
	≥2	0.15	0.20
SiO <sub>2</sub>	<50	0.20	0.25
	≥50	0.25	0.30
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	<0.5	0.02	0.04
	0.5~2.0	0.03	0.05
	>2.0	0.06	0.10
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	<10	0.15	0.18
	10~25	0.20	0.25
CaO	<0.5	0.03	0.05
	0.5~3.0	0.05	0.08
MgO	<0.5	0.03	0.05
	0.5~3.0	0.06	0.10
TiO <sub>2</sub>	<1.0	0.02	0.03
K <sub>2</sub> O、Na <sub>2</sub> O	<3	0.08	0.10
	3~10	0.15	0.18
	>10	0.20	0.25

## 6 烧失量的测定

### 6.1 方法提要

试样中所含易挥发物质,经高温 1000℃灼烧挥发掉,所损失的质量即为烧失量。

## 6.2 分析步骤

称取约 1g 左右试样于已恒量的铂坩锅中,盖上坩锅盖并留有缝隙。将坩锅放入高温炉内,从室温开始,逐渐升温至 1000℃,灼烧 1h,取出坩锅置于干燥器中,冷却至室温,称量。反复灼烧,每次 20min,直至恒量。

## 6.3 分析结果的计算

烧失量的百分含量  $x_1(\%)$ 按式(1)计算:

$$x_1 = \frac{m_1 - m_2}{m_1} \times 100 \dots\dots\dots (1)$$

式中:  $m_1$ ——灼烧前试样质量, g;

$m_2$ ——灼烧后试样质量, g。

## 7 二氧化硅的测定

### 7.1 凝聚重量—分光光度法

#### 7.1.1 方法提要

试样经碳酸钠—硼酸混合熔剂熔融后,以盐酸溶解并蒸发至糊状,以聚环氧乙烷使二氧化硅凝聚,过滤并将沉淀灼烧,然后用氢氟酸处理,前后质量之差即为沉淀二氧化硅的量,以分光光度法测定滤液中残留的二氧化硅量,二者之和即为二氧化硅总量。

#### 7.1.2 试剂

- a) 无水碳酸钠;
- b) 硼酸;
- c) 混合熔剂:3份无水碳酸钠与1份硼酸混合;
- d) 盐酸:1+1;1+11;1+19;
- e) 1%硝酸银溶液;
- f) 硫酸:1+1;
- g) 氢氟酸;
- h) 2%氟化钾溶液:称 2g 氟化钾(KF·2H<sub>2</sub>O)于塑料杯中,加 100mL 水溶解,贮存于塑料瓶中;
- i) 2%硼酸溶液;
- j) 丙酮;
- k) 0.5%对硝基苯酚乙醇溶液:称 0.5g 对硝基苯酚,溶于 100mL 95%乙醇中;
- l) 8%钼酸铵溶液,称 8g 钼酸铵,溶于 100mL 水中过滤,贮存于塑料瓶中;
- m) 二氧化硅标准溶液(0.1mg/mL):准确称取 0.1000g 预先经 1000℃灼烧 1h 的高纯石英(99.99%)于铂坩锅中,加 2g 无水碳酸钠,混匀。先于低温加热,逐渐升高温度至 1000℃,以得到透明熔体,冷却,用热水浸取熔块于 300mL 塑料杯中,加入 150mL 沸水,搅拌使其溶解(此时溶液应是澄清的),冷却。转入 1L 容量瓶中,用水稀释至标线,摇匀后,立即转移至塑料瓶中贮存;
- n) 0.1%聚环氧乙烷溶液:称取 0.1g 聚环氧乙烷于烧杯中,加少量水浸泡一段时间,搅拌使其溶解,稀释至 100mL,贮存于塑料瓶中。溶液保留至有沉淀产生,弃去重配。

#### 7.1.3 仪器

分光光度计。

#### 7.1.4 二氧化硅(硅钼黄)比色标准曲线的绘制

于一组 100mL 容量瓶中,分别加 8mL 盐酸(1+11)及 10mL 水,摇匀。依次准确加入 0.00、1.00、2.00、3.00、4.00、5.00、6.00mL 二氧化硅标准溶液,各加 5mL 丙酮,4mL 8%钼酸铵摇匀,在 20~30℃ 的温度下放置 15min。用水稀释至标线,摇匀。在 2h 内于分光光度计上,以试剂空白溶液作参比,选用

3cm 比色皿,在波长 420nm 处测定溶液的吸光度。按测得的吸光度与比色溶液浓度的关系绘制标准曲线。

注:加入钼酸铵后,应避免阳光直接照射。

### 7.1.5 分析步骤

称 0.5g 试样于铂皿中,加 3g 混合熔剂[7.1.2c)],用细玻璃棒混匀,再将 1g 熔剂擦洗玻璃棒并覆盖在试样表面。从低温开始,逐渐升高温度至气泡停止产生后,于 950~1000℃ 熔融,待试样全部分解后,继续熔融 10min,用包有铂金头的坩埚钳夹持,小心旋转,使熔融物均匀地附于铂皿内壁,冷却。盖上表皿,加 20mL 盐酸(1+1)溶解熔体,待无气泡产生时,放在电炉上低温加热,待熔块完全分解后,用热水洗净表皿,并取下。将铂皿置于水浴上蒸发至 5mL 以下或糊状,放冷,加适量滤纸浆搅拌,并加约 5mL 0.1% 聚环氧乙烷,搅匀,放置 5min。加 5mL 热水,搅拌溶解可溶性盐类。用中速定量滤纸过滤,滤液盛接于 250mL 容量瓶中,用热盐酸(1+19)洗涤沉淀 10~12 次,再用热水洗至无氯离子(用 1% 硝酸银溶液检验)。

