

ICS 73.080
D 51
备案号:18191—2006

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 3575—2006
代替 HG/T 3575—1986

蛇纹石矿石分析方法

Analytical methods for serpentine ores

2006-07-26 发布

2007-03-01 实施

中华人民共和国国家发展和改革委员会 发布

前 言

本标准是由推荐性化工行业标准 HG/T 3575—1986《蛇纹石矿石分析方法》修订而成。

本标准与 HG/T 3575—1986 相比主要变化如下：二氧化硅的测定——高氯酸脱水称量法，前版采用试样先酸溶再碱熔，新版修订为一次碱熔。氧化铁的测定——重铬酸钾容量法，还原三价铁时，前版先后使用二氯化锡和三氯化钛两种还原剂，新版修改为用三氯化钛一次还原。

本标准自实施之日起，代替 HG/T 3575—1986。

本标准由中国石油和化学工业协会提出。

本标准由化学工业化学矿标准化技术委员会归口。

本标准起草单位：中蓝连海设计研究院、江苏龙腾化工有限公司。

本标准主要起草人：王和平、张晓梅、马强、桑同楼、胡雪凡。

本标准于 1986 年首次发布为中华人民共和国专业标准 ZBD51004—86《蛇纹石矿石分析方法》；1997 年转化为推荐性化工行业标准，重新编号为 HG/T 3575—1986；本次为第一次修订。

蛇纹石矿石分析方法

1 范围

本标准规定了蛇纹石矿石中二氧化硅、氧化镁、氧化钙、氧化铁、氧化铝、氧化镍、灼烧失量和吸附水含量的测定方法。

本标准适用于蛇纹石矿石产品中二氧化硅、氧化镁、氧化钙、氧化铁、氧化铝、氧化镍、灼烧失量和吸附水含量的测定。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件，其随后所有的修改单（不包括勘误的内容）或修订版均不适用于本标准，然而，鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件，其最新版本适用于本标准。

GB/T 601 化学试剂 滴定分析（容量分析）用标准溶液的制备

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法（neq ISO 3692 : 1987）

3 试样

3.1 测定二氧化硅、氧化镁、氧化钙、氧化铁、氧化铝、氧化镍和灼烧失量的试样通过 106 μm 试验筛（GB/T 6003），混匀后置于玻璃瓶或纸质样品袋中，于 105 $^{\circ}\text{C}$ ~ 110 $^{\circ}\text{C}$ 干燥至恒重，置于干燥器中冷却至室温。

3.2 测定吸附水的试样直径小于 1 cm，置于塑料样品袋中密封保存。

4 一般规定

本标准中所用水应符合 GB/T 6682 中三级水的规格；所用试剂，除特殊规定外，均指分析纯试剂。试剂和溶液的配制，未注明的，均按 GB/T 601 执行。

5 分析方法

5.1 二氧化硅含量的测定 高氯酸脱水称量法

5.1.1 方法提要

试样用氢氧化钠熔融，水浸取酸化，高氯酸蒸发冒烟，使硅酸脱水。过滤，灼烧，称量。加氢氟酸除硅，由氢氟酸处理前后的质量差，计算二氧化硅含量。

5.1.2 试剂和溶液

5.1.2.1 氢氧化钠。

5.1.2.2 盐酸。

5.1.2.3 盐酸溶液：1+1。

5.1.2.4 盐酸溶液：5+95。

5.1.2.5 高氯酸。

5.1.2.6 硫酸溶液：1+1。

5.1.2.7 氢氟酸。

5.1.2.8 硝酸银溶液：5 g/L。称取 0.5 g 硝酸银溶于 100 mL 水中，加入 2 滴~3 滴硝酸溶液（1+1）。

5.1.3 分析步骤

5.1.3.1 称取 0.4 g~0.5 g 试样,精确到 0.000 2 g,置于盛有 3 g 氢氧化钠的镍坩埚中,上面再覆盖 3 g 氢氧化钠,做两份平行测定。同时做空白试验。

5.1.3.2 盖上坩埚盖并留一缝隙,置于高温炉中,从低温缓慢升高温度至 700 °C,保持 30min。取出坩埚并转动,稍冷,置于 250 mL 烧杯中。加入 50 mL~70 mL 沸水,立即盖上表面皿。待熔融物脱落后,用热水和少量盐酸溶液(5.1.2.4)洗净坩埚和盖。在不断搅拌下,立即加入 30 mL 盐酸(5.1.2.2)酸化。

