

中华人民共和国建材行业标准

JC/T 2782—2023

焦宝石化学分析方法

Methods for chemical analysis of burnt gem

2023-12-20 发布

2024-07-01 实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布



前 言

本文件按照 GB/T 1.1—2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由中国建筑材料联合会提出。

本文件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。

本文件起草单位：安徽金岩高岭土新材料股份有限公司、咸阳非金属矿研究设计院有限公司、西宁特殊钢股份有限公司、中国国检测试控股集团咸阳有限公司、中国地质调查局牡丹江自然资源综合调查中心、黑龙江省第一地质勘查院、苏州中材非金属矿工业设计研究院有限公司。

本文件主要起草人：王永均、侯彩红、贾秀美、王斐、靳立国、王沛、段亚萍、张红星、侯立兵、陈玉婷、张明、姚长发、张红林、黄超、吴朝英、潘卫、潘吉珍。

焦宝石化学分析方法

1 范围

本文件规定了焦宝石产品化学分析方法和基本要求。
本文件适用于焦宝石及煅烧焦宝石的化学成分分析。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；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 2007.1 散装矿产品取样、制样通则 手工取样方法
GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法
GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1

焦宝石 **burnt gem**

一种硬质耐火黏土。成分稳定，质地均匀、结构致密，断面呈贝壳状，白色，主要矿物为高岭土。

3.2

煅烧焦宝石 **calcined burnt gem**

焦宝石原矿经高温煅烧后形成的矿物。经高温煅烧后具有体积稳定、强度大及吸水率小等特性。

4 基本要求

4.1 测试要求

4.1.1 每一项测定的试验次数规定为两次，以两次试验结果的算术平均值为最终测定结果。

4.1.2 用“克(g)”表示质量，精确至0.0001 g。滴定管体积用“毫升(mL)”表示，精确至0.01 mL。滴定度单位用“毫克每毫升(mg/mL)”表示。

4.1.3 标准滴定溶液的浓度、滴定度和体积比经修约后保留有效数字四位。

4.1.4 除了另有规定外，使用相同量的试剂，不加入试样，按照相同的测定步骤进行试验，对得到的测定结果进行校正。

4.2 试剂要求

4.2.1 除非另有说明，所用试剂应不低于分析纯，用于标定的试剂应为基准试剂。标准溶液应定期标定，所用水应不低于GB/T 6682中规定的三级水的要求，仪器分析所用水为二级水或同等纯度的去离子水。

- 4.2.2 本文件所列市售浓液体试剂的密度为 20 °C 时的密度(ρ)，单位为克每立方厘米(g/cm³)。
- 4.2.3 在化学分析中所用酸或氨水，凡未注浓度者均为市售的浓酸或浓氨水。
- 4.2.4 试剂稀释程度以体积比表示，例如：盐酸(1+2)表示 1 份体积的浓盐酸与 2 份体积的水相混合。
- 4.2.5 标准溶液可采用市售的一定浓度标准溶液或进行稀释使用。

5 样品采取与制备

5.1 样品采取

按照 GB 2007.1 的规定执行。

5.2 样品制备

将采取的试样粉碎、研磨至 75 μm 筛全部通过，试样质量不得少于 1 kg，用四分法或缩分器将试样缩分至 50 g，以磁铁吸除试样加工时带入的铁屑，充分混匀，于 105 °C 下将试样在烘箱中烘干 2 h，放入干燥器中冷却至室温，备用。

6 二氧化硅的测定

6.1 原理

试样经混合熔剂熔融，依次用稀盐酸、高氯酸浸取，将得到的硅酸脱水、过滤、灰化、灼烧、称重，然后用氢氟酸处理，使试样中的硅以四氟化硅形式除去，再灼烧称重。处理前后质量差为试样中二氧化硅含量。