将沉淀及滤纸一并移入铂坩埚中,加 4~5 滴硫酸(1+1),放在电炉上先低温烘干,再升高温度使滤纸充分灰化。于 1100℃ 灼烧 1h,在干燥器中冷却至室温,称量,反复灼烧至恒量。

将沉淀用水润湿,加 5 滴硫酸(1+1)和 5~7mL 氢氟酸,于低温电炉上蒸发至干,重复处理一次,然后逐渐升高温度至三氧化硫白烟冒尽为止。将坩埚在 1100℃ 灼烧 20min,在干燥器中冷却至室温,称量。反复灼烧至恒量。

将上述带有残渣的坩埚内加 2~3g 混合熔剂[7.1.2c)],盖上盖,先低温加热,逐渐升高温度。待反应完全后,熔融 5min,冷却。用热水浸取并洗净坩埚及盖,冷却后合并于二氧化硅滤液中,用水稀释至刻度,摇匀。此溶液为试液(A),用于测定 Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>、Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>、CaO、MgO、TiO<sub>2</sub> 及滤液中残留的 SiO<sub>2</sub> 含量。

注:如除 SiO<sub>2</sub> 以外其他成分的测定都采用单独溶样方法时,可不用将测定 SiO<sub>2</sub> 后的残渣分解,弃去即可,而直接用水稀释滤液至刻度,摇匀。此溶液为试液(B),用于测定残留 SiO<sub>2</sub> 量。

吸取试液(A)或(B)25mL 于 100mL 塑料烧杯中,加 5mL 2% 氟化钾溶液,摇匀,放置 10min。加 5mL 2% 硼酸,加 1 滴对硝基苯酚指示剂,滴加 20% 氢氧化钾至溶液变黄,加 8mL 盐酸(1+11),转入 100mL 容量瓶中,加 5mL 丙酮,4mL 8% 钼酸铵溶液,摇匀,于 20~30℃ 下放置 20min,用水稀释至标线,摇匀,2h 内于分光光度计上,以试剂空白溶液作参比,选用 3cm 比色皿,在波长 420nm 处测定溶液的吸光度。

### 7.1.6 分析结果的计算

二氧化硅百分含量  $x_2$ (%)按式(2)计算

$$x_2 = \left( \frac{m_4 - m_5}{m_3} + \frac{m_6 \times 10}{m_3 \times 1000} \right) \times 100 \dots \dots \dots (2)$$

式中:  $m_4$  —— 灼烧后未经氢氟酸处理的沉淀及坩埚质量, g;

$m_5$  —— 氢氟酸处理并灼烧后残渣及坩埚质量, g;

$m_3$  —— 试样质量, g;

$m_6$  —— 在标准曲线上查得所分取滤液中二氧化硅的含量, mg。

注:试剂空白溶液中不加聚环氧乙烷,因其与钼酸铵形成白色沉淀。

## 7.2 盐酸一次脱水重量——分光光度法

### 7.2.1 方法提要

试样经碳酸钠熔融后,以盐酸浸取并蒸干脱水,使硅酸以胶状沉淀析出,再用盐酸溶解可溶性盐类,过滤,并将沉淀灼烧,然后用氢氟酸处理,前后质量之差即为沉淀二氧化硅的量;以分光光度法测定滤液中残留的二氧化硅量,二者之和即为二氧化硅总量。

### 7.2.2 试剂

同 7.1.2。

### 7.2.3 仪器

同 7.1.3。

### 7.2.4 分析步骤

称 0.5g 试样于铂皿中加 3g 无水碳酸钠,与试样混匀,再取 1g 无水碳酸钠,覆盖在试样表面。先于低温加热,逐渐升温至 1000℃ 熔融呈透明熔体,继续熔融 10min,用包有铂金头的坩埚钳夹持铂皿,小心旋转,使熔融物均匀地附于铂皿内壁,冷却。盖上表皿,加 20mL 盐酸(1+1)溶解熔块,待无气泡产生时,用热水洗净表皿,除去表皿将铂皿置水浴上蒸发至无盐酸味。取下铂皿,冷却,加 5mL 盐酸,放置 5min,加 20mL 热水搅拌使盐类溶解,并加适量滤纸浆搅拌。用中速定量滤纸过滤,滤液接于 250mL 容量瓶中,以热盐酸(1+19)洗涤器皿壁及沉淀 10~12 次,再用热水洗至无氟离子(用 1% 硝酸银溶液检查)。