5.1.3.3 将烧杯置于电热板上,盖上表面皿(留一缝隙),加热,蒸发溶液至约 50 mL,加入 25 mL 高氯酸,继续蒸发冒浓厚高氯酸白烟,蒸至湿盐状。

5.1.3.4 取下烧杯,冷却,加入 10 mL 盐酸溶液(5.1.2.3),用热水冲洗表面皿及杯壁至溶液体积约 50 mL,加热溶解可溶性盐类。放置片刻,用慢速定量滤纸过滤,先用热盐酸溶液(5.1.2.4)洗涤烧杯和沉淀 4 次~5 次,再用热水洗涤至无氯离子,用硝酸银溶液检验。

5.1.3.5 将沉淀连同滤纸放入铂坩埚中,小心烘干,灰化完全后,置于高温炉中 950 °C~1 000 °C 灼烧 30min。取出置于干燥器中,冷却至室温,称量。重复灼烧至恒重。

5.1.3.6 往坩埚中加数滴水润湿沉淀,加 3 滴~5 滴硫酸溶液、5 mL~10 mL 氢氟酸,缓缓加热蒸发至近干。取下冷却,补加 3 mL~5 mL 氢氟酸,继续加热冒尽三氧化硫白烟。将坩埚置于高温炉中 950 °C~1 000 °C 灼烧 20min。取出置于干燥器中,冷却至室温,称量。重复灼烧至恒重。

5.1.4 结果计算

二氧化硅(SiO₂)的含量以质量分数 W_1 计,数值以%表示,按式(1)计算:

$$W_1 = \frac{(m_1 - m_2) - (m_3 - m_4)}{m} \times 100 \dots\dots\dots (1)$$

式中:

- m_1 ——氢氟酸处理前沉淀与铂坩埚质量的数值,单位为克(g);
- m_2 ——氢氟酸处理后沉淀与铂坩埚质量的数值,单位为克(g);
- m_3 ——空白试验氢氟酸处理前残渣与铂坩埚质量的数值,单位为克(g);
- m_4 ——空白试验氢氟酸处理后残渣与铂坩埚质量的数值,单位为克(g);
- m ——试料质量的数值,单位为克(g)。

计算结果表示到小数点后两位,取平行测定结果的算术平均值为最终测定结果。

5.1.5 允许差

平行测定结果的绝对差值不大于 0.55 %。

5.2 二氧化硅含量的测定 氟硅酸钾容量法

5.2.1 方法提要

试样用氢氧化钠熔融,水浸取酸化,在硝酸溶液中加氯化钾与氟化钾,使硅酸以氟硅酸钾形式沉淀,经过滤洗涤,除去游离酸,用沸水水解生成氢氟酸,用溴百里香酚蓝-酚红作指示剂,用氢氧化钠标准滴定溶液滴定,即可求出二氧化硅含量。

5.2.2 试剂和溶液

5.2.2.1 氢氧化钠。

5.2.2.2 盐酸。

5.2.2.3 盐酸溶液:1+9。

5.2.2.4 硝酸。

5.2.2.5 氯化钾。

5.2.2.6 氯化钾溶液:250 g/L。

5.2.2.7 氟化钾溶液:200 g/L。称取 40 g 氟化钾(KF·H₂O)置于塑料杯中,加入 150 mL 水和

50 mL 硝酸,加固体氯化钾饱和,放置 30min,用快速滤纸过滤,滤液贮于聚乙烯瓶中。

5.2.2.8 氯化钾-乙醇洗液 1:称取 50 g 氯化钾溶于 800 mL 水和 200 mL 乙醇,加数滴 1 g/L 的甲基红指示液,用氢氧化钠标准滴定溶液调节至黄色。

5.2.2.9 氯化钾-乙醇洗液 2:称取 50 g 氯化钾溶于 500 mL 水和 500 mL 乙醇。

5.2.2.10 中性沸水:沸水中加入数滴混合指示液,用氢氧化钠标准滴定溶液调节至紫色。

5.2.2.11 氢氧化钠标准滴定溶液: $c(\text{NaOH})=0.1 \text{ mol/L}$ 。配制与标定按 GB/T 601 执行。

5.2.2.12 混合指示液:称取 0.09 g 溴百里香酚蓝和 0.11 g 酚红,溶于 20 mL 乙醇和 20 mL 水,用氢氧化钠标准滴定溶液调节至鲜明紫色,用水稀释至 100 mL。

