



中华人民共和国国家标准

GB/T 9489—2024

代替 GB/T 9489—2008

刚玉粉化学分析方法

Methods for chemical analysis of alundum powder

2024-11-28 发布

2025-06-01 实施

国家市场监督管理总局
国家标准化管理委员会 发布

目 次

前言 V

1 范围 1

2 规范性引用文件 1

3 术语和定义 1

4 总体要求 1

5 氧化钙、氧化镁、二氧化硅、三氧化二铁、二氧化钛电感耦合等离子体发射光谱法的测定 2

 5.1 测定范围 2

 5.2 原理 2

 5.3 试剂 2

 5.4 仪器设备 2

 5.5 分析步骤 3

 5.6 分析结果计算 4

 5.7 允许差 4

6 三氧化二铁、氧化钙、氧化镁、氧化钾、氧化钠原子吸收分光光度法的测定 4

 6.1 测定范围 4

 6.2 原理 4

 6.3 试剂 4

 6.4 仪器设备 5

 6.5 分析步骤 5

 6.6 分析结果计算 6

 6.7 允许差 6

7 三氧化二铝络合滴定——氟化物释放法的测定 6

 7.1 测定范围 6

 7.2 原理 6

 7.3 试剂 7

 7.4 仪器设备 7

 7.5 分析步骤 7

 7.6 分析结果计算 8

 7.7 允许差 8

8 三氧化二铁比色法的测定 9

 8.1 测定范围 9

 8.2 原理 9

 8.3 试剂 9

 8.4 仪器设备 9

8.5	分析步骤	9
8.6	分析结果计算	9
8.7	允许差	10
9	二氧化硅比色法的测定	10
9.1	测定范围	10
9.2	原理	10
9.3	试剂	10
9.4	仪器设备	10
9.5	分析步骤	11
9.6	分析结果计算	11
9.7	允许差	11
10	二氧化钛比色法的测定	12
10.1	测定范围	12
10.2	原理	12
10.3	试剂	12
10.4	仪器设备	12
10.5	分析步骤	12
10.6	分析结果计算	12
10.7	允许差	13
11	氯离子比浊法的测定	13
11.1	测定范围	13
11.2	原理	13
11.3	试剂	13
11.4	仪器设备	13
11.5	分析步骤	14
11.6	分析结果计算	14
11.7	允许差	14
12	碳和硫的测定	15
12.1	测定范围	15
12.2	原理	15
12.3	试剂	15
12.4	仪器设备	15
12.5	分析步骤	15
12.6	允许差	15
13	pH 值的测定	16
13.1	测定范围	16
13.2	原理	16

13.3	试剂	16
13.4	仪器设备	16
13.5	分析步骤	16
14	烧矢量的测定	16
14.1	测定范围	16
14.2	原理	16
14.3	仪器设备	16
14.4	分析步骤	16
14.5	分析结果计算	17
14.6	允许差	17

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。

本文件代替 GB/T 9489—2008《刚玉粉化学分析方法》。与 GB/T 9489—2008 相比，除结构调整和编辑性改动外，主要技术变化如下：

- a) 增加了“警示”（见警示）；
- b) 更改了“二氧化硅标准溶液”的浓度及配制过程容量瓶体积（见5.3.8，2008年版的5.3.8）；
- c) 更改了“Ca、Mg”元素的火焰类型（见6.4.4，2008年版的6.4.4）；
- d) 更改了原子吸收分光光度法中的“试液制备”（见6.5.1，2008年版的6.5.1）；
- e) 更改了“硼砂-碳酸钠混合熔剂”的加入顺序（见7.5.1、9.5.2.1，2008年版的7.5.1、9.5.2.1）；
- f) 增加了二氧化硅标准溶液“放置温度”的要求（见9.5.1、9.5.2.2）；
- g) 更改了二氧化钛比色法的测定范围（见10.1，2008年版的10.1）；
- h) 更改了“工作曲线的绘制”中二氧化钛标准溶液的移取体积（见10.5.1，2008年版的10.5.1）。

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：沈阳铝镁设计研究院有限公司、咸阳非金属矿研究设计院有限公司、中南大学、中国建筑材料工业地质勘查中心陕西总队、中国国检测试控股集团咸阳有限公司、青海岩土工程勘察院有限公司、中国建筑材料工业地质勘查中心新疆总队。