在沉淀上加 4~5 滴硫酸(1+1),以下步骤同 7.1.5。

### 7.2.5 分析结果的计算

二氧化硅百分含量  $x_2(\%)$  按式(3)计算

$$x_2 = \left( \frac{m_8 - m_9}{m_7} + \frac{m_{10} \times 10}{m_7 \times 1000} \right) \times 100 \dots \dots \dots (3)$$

式中:  $m_8$  —— 灼烧后未经氢氟酸处理的沉淀及坩埚质量, g;

$m_9$  —— 氢氟酸处理并灼烧后残渣及坩埚质量, g;

$m_7$  —— 试样质量, g;

$m_{10}$  —— 在标准曲线上查得所分取滤液中二氧化硅的含量, mg。

## 8 三氧化二铁的测定

### 8.1 方法提要

用盐酸羟胺将  $Fe^{3+}$  还原为  $Fe^{2+}$ , pH2~9 时  $Fe^{2+}$  与邻菲罗啉生成稳定的橙红色络合物,以分光光度法测定。

### 8.2 试剂

a) 硫酸(1+1);

b) 氢氟酸;

c) 盐酸(1+1);

d) 氨水(1+1);

e) 混合熔剂,同 7.1.2c);

f) 0.5% 对硝基苯酚指示剂,同 7.1.2i);

g) 10% 盐酸羟胺溶液;

h) 0.1% 邻菲罗啉:称取 0.1g 邻菲罗啉溶于 10mL 95% 乙醇,加 90mL 水混匀;

i) 10% 酒石酸溶液;

j) 三氧化二铁标准溶液(1mg/mL):准确称取 1.000g 预先经 105~110℃ 烘干 2h 的三氧化二铁(光谱纯)于烧杯中,加 10mL 盐酸(1+1),加热溶解,冷却,转入 1L 容量瓶中,用水稀释至标线,摇匀;

k) 三氧化二铁比色溶液(0.02mg/mL):移取 10mL 8.2j)三氧化二铁标准溶液于 500mL 容量瓶中,用水稀释至标线,摇匀。

### 8.3 仪器

分光光度计

### 8.4 三氧化二铁标准曲线的绘制

于一组 100mL 容量瓶中,依次加入 0.00、0.50、1.00、2.00、4.00、6.00、8.00、10.00mL 8.2k)三氧化二铁比色溶液,用水稀释至约 50mL,加 4mL 10% 酒石酸,1~2 滴对硝基苯酚指示剂,滴加氨水(1+1)至溶液呈现黄色,随即滴加盐酸(1+1)至溶液刚无色,此时溶液 pH 约为 5。加 2mL 10% 盐酸羟胺,



10mL 0.1%邻菲罗啉,用水稀释至标线,摇匀。放置 20min 后,于分光光度计上,以试剂空白溶液作参比,选用 1cm 比色皿,在波长 510nm 处测量溶液的吸光度。

按测得的吸光度与比色溶液浓度的关系绘制标准曲线。

### 8.5 试样溶液的制备

#### 8.5.1 三氧化二铝含量≤15%时:

称 0.5g 试样于铂皿中,用少量水润湿,加 4~5 滴硫酸(1+1),及 5~7mL 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,冷却。加 10mL 盐酸(1+1)及适量水,加热溶解,移入 250mL 容量瓶中,冷却后,用水稀释至标线,摇匀。此溶液为试液(A)。

#### 8.5.2 三氧化二铝含量>15%时:

称 0.5g 试样于铂皿中,用少量水润湿,加 4~5 滴硫酸(1+1)及 10mL 氢氟酸,于低温电炉上蒸发至冒三氧化硫白烟,逐渐升高温度,驱尽三氧化硫,冷却。加 2g 混合熔剂于残渣上,先低温加热,逐渐升高温度至 1000℃熔融,使其全部溶解,冷却后,盖上表皿,加 15mL 盐酸(1+1)及适量水,加热溶解,移入 250mL 容量瓶中,冷却后,用水稀释至标线,摇匀,此溶液为试液(C)。

### 8.6 分析步骤

准确吸取试液(A)或试液(C)10.00 或 25.00mL(根据 Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 含量而定)于 100mL 容量瓶中,加水至约 50mL,以下同 8.4。

### 8.7 分析结果的计算

三氧化二铁的百分含量  $x_3$ (%)按式(4)计算:

$$x_3 = \frac{m_{12} \cdot \frac{V_1}{V_2}}{m_{11} \times 1000} \times 100 \dots\dots\dots (4)$$

式中: $m_{12}$ ——在标准曲线上查得所取试液中三氧化二铁的含量,mg;

$V_1$ ——试样溶液总体积,mL;

$V_2$ ——所分取试样溶液体积,mL;

$m_{11}$ ——试样质量,g。

## 9 三氧化二铝的测定

### 9.1 方法提要

待测试液与过量 EDTA 标准溶液在 pH=5~6 时加热,铝、铁、钛与 EDTA 络合,以二甲酚橙为指示剂,用乙酸锌标准溶液回滴过量的 EDTA,减去三氧化二铁及二氧化钛量,即求得三氧化二铝的含量。