5.2.3 分析步骤

5.2.3.1 称取 0.5 g~1 g 试样,精确到 0.000 2 g,置于盛有 3 g~4 g 氢氧化钠的银坩埚中,上面再覆盖 3 g~4 g 氢氧化钠,做两份平行测定。同时做空白试验。

5.2.3.2 盖上坩埚盖并留一缝隙,置于高温炉中,从低温缓慢升高温度至 700 °C,保持 30min。取出坩埚并转动,稍冷,置于 250 mL 烧杯中。加入 70 mL~80 mL 沸水,立即盖上表面皿。待熔融物脱落后,用热水和少量盐酸溶液(5.2.2.3)洗净坩埚和盖。在不断搅拌下,立即加入 25 mL 盐酸(5.2.2.2)酸化至溶液清亮(为防止硅酸凝聚,应一次性迅速加入盐酸)。冷却后,移入 250 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。保存该试料溶液 A,用作二氧化硅、氧化镁、氧化钙、氧化铁、氧化铝的测定。

5.2.3.3 吸取 15.0 mL 试料溶液 A 于 250 mL 聚乙烯杯中,加入 10 mL 硝酸,15 mL 氯化钾溶液(或加 3 g~4 g 固体氯化钾,仔细搅拌至饱和并有少量氯化钾未溶)。将烧杯置于冷水浴中,用聚乙烯棒在搅拌下加入 10 mL 氯化钾溶液,继续搅拌 1min,放置 20min 以上。

注:此时体积应控制在 60 mL 以内,温度应控制在 25 °C 以下。

5.2.3.4 用聚乙烯漏斗以垫有滤纸浆(或脱脂棉)的快速滤纸过滤,用氯化钾-乙醇洗液 1 洗涤烧杯和沉淀各 3 次。

5.2.3.5 将沉淀连同滤纸一并转移到原聚乙烯杯中,沿杯壁加入 10 mL 氯化钾-乙醇洗液 2,加 10 滴混合指示液,用氢氧化钠标准滴定溶液边中和边搅拌,反复擦洗杯壁至稳定鲜明的紫色(不计读数)。加入 150 mL 中性沸水,搅匀,立即用氢氧化钠标准滴定溶液滴定至稳定鲜明的紫色为终点。

5.2.4 结果计算

二氧化硅(SiO_2)的含量以质量分数 W_2 计,数值以 % 表示,按式(2)计算:

$$W_2 = \frac{c(V-V_0)M \times 10^{-3}}{m} \times 100$$

$$= \frac{c(V-V_0) \times 1.502}{m} \dots\dots\dots (2)$$

式中:

c ——氢氧化钠标准滴定溶液浓度的准确数值,单位为摩尔每升(mol/L);

V ——试料溶液所消耗氢氧化钠标准滴定溶液体积的数值,单位为毫升(mL);

V_0 ——空白溶液所消耗氢氧化钠标准滴定溶液体积的数值,单位为毫升(mL);

m ——试料质量的数值,单位为克(g);

M ——二氧化硅($1/4\text{SiO}_2$)摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)($M=15.02$)。

计算结果表示到小数点后两位,取平行测定结果的算术平均值为最终测定结果。

5.2.5 允许差

平行测定结果的绝对差值不大于 0.60 %。

5.3 氧化镁和氧化钙含量的测定 EDTA 容量法

5.3.1 方法提要

试样用氢氧化钠熔融,水浸取酸化,以六次甲基四胺和二乙基二硫代氨基甲酸钠分离铁、铝、锰等元

素。在氨性缓冲溶液中,用 EDTA 滴定钙镁含量。在强碱性介质中,用 EDTA 滴定钙。

5.3.2 试剂和溶液

5.3.2.1 氢氧化钠。

5.3.2.2 盐酸。

5.3.2.3 盐酸溶液:1+1。

5.3.2.4 盐酸溶液:1+9。

5.3.2.5 氨水溶液:1+1。

5.3.2.6 六次甲基四胺。

5.3.2.7 二乙基二硫代氨基甲酸钠(铜试剂)。

5.3.2.8 三乙醇胺溶液:1+4。

5.3.2.9 氢氧化钾溶液:200 g/L。

5.3.2.10 糊精溶液:40 g/L。称取 4 g 糊精,用水调成糊状,加入 100 mL 沸水。

5.3.2.11 氨性缓冲溶液:称取 67.5 g 氯化铵溶于水,加入 285 mL 氨水,用水稀释至 1 000 mL,摇匀。

5.3.2.12 乙二胺四乙酸二钠(EDTA)标准滴定溶液: $c(\text{EDTA})=0.02 \text{ mol/L}$ 。配制与标定按 GB/T 601 执行。