6.2 试剂

- 6.2.1 混合熔剂：2 份无水碳酸钠与 1 份硼酸研磨、混匀。
- 6.2.2 盐酸溶液(1+1)。
- 6.2.3 浓盐酸($\rho=1.19\text{ g/mL}$)。
- 6.2.4 盐酸溶液(5+95)。
- 6.2.5 高氯酸($\rho=1.67\text{ g/mL}$)。
- 6.2.6 氢氟酸($\rho=1.15\text{ g/mL}$)。
- 6.2.7 硫酸溶液(1+1)。
- 6.2.8 硫氰酸铵溶液(50 g/L)：将 5 g 硫氰酸铵溶于 100 mL 水中。
- 6.2.9 硝酸银溶液(15 g/L)：将 1.5 g 硝酸银(AgNO_3)溶于水中，加入 1 mL 硝酸，加水稀释至 100 mL，贮存于棕色瓶中。
- 6.2.10 无水乙醇。

6.3 仪器设备

- 6.3.1 高温炉：控温范围为室温~1 200 °C，控温精度为 $\pm 20\text{ °C}$ 。
- 6.3.2 分析天平：精度不低于 0.1 mg。
- 6.3.3 电炉。

6.4 分析步骤

- 6.4.1 称取试样约 0.2 g(精确至 0.0001 g), 记为 m 。将试样置于预先装有 4.0 g 混合熔剂的铂坩埚中, 充分搅拌均匀, 盖上铂盖, 将坩埚置于高温炉中, 于 950 ℃ 保持 30 min, 使试样充分熔融。
- 6.4.2 取出坩埚, 冷却。用 40 mL 盐酸溶液(1+1)浸取熔融物, 并用少量水冲洗铂坩埚内灼烧残留物及铂盖, 将灼烧残留物、盐酸溶液及水转移至 300 mL 烧杯中。
- 6.4.3 低温加热蒸发至体积约 20 mL, 加入 50 mL 高氯酸, 加热至高氯酸冒浓厚白烟(10 min~15 min), 冷却。加 10 mL 浓盐酸、100 mL 热水, 搅拌, 使盐类溶解。
- 6.4.4 用中速定量滤纸加适量纸浆过滤, 用热盐酸溶液(5+95)洗净烧杯及玻璃棒, 洗涤沉淀至无铁离子, 用硫氰酸铵溶液检验。再用热水洗涤滤纸及沉淀至无氯离子, 用硝酸银溶液检验, 保留原烧杯、滤液及洗液。
- 6.4.5 将滤液及洗液加热蒸发至 50 mL, 加入 20 mL 高氯酸, 按步骤 6.4.3~6.4.4 进行。
- 6.4.6 将 6.4.4 和 6.4.5 两次所得的沉淀连同滤纸置于铂坩埚中, 干燥、灰化后, 在 600 ℃ 高温炉中灼烧 20 min, 取出, 冷却, 加入 1 mL 盐酸溶液(1+1)、1 mL 无水乙醇于电炉上蒸干, 并重复一次, 然后置于 1000 ℃ 高温炉内灼烧 30 min, 取下稍冷后, 置于干燥器内, 冷却至室温, 称量。重复操作至恒量, 并记下质量 m_1 。
- 6.4.7 加水润湿残渣, 加入 4 滴~5 滴硫酸溶液(1+1)、5 mL 氢氟酸, 将铂坩埚置于电炉上蒸发至冒尽硫酸烟。于 1000 ℃ 高温炉内灼烧 20 min, 取下稍冷后, 置于干燥器内, 冷却至室温, 称量, 重复操作至恒量, 并记下质量 m_2 。

6.5 结果计算

二氧化硅含量按公式(1)计算:

$$\omega(\text{SiO}_2) = \frac{m_1 - m_2}{m} \times 100\% \dots\dots\dots (1)$$

式中:
 $\omega(\text{SiO}_2)$ ——二氧化硅的含量;
 m_1 ——氢氟酸处理前沉淀及坩埚的质量, 单位为克(g);
 m_2 ——氢氟酸处理后沉淀及坩埚的质量, 单位为克(g);
 m ——试样的质量, 单位为克(g)。
分析结果按 GB/T 8170 修约, 并保留至小数点后两位数。