### 9.2 试剂

a) 氨水(1+1);

b) 0.2%XO(二甲酚橙)指示剂溶液;

c) 20%氢氧化钾溶液;贮存于塑料瓶中;

d) 乙酸-乙酸钠缓冲溶液(pH5.6):将 250g 三水乙酸钠(或 150.7g 无水乙酸钠)溶于水,加 12mL 冰乙酸,用水稀释至 1L,摇匀;

e) 0.01mol/L EDTA(乙二胺四乙酸二钠)标准溶液:称取 3.7g EDTA 于烧杯中,加水约 200mL,加热溶解,用水稀释至 1L,摇匀;

f) 0.01mol/L 乙酸锌标准溶液:称取 2.2g 二水乙酸锌[Zn(CH<sub>3</sub>COO)<sub>2</sub>·2H<sub>2</sub>O]溶于少量水中,加乙酸(36%)2mL,用水稀释至 1L,摇匀;

g) 氧化钙标准溶液(1mg/mL):准确称取经 105~110℃烘干 2h 的碳酸钙 1.7848g 于 300mL 烧杯中,加水约 150mL,盖上表皿,加盐酸(1+1)10mL 使其溶解,加热煮沸以驱尽溶液中的二氧化碳,冷却,

移入 1L 容量瓶中,用水稀释至标线,摇匀;

h) CMP 混合指示剂:称取 0.5g 钙黄绿素,0.5g 甲基百里香酚兰,0.1g 酚酞与 50g 已在 105℃ 烘过的硝酸钾混合,研细,贮存于棕色磨口瓶中;

i) EDTA 标准溶液的标定:准确吸取 10mL 氧化钙标准溶液于 300mL 烧杯中,加水约 150mL,用 20% 氢氧化钾调溶液 pH 约为 12,过量 2mL,加适量 CMP 指示剂,用 0.01M EDTA 标准溶液滴定至绿色荧光消失并呈现淡红色。

EDTA 对氧化钙、氧化镁、三氧化二铝的滴定度分别按式(5)、(6)、(7)计算:

$$T_{CaO} = \frac{c_1 \cdot V_3}{V_4} \dots\dots\dots (5)$$

$$T_{MgO} = \frac{c \cdot V_3}{V_4} \times \frac{40.30}{56.08} \dots\dots\dots (6)$$

$$T_{Al_2O_3} = \frac{c_1 \cdot V_3}{V_4} \times \frac{101.96}{56.08 \times 2} \dots\dots\dots (7)$$

式中:  $c_1$ ——每毫升氧化钙标准溶液含氧化钙的毫克数,mg/mL;

$V_3$ ——吸取氧化钙标准溶液的体积,mL;

$V_4$ ——标定时消耗 EDTA 标准溶液的体积,mL;

56.8——氧化钙的分子量;

40.30——氧化镁的分子量;

101.96——三氧化二铝的分子量;

$T_{CaO}$ ——每毫升 EDTA 的标准溶液相当于氧化钙的毫克数,mg/mL;

$T_{MgO}$ ——每毫升 EDTA 的标准溶液相当于氧化镁的毫克数,mg/mL;

$T_{Al_2O_3}$ ——每毫升 EDTA 的标准溶液相当于三氧化二铝的毫克数,mg/mL;

9.3 EDTA 标准溶液对乙酸锌标准溶液体积比的测定:准确吸取 10.00mL 0.01M EDTA 标准溶液于 300mL 烧杯中,加水约 150mL,加 5mL pH5.6 缓冲溶液和 3~4 滴 XO 指示剂,用 0.01M 乙酸锌标准溶液滴定至黄色溶液中刚出现红色时即为终点。

EDTA 标准溶液与乙酸锌标准溶液的体积比按式(8)计算:

$$K = \frac{10}{V_5} \dots\dots\dots (8)$$

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;

$V_5$ ——滴定时消耗乙酸锌标准溶液的体积,mL。

#### 9.4 分析步骤

准确吸取适量试液(A)或试液(C)(含  $Al_2O_3 \geq 10\%$  时吸 10mL,  $Al_2O_3 < 10\%$  时吸 25mL)于 300mL 烧杯中,加入 20.00mL EDTA 标准溶液,在电炉上加热至 50℃ 以上,加 1 滴 XO 指示剂,在搅拌下滴加氨水(1+1)至溶液由黄色刚变成紫红色,加 5mL pH5.6 缓冲溶液,此时溶液由紫色变黄,继续加热,煮沸 2~3min,冷却,用水稀释至约 150mL。加 2~3 滴 XO 指示剂,用 0.01M 乙酸锌标准溶液滴定至黄色溶液中刚出现红色时即为终点。

#### 9.5 分析结果的计算

三氧化二铝的百分含量  $x_4$ (%)按式(9)计算:

$$x_4 = \frac{T_{Al_2O_3} \cdot \frac{V_1}{V_6} \cdot (V_7 - V_8 K)}{m_{11} \times 1000} \times 100 - (0.6384 \times Fe_2O_3 \% + 0.6380 \times TiO_2 \%) \times 100 \dots\dots (9)$$