5.3.2.13 酸性铬蓝 K 指示液:5 g/L。

5.3.2.14 萘酚绿 B 指示液:5 g/L。

5.3.3 分析步骤

5.3.3.1 称取 0.2 g 试样,精确到 0.000 2 g,置于盛有 2 g 氢氧化钠的银坩埚中,上面再覆盖 2 g 氢氧化钠,做两份平行测定。同时做空白试验。

5.3.3.2 盖上坩埚盖并留一缝隙,置于高温炉中,从低温缓慢升高温度至 700 ℃,保持 30min。取出坩埚并转动,稍冷,置于 250 mL 烧杯中。加入 50 mL~60 mL 沸水,立即盖上表面皿。待熔融物脱落后,用热水和少量盐酸溶液(5.3.2.4)洗净坩埚和盖。在不断搅拌下,立即加入 10 mL~15 mL 盐酸(5.3.2.2)酸化至溶液清亮。

注:也可以吸取由 5.2.3.2 制备的试料溶液 A(相当于 0.2 g 试样),置于 250 mL 烧杯中,稀释至 80 mL~100 mL,按以下步骤进行。

5.3.3.3 加热至近沸,滴加氨水溶液至沉淀刚出现,立即滴加盐酸溶液(5.3.2.3)至沉淀溶解,加入 2 g 六次甲基四胺,搅拌均匀,加入 0.1 g~0.2 g 铜试剂,搅拌均匀,放置冷却。移入 250 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀,放置澄清。用中速滤纸干过滤,弃去最初部分滤液。

5.3.3.4 氧化镁和氧化钙含量的测定:移取 50.0 mL 滤液置于 250 mL 烧杯或锥形瓶中,加入约 80 mL 水、5 mL 三乙醇胺溶液,搅匀,加入 10 mL 氨性缓冲溶液、二滴酸性铬蓝 K 指示液、六滴萘酚绿 B 指示液,用 EDTA 标准滴定溶液滴定至溶液呈亮绿色为终点。

5.3.3.5 氧化钙含量的测定:移取 50.0 mL 滤液置于 250 mL 烧杯或锥形瓶中,加入约 50 mL 水、20 mL 糊精溶液、5 mL 三乙醇胺溶液,搅匀,加入 15 mL 氢氧化钾溶液,使溶液 pH>12.5,加入二滴酸性铬蓝 K 指示液、五滴萘酚绿 B 指示液,用 EDTA 标准滴定溶液滴定至溶液呈亮蓝色为终点。

注 1:若室温低于 15 ℃,滴定时溶液需温热至 30 ℃左右,以利于配位反应进行。

注 2:酸性铬蓝 K 和萘酚绿 B 由于质量不同,可适当调节其比例使滴定终点明显。

5.3.4 结果计算

5.3.4.1 氧化镁(MgO)的含量以质量分数 W_3 计,数值以%表示,按式(3)计算:

$$W_3 = \frac{c[(V_1 - V_{01}) - (V_2 - V_{02})]M \times 10^{-3}}{m} \times 100$$

$$= \frac{c[(V_1 - V_{01}) - (V_2 - V_{02})] \times 4.030}{m} \dots\dots\dots (3)$$

式中:

c ——EDTA 标准滴定溶液浓度的准确数值,单位为摩尔每升(mol/L);

V_1 ——试料溶液中钙镁含量所消耗 EDTA 标准滴定溶液体积的数值,单位为毫升(mL);

V_{01} ——空白溶液中钙镁含量所消耗 EDTA 标准滴定溶液体积的数值,单位为毫升(mL);

V_2 ——试料溶液中氧化钙所消耗 EDTA 标准滴定溶液体积的数值,单位为毫升(mL);

V_{02} ——空白溶液中氧化钙所消耗 EDTA 标准滴定溶液体积的数值,单位为毫升(mL);

m ——试料质量的数值,单位为克(g);

M ——氧化镁(MgO)摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)($M=40.30$)。

计算结果表示到小数点后两位,取平行测定结果的算术平均值为最终测定结果。

5.3.4.2 氧化钙(CaO)的含量以质量分数 W_4 计,数值以%表示,按式(4)计算:

$$W_4 = \frac{c(V_2 - V_{02})M \times 10^{-3}}{m} \times 100$$

$$= \frac{c(V_2 - V_{02}) \times 5.608}{m} \dots \dots \dots (4)$$

式中:

c ——EDTA 标准滴定溶液浓度的准确数值,单位为摩尔每升(mol/L);