本文件主要起草人：欧阳静、李志国、黄飞、朱欣洁、沈颖辉、杨玲、侯彩红、张红林、陈建、朱萌、杨菲。

本文件于1988年首次发布为 GB/T 9489.1~9489.10—1988，2008年第一次修订时合并为 GB/T 9489—2008，本次为第二次修订。

刚玉粉化学分析方法

警示——本文件并未指出与其使用有关的所有安全、健康及环保问题，使用者有责任采取适当的安全、健康及环保措施，并保证符合国家有关法律、法规的规定。

1 范围

本文件描述了刚玉粉中三氧化二铝、氧化钙、氧化镁、二氧化硅、三氧化二铁、二氧化钛、氧化钾、氧化钠、氯离子、碳和硫、pH值、烧失量的测定方法。

本文件适用于三氧化二铝含量（质量分数）不小于90%的刚玉粉的化学分析。

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/T 4676 普通磨料 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

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 总体要求

4.1 配制溶液与分析过程中所用水的规格，应符合GB/T 6682中规定的三级或三级以上的水。

4.2 测定所用试剂，除另有注明外，纯度应优于分析纯。标定与配制标准溶液所用试剂应采用基准试剂。用金属配制标准溶液时，其纯度应优于99.99%。

4.3 分析所用的溶液除特殊指明溶剂外，均系水溶液。

4.4 进行“恒重”试验操作时，应在相同温度下灼烧或烘干以及取出、干燥冷却、称重等步骤重复进行至两次称量之差不大于0.000 2 g。

4.5 标准滴定溶液的浓度以 $c(A) = \text{mol/L}$ 或 $T(B)/(A) = \text{mg/mL}$ 表示，标定其浓度时，应同时进行三份以上的测定，并进行空白试验比对，所得浓度的相对误差不应大于0.20%，结果取算术平均值并修约至小数点后四位。

4.6 配制、贮存试剂溶液时，对玻璃有腐蚀性的试剂应使用塑料容器贮存，对容易分解的试剂应使用棕色容器贮存，并标明贮存时的注意事项及贮存时间。

4.7 每次试验时，应进行平行空白试验，根据空白试验结果对分析结果进行校正。

4.8 应按照GB/T 4676对试样进行取样和缩分，再用刚玉研钵研细至试样粒径不大于75 μm ，混合均匀，装入试样袋，在105 $^{\circ}\text{C}$ ~110 $^{\circ}\text{C}$ 的电热干燥箱中烘干1 h~2 h，取出，放入干燥器中冷却至室温备用。分析试样质量不应少于20 g。

5 氧化钙、氧化镁、二氧化硅、三氧化二铁、二氧化钛电感耦合等离子体发射光谱法的测定

5.1 测定范围

氧化钙、氧化镁、二氧化硅、三氧化二铁含量（质量分数）的测定范围为 0.006 5%~1.0%。

二氧化钛含量（质量分数）的测定范围为 0.000 65%~2.0%。

5.2 原理

将试样置于密封增压溶样器中，在 205℃~215℃ 用盐酸、硝酸、过氧化氢分解。将试液引入电感耦合等离子体光源进行激发，以光栅分光，经光电转换装置测定氧化钙、氧化镁、二氧化硅、三氧化二铁、二氧化钛各个组分含量（质量分数）。由于大量的铝对待测元素有抑制作用，故在标准溶液中加入与试样相同含量（质量分数）的三氧化二铝，以消除其干扰。

5.3 试剂

5.3.1 硝酸（ $\rho=1.42\text{ g/mL}$ ）：优级纯。

5.3.2 过氧化氢（30%）：优级纯。

5.3.3 盐酸（2+1）：用优级纯盐酸配制。

5.3.4 盐酸（1+1）：用优级纯盐酸配制。

5.3.5 硫酸（1+1）：用优级纯硫酸配制。

5.3.6 氧化钙标准溶液 [$c(\text{CaO})=1.00\text{ mg/mL}$]：准确称取 0.178 5 g 经 150℃±5℃ 干燥 2 h 的碳酸钙，置于 100 mL 高脚烧杯中，加盖表面皿，从杯口缓慢加入 10 mL 盐酸（5.3.4），加热溶解，冷却至室温后移入 100 mL 容量瓶中，用水稀释至标线，摇匀，备用。或使用市售有证标准溶液。