6.6 允许差

两次平行测定结果的绝对差值应符合表 1 的规定, 否则, 应重新测定。

表1 允许差

二氧化硅含量	绝对差值
≤5.00%	≤0.08%
>5.00%~10.00%	≤0.12%
>10.00%~20.00%	≤0.25%
>20.00%~30.00%	≤0.40%
>30.00%~50.00%	≤0.50%
>50.00%	≤0.50%

7 三氧化二铁的测定

7.1 比色法(A 法)

7.1.1 原理

试样用碳酸钾(钠)与硼砂混合熔剂熔融,用硝酸—硫酸混合酸浸出,吸取一定量试样溶液,加磺基水杨酸,用氨水调整 pH 值为 8~11,三价铁离子与磺基水杨酸反应生成黄色的磺基水杨酸铁盐,于波长 420 nm 处测其吸光度,计算三氧化二铁含量。

7.1.2 试剂

7.1.2.1 混合熔剂:将 1 份无水碳酸钾(或无水碳酸钠)与 1 份无水硼砂混合研细,贮于磨口瓶中。

7.1.2.2 硝酸—硫酸混合溶液(硝酸:硫酸:水=100:12:188)。

7.1.2.3 磺基水杨酸溶液(100 g/L):准确称取 10.000 0 g 磺基水杨酸,溶于适量水中,用水稀释至 100 mL。

7.1.2.4 氨水溶液(1+1)。

7.1.2.5 盐酸溶液(1+1)。

7.1.2.6 三氧化二铁标准贮存溶液(1.00 mg/mL):称取 1.000 g 预先在 600 °C 灼烧 30 min 的三氧化二铁基准试剂于烧杯中,用少量水湿润,加 40 mL 盐酸溶液(1+1)低温加热溶解至溶液澄清,冷至室温,移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

7.1.2.7 三氧化二铁标准溶液(0.10 mg/mL):吸取 50.00 mL 三氧化二铁标准贮存溶液(7.1.2.6)于 500 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。

7.1.3 仪器设备

7.1.3.1 分光光度计:波长范围 320 nm~1 000 nm。

7.1.3.2 高温炉:控温范围为室温~1 200 °C,控温精度为±20 °C。

7.1.3.3 分析天平:精度不低于 0.1 mg。

7.1.4 分析步骤

7.1.4.1 称取约 0.5 g(精确至 0.000 1 g)试样置于预先装有 5 g 混合熔剂的铂坩埚中(随同试样做空白试验),混匀,再覆盖 1 g 混合熔剂,加盖,置于已升温至(1 050±50)°C 的高温炉中熔化 5 min~10 min 至熔融,取出坩埚,稍冷。

7.1.4.2 将坩埚置于加有 30 mL 热硝酸—硫酸混合溶液和约 100 mL 水的 400 mL 烧杯中,加热煮沸至熔物全部溶解,取下,用水洗出坩埚及盖,将溶液移入 250 mL 容量瓶中,冷至室温,用水稀释至刻度,摇匀。

7.1.4.3 用移液管吸取 5 mL~10 mL 试样溶液(见 7.1.4.2)(或吸取 7.2.4 制备的试样溶液)于 50 mL 容量瓶中,加 20 mL 磺基水杨酸溶液,用氨水溶液(1+1)中和至黄色后,再过量 1 mL,用水稀释至刻度,摇匀。