V_2 ——试料溶液中氧化钙所消耗 EDTA 标准滴定溶液体积的数值,单位为毫升(mL);

V_{02} ——空白溶液中氧化钙所消耗 EDTA 标准滴定溶液体积的数值,单位为毫升(mL);

m ——试料质量的数值,单位为克(g);

M ——氧化钙(CaO)摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)($M=56.08$)。

计算结果表示到小数点后两位,取平行测定结果的算术平均值为最终测定结果。

5.3.5 允许差

氧化镁平行测定结果的绝对差值不大于 0.40%。氧化钙含量小于 1%时,平行测定结果的绝对差值不大于 0.15%;氧化钙含量大于 1%时,平行测定结果的绝对差值不大于 0.20%。

5.4 氧化铁含量的测定 重铬酸钾容量法

5.4.1 方法提要

在酸性介质中,滴加三氯化钛溶液将三价铁离子还原为二价,过量的三氯化钛进一步将钨酸钠指示液还原为“钨蓝”,使溶液呈蓝色。在有铜盐的催化下,借助水中的溶解氧,氧化过量三氯化钛,待溶液的蓝色消失后,以二苯胺磺酸钠为指示剂,用重铬酸钾标准滴定溶液滴定,即可求出氧化铁的含量。

5.4.2 试剂和溶液

5.4.2.1 盐酸溶液:1+1。

5.4.2.2 硫酸溶液:1+1。

5.4.2.3 磷酸溶液:15+85。

5.4.2.4 硫酸铜溶液:5 g/L。

5.4.2.5 三氯化钛溶液:量取 25 mL 15% 的三氯化钛溶液,加入 50 mL 盐酸溶液,混匀,贮于棕色试剂瓶中,颜色褪去即失效。

5.4.2.6 硫酸亚铁铵溶液:4 g/L。称取 4 g 硫酸亚铁铵[$\text{FeSO}_4(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$]于烧杯中,用少量水溶解,加入 1 mL 硫酸溶液,移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

5.4.2.7 重铬酸钾标准滴定溶液: $c(1/6\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7)=0.01$ mol/L。称取 0.490 3 g 已于 150 °C 烘干 1 h 并冷至室温的重铬酸钾基准试剂于 150 mL 烧杯中,用少量水溶解,移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

5.4.2.8 钨酸钠指示液:25 g/L。称取 2.5 g 钨酸钠,溶于 100 mL 水中,加入 5 mL 磷酸,混匀,贮于棕色试剂瓶中。

5.4.2.9 二苯胺磺酸钠指示液:5 g/L。称取 0.25 g 二苯胺磺酸钠,溶于 50 mL 水中,加入 1 滴~2 滴硫酸溶液,混匀,贮于棕色试剂瓶中。

5.4.3 分析步骤

5.4.3.1 吸取由 5.2.3.2 制备的试料溶液 A(相当于 0.1 g 试样),置于 250 mL 烧杯或锥形瓶中。做两份平行测定。

5.4.3.2 加入 10 mL 盐酸溶液、10 mL 硫酸溶液,1 mL 钨酸钠指示液,在不断搅拌下,逐滴加入三氯化钛溶液,直至溶液刚好出现蓝色为止,用水冲洗烧杯内壁,并稀释至 150 mL。加入二滴硫酸铜溶液,充分搅拌约 1min,待溶液的蓝色完全褪去后,立即加入 10 mL 磷酸溶液、1 滴~2 滴二苯胺磺酸钠指示液,在不断搅拌下,立即用重铬酸钾标准滴定溶液滴定至溶液由绿色转紫色为终点。

5.4.3.3 空白试验:随同试样操作,吸取空白溶液置于 250 mL 烧杯或锥形瓶中,准确加入 5.0 mL 硫酸亚铁铵溶液,按 5.4.3.2 操作,用重铬酸钾标准滴定溶液滴定至紫色为终点,所耗重铬酸钾标准滴定溶液毫升数为 B。再准确加入 5.0 mL 硫酸亚铁铵溶液,用重铬酸钾标准滴定溶液滴定至紫色为终点,所耗毫升数为 C。空白溶液所耗重铬酸钾标准滴定溶液毫升数为 $V_0 = B - C$ 。

