

$$\omega_{CaO} = \frac{C_{EDTA} \times V_5 \times 56.08 \times V_{T_3} / V_{P_3}}{m_{11} \times 1000} \times 100 \dots\dots\dots (10)$$

式中:

- ω_{CaO} ——氧化钙的质量分数, %;
- C_{EDTA} ——EDTA 标准溶液的浓度, 单位为摩尔每升 (mol/L);
- V_5 ——滴定时消耗 EDTA 标准溶液的体积, 单位为毫升 (mL);
- 56.08 ——氧化钙的摩尔质量, 单位为克每摩尔 (g/mol);
- V_{T_3} ——试样溶液的总体积, 单位为毫升 (mL);
- V_{P_3} ——移取试样溶液的体积, 单位为毫升 (mL);
- m_{11} ——试样质量, 单位为克 (g)。

12 氧化镁的测定

12.1 试剂

12.1.1 三乙醇胺, 1+1。

12.1.2 氨水, 1+1。

12.1.3 氨水-氯化铵缓冲溶液 (pH=10): 称取 67.5 g 氯化铵溶于水, 加 570 mL 氨水, 用水稀释至 1 L。

12.1.4 EDTA 标准溶液, 0.01 mol/L: 同 8.1.1.9。

12.1.5 酸性铬蓝 K-萘酚绿 B (1:3) 混合指示剂: 将混合指示剂与硝酸钾按 1:50 的比例在玛瑙研钵中研细, 混匀, 贮存于带磨口塞的棕色瓶中。

12.2 分析步骤

从 8.1.2 a) 或 b) 制取的溶液中, 吸取适量试样溶液置于 300 mL 烧杯中, 加 3 mL 三乙醇胺 (12.1.1), 用水稀释至约 150 mL, 滴加氨水 (12.1.2) 调节溶液 pH 值约为 10, 再加 10 mL pH 值为 10 的氨水-氯化铵缓冲溶液 (12.1.3) 及适量酸性铬蓝 K-萘酚绿 B 混合指示剂 (12.1.5)。用 EDTA 标准溶液 (12.1.4) 滴定至试液由紫红色变为蓝绿色, 记录消耗 EDTA 标准溶液的体积 V_6 。

12.3 分析结果的计算

氧化镁的质量分数 (ω_{MgO}) 按式 (11) 计算:

$$\omega_{MgO} = \frac{C_{EDTA} \times (V_6 - V_5) \times 40.30 \times V_{T_4} / V_{P_4}}{m_{11} \times 1000} \times 100 \dots\dots\dots (11)$$

式中:

- ω_{MgO} ——氧化镁的质量分数, %;
- C_{EDTA} ——EDTA 标准溶液的浓度, 单位为摩尔每升 (mol/L);
- V_6 ——滴定钙、镁含量时消耗 EDTA 标准溶液的体积, 单位为毫升 (mL);
- V_5 ——滴定氧化钙时消耗 EDTA 标准溶液的体积, 单位为毫升 (mL);

40.30——氧化镁的摩尔质量，单位为克每摩尔（g/mol）；

V_{T4} ——试样溶液的总体积，单位为毫升（mL）；

V_{P4} ——移取试样溶液的体积，单位为毫升（mL）；

m_{11} ——试样质量，单位为克（g）。

13 火焰光度法测定氧化钾和氧化钠

13.1 试剂

13.1.1 氢氟酸。

13.1.2 硫酸，1+1。

13.1.3 盐酸，1+11。

13.1.4 氧化钾标准溶液，1 mg/mL：准确称取预先在 130 °C~150 °C 烘干 2 h 的氯化钾（基准）1.5830 g 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。

13.1.5 氧化钠标准溶液，1 mg/mL：准确称取预先在 130 °C~150 °C 烘干 2 h 的氯化钠（基准）1.8859 g 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。

13.1.6 混合标准溶液，0.1 mg/mL：移取氧化钾标准溶液（13.1.4）、氧化钠标准溶液（13.1.5）各 10.00 mL 于 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