式中:  $T_{Al_2O_3}$ ——EDTA 标准溶液对三氧化二铝的滴定度,mg/mL;

$V_1$ ——试样溶液总体积,mL;

$V_6$ ——所分取试样溶液体积,mL;

- $V_7$ ——加入 EDTA 标准溶液体积, mL;
- $V_8$ ——滴定过量 EDTA 时消耗乙酸锌标准溶液体积, mL;
- $K$ ——EDTA 标准溶液与乙酸锌标准溶液的体积比;
- $m_{11}$ ——试样质量, g;
- 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。

## 10 二氧化钛的测定

### 10.1 方法提要

用抗坏血酸消除  $Fe^{3+}$  的干扰后, 在 0.5~2N 盐酸介质中  $Ti^{4+}$  与 DAPM 生成黄色可溶性络合物, 以分光光度法测定。

### 10.2 试剂

- a) 硫酸 1+1;
- b) 盐酸 1+1;
- c) 5% 抗坏血酸溶液(使用时配制);

d) 2.5% DAPM(二安替比林甲烷)溶液: 称取 2.5g DAPM 于 40mL 盐酸(1+1)中, 用水稀释至 100mL, 摇匀;

e) 二氧化钛标准溶液(0.1mg/mL)准确称取 0.1000g 预先经 800~950°C 灼烧 0.5h 的二氧化钛(光谱纯)于铂坩埚中, 加约 3g 焦硫酸钾, 先在电炉上熔融, 再移到喷灯上熔至呈透明状态。放冷后, 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。放冷后, 转入 1L 容量瓶中, 用水稀释至标线, 摇匀;

f) 二氧化钛比色溶液(0.01mg/mL): 吸取 100mL 10.2e) 二氧化钛标准溶液于 1L 容量瓶中, 用水稀释至标线, 摇匀。

### 10.3 仪器

分光光度计。

### 10.4 二氧化钛标准曲线的绘制

于一组 100mL 容量瓶中, 依次准确加入 0.00, 0.50, 1.00, 2.00, 3.00, 5.00, 7.00, 10.00mL 二氧化钛比色溶液[10.2f)], 分别加水至约 50mL, 加 10mL 盐酸(1+1), 5mL 5% 抗坏血酸, 摇匀, 放置 5min, 再加入 10mL 2.5% DAPM 溶液, 用水稀至刻度, 摇匀, 放置 40min 后, 于分光光度计上以试剂空白溶液为参比, 用 1cm 比色皿于 420nm 处测量溶液吸光度, 按测得的吸光度与比色溶液的浓度的关系绘制标准曲线。

### 10.5 分析步骤

准确吸取试液(A)或试液(C)25.00mL 于 100mL 容量瓶中, 加水至约 50mL, 以下同 10.4。

### 10.6 分析结果的计算

二氧化钛的百分含量  $x_5$ (%)按式(10)计算:

$$x_5 = \frac{m_{13} \cdot \frac{V_1}{V_9}}{m_{11} \times 1000} \times 100 \dots\dots\dots (10)$$

式中:  $m_{13}$ ——在标准曲线上查得所分取试液中二氧化钛的量, mg;

$V_1$ ——试样溶液总体积, mL;

$V_9$ ——所分取试样溶液体积, mL;

$m_{11}$ ——试样质量, g。

## 11 氧化钙的测定

### 11.1 方法提要:

以三乙醇胺—酒石酸钾钠掩蔽铁、铝、钛等元素后在 pH>13 的条件下,以 CMP 为指示剂,以 EDTA 标准溶液滴定氧化钙量。

### 11.2 试剂

- a) 2%氟化钾溶液;
- b) 10%酒石酸钾钠溶液;
- c) 三乙醇胺溶液(1+1);
- d) 20%氢氧化钾溶液(贮存于塑料瓶中);
- e) CMP 混合指示剂:同 9.2h);
- f) 0.01M EDTA(乙二胺四乙酸二钠)标准溶液:同 9.2e)。

### 11.3 分析步骤

准确吸取试液(A)或试液(C)25.00mL 于 300mL 烧杯中,[吸取试液(A)时,加 5mL 2%氟化钾溶液,搅拌并放置 5min],加 5mL 三乙醇胺溶液(1+1)及 5mL 10%酒石酸钾钠,搅拌,用水稀释至约 150mL。用 20%氢氧化钾调节溶液 pH 值为 12,再过量 2mL,加适量 CMP 混合指示剂,用 0.01M EDTA 标准溶液滴定至绿色荧光消失并呈现淡红色。

### 11.4 分析结果的计算

氧化钙的百分含量  $x_6$ (%)按式(11)计算:

$$x_6 = \frac{T_{CaO} \cdot V_{11} \cdot \frac{V_1}{V_{10}}}{m_{11} \times 1000} \times 100 \dots \dots \dots (11)$$

式中:  $T_{CaO}$ ——EDTA 标准溶液对氧化钙的滴定度,mg/mL;

$V_{11}$ ——滴定时消耗 EDTA 标准溶液的体积,mL;

$V_1$ ——试样溶液总体积,mL;