5.4.4 结果计算

氧化铁($1/2\text{Fe}_2\text{O}_3$)的含量以质量分数 W_5 计,数值以%表示,按式(5)计算:

$$W_5 = \frac{c(V-V_0)M \times 10^{-3}}{m} \times 100$$

$$= \frac{c(V-V_0) \times 7.985}{m} \dots\dots\dots (5)$$

式中:

c ——重铬酸钾标准滴定溶液浓度的准确数值,单位为摩尔每升(mol/L);

V ——试料溶液所消耗重铬酸钾标准滴定溶液体积的数值,单位为毫升(mL);

V_0 ——空白溶液所消耗重铬酸钾标准滴定溶液体积的数值,单位为毫升(mL);

m ——试料质量的数值,单位为克(g);

M ——氧化铁($1/2\text{Fe}_2\text{O}_3$)摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)($M=79.85$)。

计算结果表示到小数点后两位,取平行测定结果的算术平均值为最终测定结果。

5.4.5 允许差

平行测定结果的绝对差值不大于 0.25 %。

5.5 氧化铝含量的测定 EDTA 容量法

5.5.1 方法提要

试样碱熔酸化后,用六次甲基四胺使铁、铝成氢氧化物沉淀与大量镁分离,以盐酸溶解沉淀中的铁、铝等,除去部分硅,加入过量的 EDTA 配位铝及其他元素,在 pH6,以二甲酚橙为指示剂,用锌标准滴定溶液滴定过量的 EDTA,加入氟化钠置换出与铝配位的 EDTA,用锌标准滴定溶液滴定。

5.5.2 试剂和溶液

5.5.2.1 氯化铵。

5.5.2.2 氟化钠。

5.5.2.3 盐酸溶液:1+1。

5.5.2.4 盐酸溶液:2+98。

5.5.2.5 氨水溶液:1+1。

5.5.2.6 六次甲基四胺溶液:200 g/L。

5.5.2.7 氯化铵洗液:2 g 氯化铵溶于 100 mL 水中,加 2 滴~3 滴氨水。

5.5.2.8 亚铁氰化钾溶液:50 g/L。

5.5.2.9 乙酸-乙酸钠缓冲溶液(pH6):称取 260 g 乙酸钠($\text{NaCH}_3\text{COO} \cdot 3\text{H}_2\text{O}$),溶于 500 mL 水中,

加 10 mL 冰乙酸,用水稀释至 1 000 mL,摇匀。

5.5.2.10 乙二胺四乙酸二钠(EDTA)溶液: $c(\text{EDTA}) \approx 0.02 \text{ mol/L}$ 。配制按 GB/T 601 执行。

5.5.2.11 乙酸锌标准滴定溶液: $c[\text{Zn}(\text{CH}_3\text{COO})_2] = 0.01 \text{ mol/L}$ 。

配制:称取 2.2 g 乙酸锌 $[\text{Zn}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}]$ 溶于水中,加入 2 mL 冰乙酸,用水稀释至 1 000 mL,摇匀。

标定:准确称取 0.269 8 g 铝片(需除去氧化膜)于 150 mL 烧杯中,加入 15 mL 盐酸、5 mL 硝酸,低温加热溶解,冷却后移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。此铝标准溶液浓度为 $c_{\text{Al}} = 0.010 0 \text{ mol/L}$ 。吸取该铝标准溶液 20.0 mL 于 250 mL 烧杯中,用水稀释至 100 mL,加入 15 mL EDTA 溶液,以下按分析步骤 5.5.3.3~5.5.3.4 进行。

乙酸锌标准滴定溶液浓度的准确数值 c 按式(6)计算:

$$c[\text{Zn}(\text{CH}_3\text{COO})_2] = \frac{c_1 V_1}{V - V_0} \dots \dots \dots (6)$$

式中:

c_1 ——铝标准溶液浓度的准确数值,单位为摩尔每升(mol/L);

V_1 ——铝标准溶液体积的数值,单位为毫升(mL);

V ——乙酸锌标准滴定溶液体积的数值,单位为毫升(mL);