13.1.7 混合标准系列的配制：准确移取 1.00 mL，2.00 mL，3.00 mL，4.00 mL，5.00 mL，6.00 mL，7.00 mL，8.00 mL，9.00 mL，10.00 mL 混合标准溶液（13.1.6）于一组 100 mL 容量瓶，各加 10 mL 盐酸（13.1.3），用水稀释至刻度，摇匀。贮存于塑料瓶中。此混合标准系列含氧化钾和氧化钠均为 1 μg/mL~10 μg/mL。

注：上述混合标准系列中，氧化钾、氧化钠的浓度比为 1:1，在实际工作中，应注意使其尽可能接近试样溶液中氧化钾、氧化钠的浓度比。

13.2 仪器

火焰光度计。

13.3 分析步骤

依样品中氧化钾和氧化钠的含量准确称取试样 0.1 g~0.5 g（ m_{15} ，通常含量大于 0.5% 者称取 0.1 g~0.2 g，含量小于 0.5% 者称取 0.2 g~0.5 g），精确至 0.0001 g。将试样置于铂皿中，用少量水润湿，加 10~15 滴硫酸（13.1.2）和 10 mL 氢氟酸（13.1.1），置于低温电炉上蒸发至冒三氧化硫白烟，放冷后，加 3 mL~5 mL 氢氟酸（13.1.1），继续蒸发至三氧化硫白烟冒尽。取下放冷，加 25 mL 盐酸（13.1.3），加热溶解，放冷，移入 250 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

将火焰光度计按仪器使用规程调整到工作状态，按标准曲线法或内插法，分别使用钾滤光片（波长 767 nm）测定氧化钾，钠滤光片（波长 589 nm）测定氧化钠。

选用标准曲线法时，按测得的检流计读数与标准溶液浓度的关系，绘制标准曲线。根据试样溶液的检流计读数，从标准曲线上查得试样溶液中氧化钾或氧化钠的浓度。

选用内插法时，按如下操作步骤进行：

喷雾试样溶液，读取检流计读数（ D_1 ）。从氧化钾、氧化钠混合标准系列中，选取比试样溶液浓度

略小的标准溶液进行喷雾，读取检流计读数（ D_2 ）。再选取比试样溶液浓度略大的标准溶液进行喷雾，读取检流计读数（ D_3 ）。

13.4 分析结果的计算

13.4.1 标准曲线法测得的氧化钾或氧化钠的质量分数（ ω_{x_1} ）按式（12）计算：

$$\omega_{x_1} = \frac{C_1 \times 250}{m_{15} \times 10^6} \times 100 \quad \dots\dots\dots (12)$$

式中：

ω_{x_1} ——氧化钾或氧化钠的质量分数，%；

C_1 ——在标准曲线上查得试样溶液中氧化钾或氧化钠的浓度，单位为微克每毫升（ $\mu\text{g/mL}$ ）；

m_{15} ——试样质量，单位为克（g）。

13.4.2 内插法测得的氧化钾或氧化钠的质量分数（ ω_{x_1} ）按式（13）计算：

$$\omega_{x_1} = \frac{[C_2 + (C_3 - C_2) \times (D_1 - D_2) / (D_3 - D_2)] \times 250 \times 10^{-6}}{m_{15}} \times 100 \quad \dots\dots\dots (13)$$

式中：

ω_{x_1} ——氧化钾或氧化钠的质量分数，%；

C_2 ——比试样溶液浓度略小的标准溶液浓度，单位为微克每毫升（ $\mu\text{g/mL}$ ）；

C_3 ——比试样溶液浓度略大的标准溶液浓度，单位为微克每毫升（ $\mu\text{g/mL}$ ）；

D_1 ——试样溶液的检流计读数，单位为毫安（mA）；

D_2 ——比试样溶液浓度略小的标准溶液的检流计读数，单位为毫安（mA）；

D_3 ——比试样溶液浓度略大的标准溶液的检流计读数，单位为毫安（mA）；

m_{15} ——试样质量，单位为克（g）。

14 原子吸收分光光度法测定三氧化二铁、氧化钙、氧化镁、氧化钾和氧化钠

14.1 试剂

14.1.1 氢氟酸。

14.1.2 高氯酸。

14.1.3 盐酸，1+1。

14.1.4 氯化锶溶液，含锶 50 mg/mL：称取 152 g 优级纯六水氯化锶（ $\text{SrCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ ）溶于水，移入 1 L 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。贮存于塑料瓶中备用。