7.1.4.4 用 0.5 cm 比色皿于分光光度计波长 420 nm 处,以随同试样的空白为参比,测量其吸光度。

7.1.4.5 标准曲线的绘制:分取 0.00 mL、1.00 mL、2.00 mL、4.00 mL、6.00 mL、8.00 mL、10.00 mL、12.00 mL、14.00 mL 三氧化二铁标准溶液(见 7.1.2.7)分别置于一组 50 mL 容量瓶中,以下按 7.1.4.3 条操作方法进行,用 0.5 cm 比色皿,于分光光度计波长 420 nm 处,以空白为参比,测量其吸光度,绘制标准曲线。

7.1.5 结果计算

三氧化二铁含量按公式(2)计算:

$$\omega(\text{Fe}_2\text{O}_3)=\frac{c_1\times n_1}{m_3\times 1000}\times 100\% \dots\dots\dots (2)$$

式中:
ω(Fe₂O₃)——三氧化二铁的含量;
c₁——从标准曲线上查得三氧化二铁的含量, 单位为毫克(mg);
n₁——试样溶液的总体积与所分取试样溶液的体积之比;
m₃——试样的质量, 单位为克(g)。
分析结果按 GB/T 8170 修约, 并保留至小数点后两位数。

7.1.6 允许差

两次平行测定结果的绝对差值应符合表 2 的规定, 否则, 应重新测定。

表2 允许差

三氧化二铁含量	绝对差值
≤2.00%	≤0.15%
>2.00%~6.00%	≤0.25%
>6.00%	≤0.30%

7.2 EDTA 络合滴定法(B 法)

7.2.1 原理

在 pH=1.8~2.0 及 60℃~70℃的溶液中, 以磺基水杨酸钠为指示剂, 用 EDTA 标准溶液滴定。

7.2.2 试剂

- 7.2.2.1 氢氧化钠: 固体。
- 7.2.2.2 浓盐酸(ρ=1.19 g/mL)。
- 7.2.2.3 浓硝酸(ρ=1.42 g/mL)。
- 7.2.2.4 盐酸溶液(1+5)。
- 7.2.2.5 氢氧化铵溶液(1+1)。
- 7.2.2.6 盐酸溶液(1+1)。
- 7.2.2.7 磺基水杨酸钠指示剂(100 g/L): 将 10 g 磺基水杨酸钠(C₇H₅O₆SNa·2H₂O)溶于水中, 加水稀释至 100 mL。
- 7.2.2.8 精密试纸: pH=0.5~5.0。
- 7.2.2.9 钙黄绿素-甲基百里香酚蓝-酚酞混合指示剂(简称 CMP): 称取 1.00 g 钙黄绿素、1.00 g 甲基百里香酚蓝、0.20 g 酚酞与 50.00 g 在 105℃~110℃干燥 1 h 的硝酸钾研细混匀, 保存于磨口瓶中。
- 7.2.2.10 氢氧化钾溶液(200 g/L): 将 20.00 g 氢氧化钾用水溶解后稀释至 100 mL, 贮存于塑料瓶中。
- 7.2.2.11 碳酸钙标准溶液(2.4 g/L): 称取 0.6 g(精确至 0.000 1 g)已在 105℃~110℃下干燥 2 h 的碳酸钙(高纯试剂或基准试剂), 置于 400 mL 烧杯中, 加入约 100 mL 水, 盖上表面皿, 沿杯口滴加盐酸

溶液(1+1)至碳酸钙全部溶解后,加热煮沸 3 min~5 min。取下冷至室温,移至 250 mL 容量瓶中,用水稀释至标线,混匀。

7.2.2.12 乙二胺四乙酸二钠(简称 EDTA)标准溶液(0.015 mol/L)配制和标定:称取 5.6 g EDTA 于 1 000 mL 烧杯中,加 600 mL 水,加热溶解,冷却,过滤,用水稀释至 1 000 mL。准确分取 25.00 mL 碳酸钙标准溶液(2.4 g/L)于 400 mL 烧杯中,用水稀释至约 200 mL,加入适量 CMP 混合指示剂,在搅拌下滴加氢氧化钾溶液(200 g/L)至出现绿色荧光后再过量 1 mL~2 mL,用 EDTA 标准溶液(0.015 mol/L)滴定至绿色荧光消失呈现红色。