V_0 ——空白溶液乙酸锌标准滴定溶液体积的数值,单位为毫升(mL)。

5.5.2.12 刚果红试纸。

5.5.2.13 二甲酚橙指示液: 5 g/L。称取 0.25 g 二甲酚橙,溶于 25 mL 水中,加入 25 mL 乙醇,溶解完全后,贮于棕色试剂瓶中。

5.5.3 分析步骤

5.5.3.1 吸取由 5.2.3.2 制备的试料溶液 A(相当于 0.2 g 试样),做两份平行测定。置于 250 mL 烧杯中,用水稀释至 50 mL~60 mL。将溶液加热至沸,加入 1 g 氯化铵,用氨水溶液中和至沉淀刚出现,立即滴加盐酸溶液(5.5.2.3)至沉淀溶解,在搅拌下缓慢加入 20 mL 六次甲基四胺溶液,加热至沸取下。待沉淀凝聚,趁热用快速滤纸过滤,用热氯化铵洗涤液洗涤烧杯和沉淀各两次。

5.5.3.2 用约 10 mL 热盐酸溶液(5.5.2.3)分次溶解沉淀,滤液以原烧杯承接,用热盐酸溶液(5.5.2.4)洗涤至无铁(用亚铁氰化钾溶液检验),控制溶液体积在 100 mL~150 mL。

5.5.3.3 加入 10 mL~15 mL EDTA 溶液(其量应使溶液中铁、铝等离子完全配位并过量 3 mL~5 mL),加一小块刚果红试纸,滴加氨水溶液中和至试纸变红。加入 10 mL 乙酸-乙酸钠缓冲溶液(pH6),加热煮沸 2min,取下冷却至室温。加入 4 滴~5 滴二甲酚橙指示液,用乙酸锌标准滴定溶液滴定至溶液变为微红色(不计读数)。

5.5.3.4 加入 0.5 g 氯化钠,搅匀,煮沸 2min,取下冷却至室温。补加 1 滴~2 滴二甲酚橙指示液,用乙酸锌标准滴定溶液滴定至溶液变为微红色为终点。

5.5.4 结果计算

氧化铝($1/2 \text{ Al}_2\text{O}_3$)的含量以质量分数 W_6 计,数值以%表示,按式(7)计算:

$$W_6 = \frac{c(V - V_0)M \times 10^{-3}}{m} \times 100 \\ = \frac{c(V - V_0) \times 5.098}{m} \dots \dots \dots (7)$$

式中:

c ——乙酸锌标准滴定溶液浓度的准确数值,单位为摩尔每升(mol/L);

V ——试料溶液所消耗乙酸锌标准滴定溶液体积的数值,单位为毫升(mL);

V_0 ——空白溶液所消耗乙酸锌标准滴定溶液体积的数值,单位为毫升(mL);

m ——试料质量的数值,单位为克(g);

M ——氧化铝($1/2\text{Al}_2\text{O}_3$)摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)($M=50.98$)。

计算结果表示到小数点后两位,取平行测定结果的算术平均值为最终测定结果。

5.5.5 允许差

氧化铝含量小于1%时,平行测定结果的绝对差值不大于0.10%;氧化铝含量大于1%时,平行测定结果的绝对差值不大于0.15%。

5.6 氧化镍含量的测定 丁二酮肟光度法

5.6.1 方法提要

试样用王水、硫酸分解,以酒石酸钾钠为掩蔽剂,在有氧化剂存在的氨性溶液中,镍与丁二酮肟生成酒红色配合物,在波长530 nm处测量其吸光度。

5.6.2 试剂和溶液

5.6.2.1 盐酸。

5.6.2.2 硝酸。

5.6.2.3 硫酸溶液:1+1。

5.6.2.4 氨水溶液:1+1。

5.6.2.5 氟化钠。

5.6.2.6 酒石酸钾钠溶液:200 g/L。

5.6.2.7 过硫酸铵溶液:50 g/L(用时配制)。

5.6.2.8 丁二酮肟溶液:10 g/L。称取1 g丁二酮肟溶于100 mL氢氧化钠溶液(50 g/L)。

5.6.2.9 氧化镍标准溶液:10 $\mu\text{g/mL}$ 。

称取1.000 g氧化镍(高纯试剂)于150 mL烧杯中,加入25 mL盐酸,盖上表面皿,低温加热至溶解完全,冷却后移入1000 mL容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。此为贮备溶液1,1 mL含氧化镍1000 μg 。

吸取50.0 mL贮备溶液1于500 mL容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。此为贮备溶液2,1 mL含氧化镍100 μg 。

吸取50.0 mL贮备溶液2于500 mL容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。此溶液1 mL含氧化镍10 μg 。