14.1.5 三氧化二铁标准溶液，1 mg/mL：准确称取 1.000 g 预先经 400 °C 灼烧 0.5 h 的三氧化二铁于烧杯中，加 20 mL 盐酸（14.1.3）加热溶解，冷却后移入 1 L 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

14.1.6 氧化钙标准溶液, 1 mg/mL: 同 8.1.1.11。

14.1.7 氧化镁标准溶液, 1 mg/mL: 将金属镁先放在稀盐酸中洗涤除去表面的氧化层, 然后用水清洗数次, 最后用乙醇(或乙醚)洗净, 擦干, 于干燥器内干燥。准确称取此处理过的金属镁 0.6032 g 于 300 mL 烧杯中, 加 10 mL 盐酸(14.1.3)溶解, 移入 1 L 容量瓶中, 用水稀释至刻度, 摇匀。

14.1.8 氧化钾标准溶液, 1 mg/mL: 同 13.1.4。

14.1.9 氧化钠标准溶液, 1 mg/mL: 同 13.1.5。

14.1.10 混合标准溶液, 0.1 mg/mL: 移取上述 5 种标准溶液各 10.00 mL 于 100 mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度, 摇匀。

14.1.11 混合标准系列的配制: 准确移取 0.50 mL, 1.00 mL, 2.00 mL, 3.00 mL, 4.00 mL, 5.00 mL, 6.00 mL, 7.00 mL, 8.00 mL, 9.00 mL, 10.00 mL 混合标准溶液(14.1.10)于一组 100 mL 容量瓶中, 各加 10 mL 氯化锶溶液(14.1.4)和 1 mL 盐酸(14.1.3), 用水稀释至刻度, 摇匀。分别贮存于容积为 100 mL 的塑料瓶中, 备用。此混合标准系列含各元素氧化物 0.5 μg/mL~10 μg/mL。

14.2 仪器

14.2.1 原子吸收分光光度计: 符合 GB/T 15337 的规定, 具空气-乙炔火焰原子化器。

14.2.2 光源: 铁、钙、镁、钾和钠元素空心阴极灯。

14.3 标准曲线的绘制

按仪器操作规程, 将火焰原子吸收分光光度计调整至最佳工作状态。使用各元素的空心阴极灯, 以空气-乙炔火焰, 参考表 2 中各元素测定波长, 分别测定各元素标准系列的吸光度。按测得的吸光度与溶液的浓度关系绘制各元素的标准曲线。

表 2 各元素测定波长

元素	Fe	Ca	Mg	K	Na
测定波长 (nm)	248.3	422.7	285.2	766.5	589.0

14.4 分析步骤

称取试样的质量通常可按试样中氧化铝的含量来决定, 一般含氧化铝 1%以上者称取 0.1 g~0.2 g (m_{16}); 含 1%以下者称取 0.2 g~0.5 g (m_{16}), 精确至 0.0001 g。将试样置于铂皿中, 用少量水润湿, 加 1 mL 高氯酸(14.1.2)和 10 mL 氢氟酸(14.1.1), 置低温电炉上蒸发至冒高氯酸白烟, 取下放冷。加 3 mL~5 mL 氢氟酸(14.1.1), 继续蒸发至高氯酸白烟冒尽, 取下放冷。加 4 mL 盐酸(14.1.3)和约 20 mL 水, 加热溶解, 放冷。移入 100 mL 容量瓶中, 加 10 mL 氯化锶溶液(14.1.4), 用水稀释至刻度, 摇匀。按照与标准曲线的绘制(14.3)相同的仪器条件测定试样溶液的吸光度, 从标准曲线上查得各氧化物的浓度。

14.5 分析结果的计算

三氧化二铁、氧化钙、氧化镁、氧化钾和氧化钠的质量分数 (ω_{X_2}) 按式(14)计算:

$$\omega_{X_2} = \frac{C_4 \times V_7 \times 10^{-6}}{m_{16}} \times 100 \dots\dots\dots (14)$$