7.2.2.13 EDTA 标准溶液对碳酸钙的滴定度按公式(3)计算:

$$T_{\text{CaCO}_3} = \frac{C \times V_1}{V_2} \dots\dots\dots (3)$$

式中:

T_{CaCO_3} ——1.00 mL EDTA 标准溶液相当于碳酸钙的质量,单位为毫克每毫(mg/mL);

C ——1.00 mL 碳酸钙标准溶液含有碳酸钙的质量,单位为毫克每毫升(mg/mL);

V_1 ——分取碳酸钙标准溶液的体积,单位为毫升(mL);

V_2 ——标定时消耗 EDTA 标准溶液的体积,单位为毫升(mL);

EDTA 标准溶液对碳酸钙滴定度值按 GB/T 8170 修约,并保留至小数点后四位数。

7.2.2.14 EDTA 标准溶液对三氧化二铁的滴定度按公式(4)计算:

$$T_{\text{Fe}_2\text{O}_3} = \frac{C \times V_1}{V_2} \times \frac{M_{\text{Fe}_2\text{O}_3}}{2M_{\text{CaCO}_3}} = \frac{C \times V_1}{V_2} \times 0.7977 \dots\dots\dots (4)$$

式中:

$T_{\text{Fe}_2\text{O}_3}$ ——1.00 mL EDTA 标准溶液相当于三氧化二铁的质量,单位为毫克每毫升(mg/mL);

C ——1.00 mL 碳酸钙标准溶液含有碳酸钙的质量,单位为毫克每毫升(mg/mL);

V_1 ——分取碳酸钙标准溶液的体积,单位为毫升(mL);

V_2 ——标定时消耗 EDTA 标准溶液的体积,单位为毫升(mL);

$M_{\text{Fe}_2\text{O}_3}$ ——三氧化二铁的相对分子质量;

M_{CaCO_3} ——碳酸钙的相对分子质量。

EDTA 标准溶液对三氧化二铁滴定度值按 GB/T 8170 修约,并保留至小数点后四位数。

7.2.2.15 EDTA 标准溶液对三氧化二铝的滴定度按公式(5)计算:

$$T_{\text{Al}_2\text{O}_3} = \frac{C \times V_1}{V_2} \times \frac{M_{\text{Al}_2\text{O}_3}}{2M_{\text{CaCO}_3}} = \frac{C \times V_1}{V_2} \times 0.5094 \dots\dots\dots (5)$$

式中:

$T_{\text{Al}_2\text{O}_3}$ ——1.00 mL EDTA 标准溶液相当于三氧化二铝的质量,单位为毫克每毫升(mg/mL);

C ——1.00 mL 碳酸钙标准溶液含有碳酸钙的质量,单位为毫克每毫升(mg/mL);

V_1 ——分取碳酸钙标准溶液的体积,单位为毫升(mL);

V_2 ——标定时消耗 EDTA 标准溶液的体积,单位为毫升(mL);

$M_{\text{Al}_2\text{O}_3}$ ——三氧化二铝的相对分子质量;