5.6.3 分析步骤

5.6.3.1 称取0.2 g试样,精确至0.000 2 g,置于200 mL聚四氟乙烯烧杯中,做两份平行测定。加入10 mL盐酸、3 mL硝酸和0.5 g氟化钠,于电热板上加热溶解并蒸发至近干,加入5 mL硫酸溶液,加热冒白烟3 min~5 min,取下冷却。加入30 mL水煮沸使可溶性盐类全部溶解,冷却后移入100 mL容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。干过滤,弃去最初部分滤液。吸取10 mL该滤液2份,分别置于50 mL容量瓶中,分别按5.6.3.2和5.6.3.3进行。

5.6.3.2 显色液:加入10 mL酒石酸钾钠溶液,用氨水溶液中和至试液的黄色开始消失,再过量2 mL,加入10 mL过硫酸铵溶液,立即加入5 mL丁二酮肟溶液,用水稀释至刻度,摇匀。

5.6.3.3 参比液:加入10 mL酒石酸钾钠溶液,用氨水溶液中和至试液的黄色开始消失,再过量2 mL,加入10 mL过硫酸铵溶液,用水稀释至刻度,摇匀。

5.6.3.4 放置15 min~20 min后,用1 cm吸收池,以参比液为参比,在波长530 nm处测量显色液的吸光度,从工作曲线上查出相应的氧化镍质量。

5.6.4 工作曲线的绘制

量取0.0 mL、2.0 mL、4.0 mL、6.0 mL、8.0 mL、10.0 mL氧化镍标准溶液(10 $\mu\text{g/mL}$),分别置于一组50 mL容量瓶中,补加水至10 mL,以下按分析步骤5.6.3.2和5.6.3.4进行,以试剂空白为参比,测量吸光度。以氧化镍质量为横坐标,相应的吸光度为纵坐标,绘制工作曲线。

5.6.5 结果计算

氧化镍(NiO)的含量以质量分数 W_7 计,数值以%表示,按式(8)计算:

$$W_7 = \frac{m_1 \times 10^{-6}}{m} \times 100 \dots\dots\dots (8)$$

式中:

m_1 ——从工作曲线上查得的氧化镍质量,单位为微克(μg);

m ——吸取试料溶液相当于试料的质量的数值,单位为克(g)。

计算结果表示到小数点后两位,取平行测定结果的算术平均值为最终测定结果。

5.6.6 允许差

平行测定结果的绝对差值不大于 0.03 %。

5.7 灼烧失量的测定 称量法

5.7.1 方法提要

试样于 950 °C 灼烧,根据失去的质量计算灼烧失量。

5.7.2 分析步骤

称取 1 g 试样,精确到 0.000 2 g,置于预先灼烧至恒重的瓷坩埚中,做两份平行测定。盖上坩埚盖并留一缝隙,置于高温炉中,从低温逐渐升高温度至 950 °C,灼烧 30min。取出坩埚,盖好坩埚盖,稍冷,置于干燥器中冷却 30min,称量。重复灼烧 20min 直至恒重。

5.7.3 结果计算

灼烧失量以质量分数 W_8 计,数值以%表示,按式(9)计算:

$$W_8 = \frac{m_1 - m_2}{m} \times 100 \dots\dots\dots (9)$$

式中:

m_1 ——灼烧前试料和坩埚质量的数值,单位为克(g);

m_2 ——灼烧后试料和坩埚质量的数值,单位为克(g);

m ——试料质量的数值,单位为克(g)。

计算结果表示到小数点后两位,取平行测定结果的算术平均值为最终测定结果。

5.7.4 允许差

平行测定结果的绝对差值不大于 0.30 %。

5.8 吸附水含量的测定 称量法

5.8.1 方法提要

试料于 105 °C ~ 110 °C 干燥,根据失去的质量计算吸附水含量。

5.8.2 分析步骤

称取直径小于 1 cm 的试样 1 000 g,精确到 1 g,均匀平铺于已知质量的瓷盘中,置于烘箱内在 105 °C ~ 110 °C 干燥 2 h(每隔一段时间,用玻璃棒轻轻搅拌一次),取出瓷盘,冷却至室温,称量。重复干燥,两次称量之差不大于 1 g。

5.8.3 结果计算

吸附水(H_2O)含量以质量分数 W_9 计,数值以%表示,按式(10)计算:

$$W_9 = \frac{m_1 - m_2}{m} \times 100 \dots\dots\dots (10)$$

式中:

m_1 ——干燥前试料和瓷盘质量的数值,单位为克(g);

m_2 ——干燥后试料和瓷盘质量的数值,单位为克(g);

m ——试料质量的数值,单位为克(g)。