$V_{10}$ ——所分取试样溶液体积,mL;

$m_{11}$ ——试样质量,g。

## 12 氧化镁的测定

### 12.1 方法提要

以三乙醇胺—酒石酸钾钠掩蔽铁、铝、钛等元素后,在 pH=10 的氨性缓冲溶液中,以 K-B 为指示剂,用 EDTA 标准溶液滴定钙、镁和量。

### 12.2 试剂

- a) 2%氟化钾溶液;
- b) 10%酒石酸钾钠溶液;
- c) 三乙醇胺溶液(1+1);
- d) 氨水(1+1);
- e) 氨水—氯化铵缓冲溶液(pH=10):称取 67.5g 氯化铵溶于水中,加 570mL 氨水,用水稀释至 1L,摇匀;
- f) K-B 混合指示剂:称取 0.3g 酸性铬兰 K,0.9g 萘酚绿 B 与 50g 已在 105℃烘过的硝酸钾混合,研细,贮存于磨口瓶中;
- g) 0.01mol/L EDTA(乙二胺四乙酸二钠)标准溶液:同 9.2e)。

### 12.3 分析步骤:

准确吸取试液(A)或试液(C)25.00mL于300mL烧杯中[吸取试液(A)时,加5mL2%氟化钾,搅拌并放置5min],加5mL三乙醇胺(1+1)及5mL10%酒石酸钾钠,搅拌,用水稀释至约150mL,用氨水(1+1)调节溶液pH约为10,再加10mL pH10的氨水-氯化铵缓冲溶液及适量K-B混合指示剂。用0.01MEDTA标准溶液滴定至溶液由紫红色变为兰绿色。

12.4 分析结果的计算

氧化镁的百分含量  $x_7$ (%)按式(12)计算:

$$x_7 = \frac{T_{MgO} \cdot (V_{13} - V_{11}) \cdot \frac{V_1}{V_{12}}}{m_{11} \times 1000} \times 100 \dots\dots\dots (12)$$

式中:  $T_{MgO}$ ——EDTA标准溶液对氧化镁的滴定度,mg/mL;

$V_{12}$ ——所分取试样溶液体积,mL;

$V_{11}$ ——滴定时消耗EDTA标准溶液的体积,mL;

$V_{13}$ ——滴定钙镁和量时消耗EDTA标准溶液的体积,mL;

$V_1$ ——试样溶液总体积,mL;

$m_{11}$ ——试样质量,g。

13 氯化钾,氯化钠的测定

13.1 方法提要

试样经氢氟酸-硫酸分解后,以稀盐酸溶解,用火焰光度法测定氯化钾,氯化钠含量。

13.2 试剂

a) 氢氟酸;

b) 硫酸(1+1);

c) 盐酸(1+11);

d) 氯化钾标准溶液(1mg/mL):准确称取预先在105~110℃烘干2h的氯化钾1.5830g于烧杯中,加水溶解,移入1L容量瓶中,用水稀释至标线,摇匀。贮存于塑料瓶中;

e) 氯化钠标准溶液(1mg/mL):准确称取预先在105~110℃烘干2h的氯化钠1.8859g于烧杯中,加水溶解,移入1L容量瓶中,用水稀释至标线,摇匀。贮存于塑料瓶中;

f) 氯化钾,氯化钠混合标准系列:于一组500mL容量瓶中依次分别加入0.00、1.00、2.00、3.00、4.00、5.00、6.00、7.00、8.00、9.00、10.00mL,氯化钾标准溶液[13.2d)]和氯化钠标准溶液[13.2e)],各加入50mL盐酸(1+11),用水稀释至标线,摇匀,贮于塑料瓶中。此标准系列含氯化钾和氯化钠分别为0~20μg/mL。

注:上述混合系列中氯化钾,氯化钠的浓度比为1:1,在实际工作中应根据试样中氯化钾,氯化钠含量确定标准系列中氯化钾,氯化钠的浓度比,使其尽可能与试样接近。

13.3 仪器

火焰光度计。

13.4 分析步骤

准确称取0.1g试样于铂皿中,用少量水润湿,加4~5滴硫酸(1+1)及5~7mL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,冷却。加25mL盐酸(1+11),加热溶解,冷却后移入250mL容量瓶中,用水稀释至标线,摇匀。

从上述溶液中准确吸取25.00mL于100mL容量瓶加7.5mL盐酸(1+11),用水稀释至标线,摇匀。此溶液用于火焰光度法测定氯化钾,氯化钠。

将火焰光度计按仪器使用规程调整到工作状态,分别使用钾滤光片(767nm),钠滤光片(589nm)测定试液中氯化钾及氯化钠。

从氧化钾、氧化钠混合标准系列中选取比试样溶液浓度略大和略小的标准溶液,分别进行测定,读取吸光度。

氧化钾和氧化钠百分含量  $x_8(\%)$ 、 $x_9(\%)$ 按式(13)计算:

$$x_8(x_9) = \frac{\left[ c_2 + (c_3 - c_2) \cdot \frac{A_1 - A_2}{A_3 - A_2} \right] \cdot V_{14} \times 10^{-6}}{m_{14}} \times 100 \dots\dots\dots (13)$$