式中：

- ω_{X_2} ——三氧化二铁、氧化钙、氧化镁、氧化钾或氧化钠的质量分数，%；
- C_4 ——在标准曲线上查得试样溶液中各氧化物的浓度，单位为微克每毫升（ $\mu\text{g/mL}$ ）；
- V_7 ——试样溶液的体积，单位为毫升（ mL ）；
- m_{16} ——试样质量，单位为克（ g ）。

15 三氧化二铬的测定

15.1 二苯碳酰二肼分光光度法

15.1.1 试剂

15.1.1.1 氢氟酸。

15.1.1.2 硫酸，1+1。

15.1.1.3 硫酸，1+8。

15.1.1.4 高锰酸钾溶液，3 g/L。

15.1.1.5 叠氮化钠溶液，10 g/L。

15.1.1.6 多磷酸盐溶液：称取(6.04±0.02)g 磷酸氢二钠(或 15.22 g 十二水磷酸氢二钠)及(5.87±0.02)g 一水磷酸二氢钠(或 6.64 g 二水磷酸二氢钠)于 100 mL 铂皿中(如皿不够大，可少制备些)，混匀。于低温电炉上熔化，赶走水分，然后移到喷灯上加热，逐渐升温熔融，待熔体呈樱桃红色，将皿从火焰上移开，旋转熔体使液层变薄，至熔体红色刚消失，立即将铂皿放入冷水中冷却，所得熔块应是透明或微带乳白色。冷却后将熔块溶于 100 mL 冷水中储存。

15.1.1.7 二苯碳酰二肼溶液，2.5 g/L：将 0.25 g 二苯碳酰二肼溶于 100 mL 丙酮，贮于棕色瓶中，置于阴凉处(存放不宜超过一周)。

15.1.1.8 三氧化二铬标准贮备液，0.1 mg/mL：准确称取于 150 °C~170 °C 烘干 1 h 的重铬酸钾(基准) 0.1936 g 于烧杯中。用水溶解，移入 1 L 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

15.1.1.9 三氧化二铬标准中间液，10 $\mu\text{g/mL}$ ：准确吸取 10.00 mL 三氧化二铬标准贮备液(15.1.1.8)于 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

15.1.1.10 三氧化二铬标准使用液，1 $\mu\text{g/mL}$ ：准确吸取 10.00 mL 三氧化二铬标准中间液(15.1.1.9)于 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

15.1.2 仪器

分光光度计：符合 GB/T 9721 的规定，具 3 cm 比色皿。

15.1.3 三氧化二铬比色标准曲线的绘制

准确吸取 0.00 mL，1.00 mL，2.00 mL，3.00 mL，5.00 mL，7.00 mL，9.00 mL 三氧化二铬标准使

用液（15.1.1.10）于一组 100 mL 容量瓶中，用水稀释至约 40 mL。加 5 mL 硫酸（15.1.1.3），1 mL 多磷酸盐溶液（15.1.1.6），摇匀。加 2 mL 二苯碳酰二肼溶液（15.1.1.7），用水稀释至刻度，摇匀。在 10 min~30 min 内，于分光光度计上，以试剂空白溶液做参比，选用 3 cm 比色皿，在波长 540 nm 处测定溶液的吸光度。按测得的吸光度与比色溶液的浓度关系绘制标准曲线。

15.1.4 分析步骤

称取约 1 g (m_{18}) 试样，精确至 0.0001 g。将试样置于铂皿中，用少量水润湿，加 1 mL 硫酸（15.1.1.2），10 mL 氢氟酸（15.1.1.1）。于低温电炉上蒸发至近干，再加 3 mL~5 mL 氢氟酸（15.1.1.1），继续蒸发至干，逐渐升高温度，驱尽三氧化硫白烟。冷却，加 5 mL 硫酸（15.1.1.3）及适量水，加热溶解。若有沉淀，则用慢速滤纸过滤，并用热水充分洗涤。将试液移入 100 mL 容量瓶中，加 5 滴高锰酸钾溶液（15.1.1.4），在沸水浴上煮 5 min，如必要，再补加高锰酸钾溶液（15.1.1.4）至红色不消失。将容量瓶从水浴上取下，立即在剧烈摇动下逐滴加入叠氮化钠溶液（15.1.1.5），至高锰酸钾红色消失（过量 2~3 滴）。继续在水浴上加热 2 min~3 min，除去过量的叠氮化钠。立即在冷水浴中冷却至室温。加 1 mL 多磷酸盐溶液（15.1.1.6），摇匀，加 2 mL 二苯碳酰二肼溶液（15.1.1.7），用水稀释至刻度，摇匀。在 10 min~30 min 内，于分光光度计上，以试剂空白作参比，选用 3 cm 比色皿，在波长 540 nm 处测量溶液的吸光度，从标准曲线上查得三氧化二铬的含量。