M_{CaCO_3} ——碳酸钙的相对分子质量。

EDTA 标准溶液对三氧化二铝的滴定度值按 GB/T 8170 修约,并保留至小数点后四位数。

7.2.3 仪器设备

7.2.3.1 高温炉：控温范围为室温~1 200 ℃，控温精度为±20 ℃。

7.2.3.2 分析天平：精度不低于 0.1 mg。

7.2.3.3 电炉。

7.2.4 试样溶液的制备

称取约 0.5 g(精确至 0.000 1 g)试样，置于银坩埚中，加入 6 g~7 g 氢氧化钠，盖上坩埚盖(留有缝隙)，放入高温炉中，从低温升起，在 650 ℃~700 ℃的高温下熔融 20 min(其间取出充分摇动 1 次)，取出冷却。将坩埚放入已盛有约 100 mL 沸水的 300 mL 烧杯中，盖上表面皿，在电炉上适当加热，待熔块完全浸出后，取出坩埚，用水冲洗坩埚和盖。在搅拌下一次加入 25 mL~30 mL 浓盐酸，再加入 1 mL 浓硝酸，用热盐酸溶液(1+5)洗净坩埚和盖。将溶液在电炉上加热至微沸并保持 1 min，冷却至室温后，移入 250 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

7.2.5 分析步骤

移取 7.2.4 制备的溶液 25.00 mL~50.00 mL(视试样中三氧化二铁含量而定)于 300 mL 烧杯中，加入 15 滴磺基水杨酸钠指示剂，用水稀释至 100 mL，用氨水溶液(1+1)调节 pH 值至 1.7~1.8(以精密 pH 试纸检验)。将溶液加热至约 70 ℃，用 EDTA 标准滴定溶液缓慢地滴定至溶液由紫色变为亮黄色(铁含量少时为无色)为终点(终点时溶液温度应不低于 60 ℃，如终点前溶液温度降至近 60 ℃时，应再加热至 65 ℃~70 ℃)。

7.2.6 结果计算

三氧化二铁的含量按公式(6)计算：

$$\omega(\text{Fe}_2\text{O}_3) = \frac{T_{\text{Fe}_2\text{O}_3} \times V_{\text{EDTA}} \times n_2}{m_4 \times 1000} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (6)$$

式中：

$\omega(\text{Fe}_2\text{O}_3)$ ——三氧化二铁的含量；

$T_{\text{Fe}_2\text{O}_3}$ ——1.00 mL EDTA 标准溶液相当于三氧化二铁的质量，单位为毫克每毫升(mg/mL)；

V_{EDTA} ——滴定时消耗 EDTA 标准溶液的体积，单位为毫升(mL)；

n_2 ——试样溶液的总体积与所分取试样溶液的体积之比；

m_4 ——试样的质量，单位为克(g)。

分析结果按 GB/T 8170 修约，并保留至小数点后两位数。

7.2.7 允许差

两次平行测定结果的绝对差值应符合表 3 的规定，否则，应重新测定。

表3 允许差

三氧化二铁含量	绝对差值
<2.0%	≤0.20%
≥2.0%	≤0.25%

8 三氧化二铝的测定

8.1 原理

在滴定铁后的溶液中,加入对铝、钛过量的 EDTA 溶液,于 $\text{pH} \approx 4$ 时,以 PAN 为指示剂,用硫酸铜标准滴定溶液回滴过量的 EDTA。

8.2 试剂

8.2.1 氨水溶液(1+1)。

8.2.2 乙酸-乙酸钠缓冲溶液($\text{pH}=4.3$):将 42.3 g 无水乙酸钠(CH_3COONa)溶于水中,加入 80 mL 冰乙酸,然后加水稀释至 1 L,摇匀。

8.2.3 1-(2-吡啶偶氮)-2 萘酚指示剂溶液(简称 PAN 指示剂溶液)(2 g/L):将 0.2 g 1-(2-吡啶偶氮)-2 萘酚溶于 100 mL 无水乙醇中。

8.2.4 硫酸铜标准溶液(0.015 mol/L):将 3.7 g 硫酸铜($\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$)溶解于水中,加 4 滴~5 滴硫酸溶液(1+1),用水稀释至 1000 mL,混匀。