式中:  $c_2$ ——比试样溶液浓度略小的标准溶液浓度,  $\mu\text{g/mL}$ ;

$A_2$ ——比试样溶液浓度略小的标准溶液吸光度;

$c_3$ ——比试样溶液浓度略大的标准溶液浓度,  $\mu\text{g/mL}$ ;

$A_3$ ——比试样溶液浓度略大的标准溶液吸光度;

$A_1$ ——测定试样溶液吸光度;

$V_{14}$ ——试样溶液总体积,  $\text{mL}$ ;

$m_{14}$ ——试样质量,  $\text{g}$ 。

## 14 三氧化二铁、氧化镁、氧化钙、氧化钾、氧化钠的原子吸收分光光度测定法

### 14.1 方法提要

试样经氢氟酸—高氯酸分解后,以稀盐酸溶解,氯化铯作释放剂,用原子吸收分光光度计,以空气—乙炔焰测定溶液中三氧化二铁、氧化钙、氧化镁、氧化钾、氧化钠。

### 14.2 试剂

a) 氢氟酸;

b) 高氯酸;

c) 盐酸 1+1;

d) 20%氯化铯溶液:称取 336g 优级纯氯化铯( $\text{SrCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ )溶于水中,用水稀释至 1L,摇匀。贮存于塑料瓶中;

e) 三氧化二铁标准溶液(1mg/mL):同 8.2i);

f) 氧化钙标准溶液(1mg/mL):同 9.2g);

g) 氧化镁标准溶液(1mg/mL):准确称取 1.000g 预先经 950℃灼烧过的氧化镁(高纯)于烧杯中,加 20mL 盐酸(1+1),加热溶解,冷却,移入 1L 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀,贮存于塑料瓶中;

h) 氧化钾标准溶液(1mg/mL):同 13.2d);

i) 氧化钠标准溶液(1mg/mL):同 13.2e);

j) 混合标准溶液,分别移取 14.2e),f),g),h),i)各标准溶液 100mL 于一组 1L 容量瓶中,用水稀释至标线,摇匀,贮存于塑料瓶中,此溶液每毫升含三氧化二铁、氧化钙、氧化镁、氧化钾和氧化钠各 0.1mg;

k) 混合标准系列溶液:准确移取 14.2 j)混合标准溶液 0.50, 1.00, 2.00, 3.00, 4.00, 5.00, 6.00, 7.00, 8.00, 9.00, 10.00, 11.00, 12.00, 13.00, 14.00, 15.00mL 于一组 100mL 容量瓶中,各加 5mL 20%氯化铯和 4mL 盐酸(1+1),用水稀释至标线,摇匀。贮存于塑料瓶中。

注:因长石中  $\text{K}_2\text{O}$ 、 $\text{Na}_2\text{O}$  的含量较高,而  $\text{CaO}$ 、 $\text{MgO}$  含量很低,所以,在混合标准溶液的配制时可根据实际情况配制。

### 14.3 仪器

原子吸收分光光度计。

### 14.4 分析步骤

称取 0.1g 试样于铂皿中,用少量水润湿加 1mL 高氯酸和 10mL 氢氟酸,置低温电炉上蒸发至冒高氯酸白烟,取下放冷,加 3~5mL 高氯酸,继续蒸发至高氯酸的白烟冒尽,取下,冷却。加 4mL 盐酸(1+

1)和 20mL 水,加热溶解,冷却,移入 100mL 容量瓶中,加 5mL 20%氯化锶,用水稀释至标线,摇匀。此溶液为试液(D)用于原子吸收法测定三氧化二铁,氧化钙和氧化镁。

准确吸取试液(D)10.00mL 于 100mL 容量瓶中,分别加入 3.6mL 盐酸(1+1)及 5mL 20%氯化锶溶液,用水稀释至标线,摇匀。此溶液为试液(E),用于原子吸收法测定氧化钾,氧化钠。

按照仪器使用规程,将原子吸收分光光度计调整到最佳工作状态,用空气-乙炔焰,使用各元素的空心阴极灯,根据表 2 元素测定波长,选择适当仪器参数,对试样及标准溶液进行测定。

表 2 各元素测定波长

元素	Fe	Ca	Mg	K	Na
测定波长, A°	2438	4227	2852	7665	5890

用试液(D)测定三氧化二铁、氧化钙、氧化镁;用试液(E)测定氧化钾、氧化钠。

分别从 14.2k)混合标准系列溶液中选取比试样浓度略小及略大的标准溶液进行测定。

#### 14.5 分析结果的计算

三氧化二铁、氧化钙、氧化镁、氧化钾、氧化钠的百分含量  $x_{10}, x_{11}, x_{12}, x_{13}, x_{14}$  (%)按式(14)计算:

$$x_{10}(x_{11}, x_{12}, x_{13}, x_{14}) = \frac{\left[ c_4 + (c_5 - c_4) \cdot \frac{A_5 - A_4}{A_5 - A_4} \right] \cdot V_{15} \times 10^{-6}}{m_{15}} \times 100 \dots\dots\dots (14)$$