15.1.5 分析结果的计算

三氧化二铬的质量分数 ($\omega_{Cr_2O_3}$) 按式 (15) 计算：

$$\omega_{Cr_2O_3} = \frac{m_{17} \times 10^{-6}}{m_{18}} \times 100 \dots\dots\dots (15)$$

式中：

$\omega_{Cr_2O_3}$ ——三氧化二铬的质量分数，%；

m_{17} ——在标准曲线上查得的试样溶液中三氧化二铬的含量，单位为微克 (μg)；

m_{18} ——试样的质量，单位为克 (g)。

15.2 石墨炉原子吸收分光光度法

15.2.1 试剂

15.2.1.1 氢氟酸。

15.2.1.2 硫酸：1+1。

15.2.1.3 硝酸：1+1。

15.2.1.4 硝酸：1+49。

15.2.1.5 三氧化二铬标准贮备液，0.1 mg/mL：准确称取于 150 °C~170 °C 烘干 1h 的重铬酸钾 0.1936 g 于烧杯中。用水溶解，移入 1 L 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

15.2.1.6 三氧化二铬标准中间液，10 $\mu\text{g}/\text{mL}$ ：准确吸取 10.00 mL 三氧化二铬标准贮备液（15.2.1.5）于 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

15.2.1.7 三氧化二铬标准使用溶液, 0.2 μg/mL: 准确吸取 2.00 mL 三氧化二铬标准中间液 (15.2.1.6) 于 100 mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度, 摇匀。

15.2.2 仪器

15.2.2.1 原子吸收分光光度计: 符合 GB/T 15337 的规定, 具石墨炉原子化器。

15.2.2.2 光源: 铬空心阴极灯。

15.2.3 三氧化二铬标准曲线的绘制

准确吸取 0.00 mL, 1.00 mL, 2.00 mL, 3.00 mL, 4.00 mL, 5.00 mL, 7.00 mL, 10.00 mL 三氧化二铬标准溶液 (15.2.1.7) 于一组 100 mL 容量瓶中, 用硝酸 (15.2.1.4) 稀释至刻度, 摇匀。按照仪器操作规程, 将石墨炉原子吸收分光光度计调整至最佳工作状态, 选用铬空心阴极灯, 波长为 357.9 nm。测定溶液的吸光度。按测得的吸光度与溶液的浓度关系绘制标准曲线。配备自动稀释装置的原子吸收分光光度计, 也可只配制一瓶母液, 然后采用自动稀释的方法测定溶液的吸光度, 并绘制标准曲线。

15.2.4 分析步骤

称取约 0.2 g~1.0 g (m_{19}) 试样, 精确至 0.0001 g。将试样置于铂皿中, 用少量水润湿, 加 1 mL 硫酸 (15.2.1.2), 10 mL 氢氟酸 (15.2.1.1), 于低温电炉上蒸发至近干, 再加 3 mL~5 mL 氢氟酸 (15.2.1.1), 继续蒸发至干, 逐渐升高温度, 驱尽三氧化硫白烟。冷却, 加 4 mL 硝酸 (15.2.1.3) 及适量水, 加热溶解。若有沉淀, 冷却后, 则用慢速定性滤纸过滤, 并用热水充分洗涤。将试液移入 100 mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度, 摇匀。按照与标准曲线的绘制 (15.2.3) 相同的仪器条件测定试样溶液的吸光度, 从标准曲线上查得三氧化二铬的浓度。若试样溶液中三氧化二铬的浓度超过测定范围, 用硝酸 (15.2.1.4) 稀释后测定, 计算时乘以稀释倍数。