8.2.5 EDTA 标准溶液与硫酸铜标准溶液体积比的测定:从滴定管中缓慢放出 10.00 mL~15.00 mL EDTA 标准溶液(0.015 mol/L)(见 7.2.2.12)于 400 mL 烧杯中,用水稀释至约 200 mL,加 15 mL 乙酸-乙酸钠缓冲溶液($\text{pH}=4.3$),然后加热至沸,取下,稍冷,加 4 滴~5 滴 PAN 指示剂溶液(2 g/L),以硫酸铜标准溶液(0.015 mol/L)滴定至亮紫色。EDTA 标准溶液与硫酸铜标准溶液的体积之比按公式(7)计算:

$$K = \frac{V_{\text{EDTA}}}{V_{\text{CuSO}_4}} \dots\dots\dots (7)$$

式中:

K ——每毫升硫酸铜标准溶液相当于 EDTA 标准溶液的毫升数;

V_{EDTA} ——EDTA 标准溶液的体积,单位为毫升(mL);

V_{CuSO_4} ——滴定时消耗硫酸铜标准溶液的体积,单位为毫升(mL)。

EDTA 标准溶液与硫酸铜标准溶液的体积之比按 GB/T 8170 修约,并保留至小数点后四位数。

8.3 分析步骤

在按 7.2.5 滴定铁后的溶液中加入过量的 EDTA 标准滴定溶液(见 7.2.2.12)(视三氧化二铝含量而定,一般 EDTA 过量 10 mL~15 mL 为宜),然后加水稀释至 150 mL~200 mL。将溶液加热至 70°C ~ 80°C 后,在搅拌下滴加氨水溶液(1+1)至溶液的 pH 值为 3.5~4.0(用精密 pH 试纸检验),加入 15 mL pH 值为 4.3 的乙酸-乙酸钠缓冲溶液,煮沸 2 min~3 min,取下稍冷,加入 4 滴~5 滴 PAN 指示剂,以硫酸铜标准滴定溶液滴定至亮紫色。

8.4 结果计算

三氧化二铝含量按公式(8)计算:

$$\omega(\text{Al}_2\text{O}_3) = \frac{T_{\text{Al}_2\text{O}_3} \times (V_3 - V_4 \times K) \times n_3}{m_5 \times 1000} \times 100\% - 0.6381\omega(\text{TiO}_2) \dots\dots\dots (8)$$

式中:

$\omega(\text{Al}_2\text{O}_3)$ ——三氧化二铝的含量;

$T_{\text{Al}_2\text{O}_3}$ ——每毫升 EDTA 标准滴定溶液相当于三氧化二铝的毫克数,单位为毫克每毫升(mg/mL);

V_3 ——加入 EDTA 标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

V_4 ——滴定时消耗硫酸铜标准滴定溶液的体积，单位为毫升(mL)；
 K ——每毫升硫酸铜标准溶液相当于 EDTA 标准滴定溶液的毫升数；
 n_3 ——全部试样溶液与所分取试样溶液的体积比；
 m_5 ——试样的质量，单位为克(g)；
0.638 1——二氧化钛对三氧化二铝的换算系数；
 $\omega(\text{TiO}_2)$ ——试样中二氧化钛的含量，%。
分析结果按 GB/T 8170 修约，并保留至小数点后两位。