式中:  $c_4$  —— 比试样溶液浓度略小的标准溶液浓度,  $\mu\text{g/mL}$ ;

$A_4$  —— 比试样溶液浓度略小的标准溶液吸光度;

$c_5$  —— 比试样溶液浓度略大的标准液浓度,  $\mu\text{g/mL}$ ;

$A_5$  —— 比试样溶液浓度略小的标准溶液吸光度;

$A_6$  —— 测定试样溶液吸光度;

$V_{15}$  —— 试样溶液总体积, mL;

$m_{15}$  —— 试样质量, g。

附录 A

(提示的附录)

氟硅酸钾容量法测定二氧化硅

在日常分析工作中,可选用氟硅酸钾容量法测定试样中的二氧化硅含量。

A1 方法提要

试样经碱熔融生成可溶性硅酸盐,在硝酸介质中与过量的钾离子、氟离子作用,定量生成氟硅酸钾沉淀,沉淀在热水中水解生成氢氟酸,用氢氧化钠标准溶液滴定。根据消耗氢氧化钠标准溶液的量计算出试样中的二氧化硅的含量。

A2 试剂

- a) 氢氧化钾;
- b) 硝酸;
- c) 盐酸 1+1;
- d) 氯化钾;
- e) 5%氯化钾溶液;
- f) 5%氯化钾-乙醇溶液:称取 5g 氯化钾溶于 50mL 水中,加 50mL 95%乙醇,摇匀;
- g) 15%氯化钾溶液;
- h) 1%酚酞指示剂:将 1g 酚酞溶解于 100mL 乙醇中,滴加 0.15mol/L 氢氧化钠至微红色。
- i) 0.15mol/L 氢氧化钠标准溶液;

氢氧化钠标准溶液的标定:准确称取 0.6g 苯二甲酸氢钾(KHC<sub>8</sub>H<sub>4</sub>O<sub>4</sub>)基准试剂于 300mL 烧杯中,加入约 150mL 经煮沸、冷却、中和过的水,搅拌使其溶解。加 15 滴酚酞指示剂,用氢氧化钠标准溶液滴定至微红色。

氢氧化钠标准溶液对二氧化硅的滴定度按式(A1)计算:

$$T_{\text{SiO}_2} = \frac{m \times 60.08 \times 1000}{V \times 816.80} \dots\dots\dots (A1)$$

式中:  $T_{\text{SiO}_2}$ ——氢氧化钠标准溶液对二氧化硅的滴定度,mg/mL;

$m$ ——称取苯二甲酸氢钾的质量,g;

$V$ ——滴定时消耗氢氧化钠标准溶液的体积,mL;

60.08——二氧化硅的分子量;

816.80——苯二甲酸氢钾的分子量。

A3 分析步骤

称取约 0.1g 试样于镍坩埚中,加约 2g 氢氧化钾,置于低温电炉上熔融,经常摇动坩埚,在 600~650℃继续熔融 15~20min,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 塑料杯中,盖上表面皿。一次加入 15mL 硝酸,再用少量盐酸(1+1)及水洗净坩埚,控制体积在 60mL 左右,冷却至室温。在搅拌下加入固体氯化钾至饱和(过饱和量控制在 0.5~1.0g),加 10mL 15%氯化钾,用塑料棒搅拌,放置 7min,用塑料漏斗或涂蜡的玻璃漏斗以快速定性滤纸过滤,用 5%氯化钾溶液洗涤塑料杯 2~3 次,再洗涤滤纸一次。将滤纸及沉淀放回到原塑料杯中,沿杯壁加入约 10mL 5%氯化钾-乙醇溶液及 1mL 酚酞指示剂,用 0.15mol/L 氢氧化钠标准溶液中和未洗净的残余酸,仔细搅拌滤纸,并擦洗杯壁,直到试液呈微红色不消失。加入 200~250mL 中和过的沸水,立即以 0.15mol/L 氢



氧化钠标准溶液滴定至微红色。

**A4 分析结果的计算**

二氧化硅的百分含量  $x(\%)$  按式(A2)计算:

$$x = \frac{T_{\text{SiO}_2} \times V}{m \times 1000} \times 100 \dots\dots\dots (A2)$$

式中:  $T_{\text{SiO}_2}$ ——氢氧化钠标准溶液对二氧化硅的滴定度, mg/mL;

$V$ ——滴定时消耗氢氧化钠标准溶液的体积, mL;

$m$ ——试样质量, g.

---

JC/T 873-2000

中华人民共和国建材  
行业标准  
长石化学分析方法

Methods of chemical analysis of feldspar  
JC/T 873-2000

\*

国家建筑材料工业局标准化研究所出版发行

地址:北京朝阳区管庄

邮政编码:100024

传真电话:(010)65755125

机械科学研究院标准出版中心印刷

版权专有 不得翻印

\*

开本 880×1230 1/16 印张 1½ 字数 30,000  
2001 年 4 月第一版 2001 年 4 月第一次印刷  
印数 1-300 定价 12.00 元

\*

编号 1169