15.2.5 分析结果的计算

三氧化二铬的质量分数 ($\omega_{Cr_2O_3}$) 按式 (16) 计算:

$$\omega_{Cr_2O_3} = \frac{C_5 \times V_8 \times 10^{-6}}{m_{19}} \times 100 \dots\dots\dots (16)$$

式中:

- $\omega_{Cr_2O_3}$ ——三氧化二铬的质量分数, %;
- C_5 ——在标准曲线上查得试样溶液中三氧化二铬的浓度, 单位为微克每毫升 (μg/mL);
- V_8 ——试样溶液的体积, 单位为毫升 (mL);
- m_{19} ——试样的质量, 单位为克 (g)。

16 精密度要求

在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不得超过表 3 规定的各含量范围内的重复性限; 在再现性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不得超过表 3 规定的各含量范围内的再现性限。

表3 测定结果的重复性限和再现性限

测定项目		含量范围 %	重复性限 %	再现性限 %
烧失量		—	0.06	0.06
SiO ₂	盐酸一次脱水重量法	—	0.20	0.25
	凝聚重量法	—	0.20	0.25
Al ₂ O ₃		≤2	0.06	0.08
		>2	0.10	0.12
Fe ₂ O ₃		≥0.1	0.010	0.020
		0.05~0.1	0.005	0.008
		≤0.05	0.002	0.004
TiO ₂		—	0.01	0.01
CaO		>0.2	0.04	0.05
		≤0.2	0.02	0.03
MgO		>0.1	0.04	0.05
		≤0.1	0.02	0.03
K ₂ O		≤0.5	0.03	0.05
		0.5~1	0.05	0.10
		≥1	0.10	0.15
Na ₂ O		≤0.5	0.03	0.05
		0.5~1	0.05	0.10
		≥1	0.10	0.15
Cr ₂ O ₃		≥0.0010	0.0002	0.0003
		0.00001~0.0010	0.000005	0.000008
		≤0.00001	0.000008	0.000008

17 试验报告

试验报告应至少包括以下内容：

- 委托单位；
- 试样名称；
- 分析结果；
- 使用标准（JC/T 753-XXXX）；
- 与分析步骤的差异（如有必要）；
- 在试验中观察到的异常现象（如有必要）；
- 试验日期。

附录 A

(规范性)

氟硅酸钾容量法和挥发法测定二氧化硅

A.1 氟硅酸钾容量法

A.1.1 试剂

A.1.1.1 氢氧化钾。

A.1.1.2 氯化钾。

A.1.1.3 邻苯二甲酸氢钾。

A.1.1.4 硝酸。

A.1.1.5 盐酸, 1+1。

A.1.1.6 氯化钾溶液, 50 g/L。

A.1.1.7 氯化钾-乙醇溶液, 50 g/L: 称取5 g氯化钾溶于50 mL水中, 加50 mL 95%乙醇, 摇匀。

A.1.1.8 氟化钾溶液, 150 g/L: 称取15 g氟化钾(KF·2H₂O)于塑料烧杯中, 加80 mL水及20 mL硝酸使其溶解, 加氯化钾(A.1.1.2)至饱和。放置过夜, 过滤到塑料瓶中。

A.1.1.9 氢氧化钠标准溶液, 0.15 mol/L: 称取30 g氢氧化钠(优级纯), 溶于5 L经煮沸过的冷水中, 贮存于装有钠石灰干燥管的塑料桶中, 充分摇匀。

氢氧化钠溶液的标定: 精确称取约 0.7 g 邻苯二甲酸氢钾(A.1.1.3)于 300 mL 烧杯中, 加入约 150 mL 经煮沸, 冷却, 中和过的水, 搅拌使其溶解。加 15 滴酚酞指示剂(A.1.1.10), 用氢氧化钠标准溶液(A.1.1.9)滴定至微红色, 记录消耗氢氧化钠标准溶液的体积 V_9 。

氢氧化钠标准溶液的浓度按式(A.1)计算:

$$C_{NaOH} = \frac{m_{20} \times 1000}{V_9 \times 204.2} \quad \dots\dots\dots (A.1)$$

式中:

C_{NaOH} ——氢氧化钠标准溶液的浓度, 单位为摩尔每升 (mol/L);

m_{20} ——称取邻苯二甲酸氢钾的质量, 单位为克 (g);