8.5 允许差

两次平行测定结果的绝对差值应符合表 4 的规定，否则，应重新测定。

表4 允许差

三氧化二铝含量	绝对差值
<25.0%	≤0.30%
≥25.0%	≤0.35%

9 二氧化钛的测定

9.1 原理

钛离子与过氧化氢在酸性介质中生成黄色络合物，以磷酸作掩蔽剂消除三价铁的干扰，用分光光度计于波长 420 nm 处测其溶液的吸光度。

9.2 试剂

- 9.2.1 硫酸溶液(1+1)：将 100 体积的硫酸缓慢加入到 100 体积的水中，边加边搅拌，混匀，冷却备用。
- 9.2.2 磷酸溶液(1+1)。
- 9.2.3 过氧化氢溶液(1+9)。
- 9.2.4 二氧化钛标准溶液(甲)(0.1 mg/mL)：准确称取 0.100 0 g 二氧化钛(高纯试剂或光谱纯，已于 950 ℃~1 000 ℃灼烧 10 min)于铂坩埚中，加入 2 g 焦硫酸钾，在喷灯上逐渐升温熔融至透明，冷却，用硫酸溶液(1+9)浸出，并加热至 50 ℃~60 ℃，将熔块完全溶解后，冷至室温，移入 1 000 mL 容量瓶中，以硫酸溶液(1+9)稀释至标线，混匀。
- 9.2.5 二氧化钛标准溶液(乙)(0.02 mg/mL)：分取 100 mL 二氧化钛标准溶液(甲)，放入 500 mL 容量瓶中，用硫酸溶液(1+9)稀释至标线，混匀。

9.3 仪器设备

- 9.3.1 分光光度计：波长范围 320 nm~1 000 nm。
- 9.3.2 高温炉：控温范围为室温~1 200 ℃，控温精度为±20 ℃。

9.4 分析步骤

9.4.1 工作曲线的绘制

分别向一系列 100 mL 容量瓶中加入 0.00 mL、1.00 mL、5.00 mL、10.00 mL、15.00 mL、20.00 mL 二氧化钛标准溶液(乙)，分别用水稀释至约 50 mL，依次加入 10 mL 硫酸溶液(1+1)，2 mL 磷酸溶液(1+1)和 5 mL 过氧化氢溶液(1+9)，每加一种试剂均需混匀，用水稀释至标线，混匀。使用分光光度计，3 cm 比色皿，以水作参比，于波长 420 nm 处测定溶液的吸光度。以测得的吸光度为纵坐标，比色溶液的浓度为横坐标，绘制工作曲线。

9.4.2 测定

准确分取 25.00 mL 按 7.2.4 制备的试样溶液于 100 mL 烧杯中，加 10 mL 硫酸溶液(1+1)，于通风橱内加热蒸发至产生三氧化硫白烟，取下冷却，加约 20 mL 水，用少量水冲洗杯壁，加热溶液至澄清，冷至室温，移入 100 mL 容量瓶中，加 2 mL 磷酸(1+1)和 5 mL 过氧化氢溶液(1+9)，每加一种试剂均需混匀，用水稀释至标线，混匀。用 3 cm 比色皿于分光光度计波长 420 nm 处，以随同试样的空白为参比，测量其吸光度。

9.5 结果计算

二氧化钛的含量按公式(9)计算：

$$\omega(\text{TiO}_2) = \frac{C_2 \times n_4}{m_6 \times 1000} \times 100\% \dots \dots \dots (9)$$

式中：

$\omega(\text{TiO}_2)$ ——二氧化钛的含量；

C_2 ——从标准曲线上查得二氧化钛的含量，单位为毫克(mg)；

n_4 ——试样溶液的总体积与分取试样溶液的体积之比的数值；

m_6 ——试样的质量，单位为克(g)。

分析结果按 GB/T 8170 修约，并保留至小数点后两位数。

9.6 允许差

两次平行测定结果的绝对差值应符合表 5 的规定，否则，应重新测定。

表5 允许差

二氧化钛含量	绝对差值
<0.50%	≤0.05%
≥0.50%	≤0.10%

中 华 人 民 共 和 国
建 材 行 业 标 准
焦宝石化学分析方法
JC/T 2782—2023

*

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
北京市青云兴业印刷有限公司

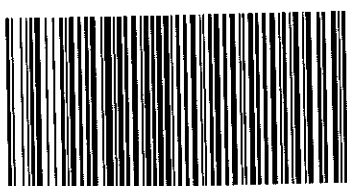
版权所有 不得翻印

*

开本 880mm×1230mm 1/16 印张 1 字数 24 千字
2024 年 6 月第一版 2024 年 6 月第一次印刷
印数：1—800 册 定价：26.00 元
书号：155160·4435

*

编号：1804



JC/T 2782—2023

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。