V_9 ——滴定时消耗氢氧化钠标准溶液的体积, 单位为毫升 (mL);

204.2 ——邻苯二甲酸氢钾的摩尔质量, 单位为克每摩尔 (g/mol)。

A.1.1.10 酚酞指示剂乙醇溶液, 10 g/L。

A.1.2 分析步骤

称取约 0.08 g (m_{21}) 试样, 精确至 0.0001 g。将试样置于镍坩锅中, 加 2 g 左右氢氧化钾(A.1.1.1), 置低温电炉上熔融, 经常摇动坩锅, 在 600 °C~650 °C继续熔融 15 min~20 min, 旋转坩锅, 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 300 mL 塑料杯中。盖上表面皿，一次加入 15 mL 硝酸（A.1.1.4），再用少量盐酸（A.1.1.5）及水洗净坩埚，控制体积在 60 mL 左右。冷却至室温，在搅拌下加入固体氯化钾（A.1.1.2）至过饱和（过饱和量控制在 0.5 g~1.0 g），加 10 mL 氟化钾溶液（A.1.1.8），用塑料棒搅拌，放置 7 min。用塑料漏斗或涂蜡的玻璃漏斗及快速定性滤纸过滤，用氯化钾溶液（A.1.1.6）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 10 mL 氯化钾-乙醇溶液（A.1.1.7）及 1 mL 酚酞指示剂乙醇溶液（A.1.1.10）。用氢氧化钠标准溶液（A.1.1.9）中和未洗净的残余酸，仔细搅拌滤纸，并擦洗杯壁，直至试液呈微红色不消失。加入 200 mL~250 mL 中和过的沸水，立即以氢氧化钠标准溶液（A.1.1.9）滴定至微红色，记录消耗氢氧化钠标准溶液的体积 V_{10} 。

A. 1. 3 分析结果的计算

二氧化硅的质量分数（ ω_{SiO_2} ）按式（A.2）计算：

$$\omega_{SiO_2} = \frac{C_{NaOH} \times V_{10} \times 15.02}{m_{21} \times 1000} \times 100 \quad \dots\dots\dots (A.2)$$

式中：

ω_{SiO_2} ——二氧化硅的质量分数，%；

C_{NaOH} ——氢氧化钠标准溶液的浓度，单位为摩尔每升（mol/L）；

V_{10} ——滴定时消耗氢氧化钠标准溶液的体积，单位为毫升（mL）；

15.02 ——（1/4 SiO_2 ）的摩尔质量，单位为克每摩尔（g/mol）；

m_{21} ——试样质量，单位为克（g）。

A. 2 挥发法

A. 2. 1 试剂

A. 2. 1. 1 氢氟酸。

A. 2. 1. 2 硫酸，1+1。

A. 2. 2 分析步骤

将测定烧失量后的试样加数滴水润湿，加 10 滴硫酸（A.2.1.2），10 mL 氢氟酸（A.2.1.1），于低温电炉上蒸发至近干。取下坩埚，冷却后用水冲洗坩埚内壁，加 3 mL~5 mL 氢氟酸（A.2.1.1），再蒸发至干，逐渐升高温度除尽三氧化硫。冷却后用干净的湿滤纸擦净坩埚外壁。置高温炉内，于 1000 °C~1050 °C 灼烧 15 min，在干燥器中冷却至室温，称量。反复灼烧，直至恒量。

A. 2. 3 分析结果的计算

二氧化硅的质量分数（ ω_{SiO_2} ）按式（A.3）计算：

$$\omega_{SiO_2} = \frac{m_{22} - m_{23}}{m_1} \times 100 \quad \dots\dots\dots (A.3)$$

式中：

ω_{SiO_2} ——二氧化硅的质量分数，%；

m_{22} ——测定烧失量后试样与坩埚的质量，单位为克（g）；

m_{23} ——氢氟酸处理后残渣与坩埚的质量，单位为克（g）；
 m_1 ——试样质量，单位为克（g）。

工业和信息化部标准报批公示

工业和信息化部标准报批公示

工业和信息化部标准报批公示

工业和信息化部标准报批公示

工业和信息化部标准报批公示

工业和信息化部标准报批公示