5.3.7 氧化镁标准溶液 [$c(\text{MgO})=1.00\text{ mg/mL}$]：准确称取 0.100 0 g 经 800℃±20℃ 灼烧 2 h 的氧化镁，置于 100 mL 高脚烧杯中，加盖表面皿，从杯口缓慢加入 10 mL 盐酸（5.3.4），加热溶解，冷却至室温后移入 100 mL 容量瓶中，用水稀释至标线，摇匀，备用。或使用市售有证标准溶液。

5.3.8 二氧化硅标准溶液 [$c(\text{SiO}_2)=0.10\text{ mg/mL}$]：准确称取 0.100 0 g 经 1 000℃±20℃ 灼烧 1 h 的二氧化硅置于铂坩埚中，加入 2.000 0 g 无水碳酸钠，混匀后再覆盖 0.500 0 g 无水碳酸钠，放入 1 000℃±20℃ 的高温炉中熔融 20 min，取出，旋转坩埚，冷却，洗净坩埚的外壁，置于聚四氟乙烯烧杯中用热水浸取，冷却至室温后移入 1 000 mL 容量瓶中，用水稀释至标线，摇匀，备用。或使用市售有证标准溶液。

5.3.9 三氧化二铁标准溶液 [$c(\text{Fe}_2\text{O}_3)=1.00\text{ mg/mL}$]：准确称取 0.100 0 g 经 105℃~110℃ 烘干 2 h 的三氧化二铁，置于 100 mL 高脚烧杯中，加盖表面皿，加入 10 mL 盐酸（5.3.4），低温加热溶解，冷却至室温后移入 100 mL 容量瓶中，用水稀释至标线，摇匀，备用。或使用市售有证标准溶液。

5.3.10 二氧化钛标准溶液 [$c(\text{TiO}_2)=1.00\text{ mg/mL}$]：准确称取 0.100 0 g 经 950℃~1 000℃ 灼烧 2 h 的二氧化钛于铂坩埚中，加入 2 g~3 g（精确至 0.1 mg）优级纯焦硫酸钾，置于电炉上熔至熔融状态后，移入 700℃±20℃ 高温炉内熔融 10 min，取出冷却，放入预先盛有 40 mL 硫酸（5.3.5）的 200 mL 烧杯中，加热溶解，洗出坩埚，冷却至室温后移入 100 mL 容量瓶中，用水稀释至标线，摇匀，备用。或使用市售有证标准溶液。

5.3.11 三氧化二铝溶液：准确称取 15.000 0 g 九水硝酸铝 [$\text{Al}(\text{NO}_3)_3\cdot 9\text{H}_2\text{O}$]，置于 100 mL 烧杯中，加盖表面皿，加水溶解后移入 200 mL 容量瓶中，加 120 mL 盐酸（5.3.4），用水稀释至标线，摇匀备用。此溶液约含三氧化二铝 10 mg/mL。

5.4 仪器设备

5.4.1 电感耦合等离子体发射光谱仪：能够检测不同元素的原子激发或电离时发射出的特征光谱。

- 5.4.2 分析天平：最小分度值为 0.1 mg。
- 5.4.3 密封增压溶样器：由聚四氟乙烯内套及保护钢套组成。
- 5.4.4 电热干燥箱：控温范围室温~300 ℃，控温精度±2 ℃。

5.5 分析步骤

5.5.1 试液制备

称取约 0.1 g（精确至 0.1 mg）试样置于密封增压溶样器的聚四氟乙烯坩埚中，加入 5 mL 盐酸（5.3.3）、0.5 mL 硝酸（5.3.1）、0.5 mL 过氧化氢（5.3.2），加盖封闭后置于不锈钢外套中，旋紧外套盖，放入电热干燥箱中，升温至 205 ℃~215 ℃，恒温 8 h~10 h 分解试样，自然冷却至室温后启封。将试液移入 100 mL 的烧杯中，煮沸 3 min~5 min，冷却后转移至 50 mL 容量瓶中，用水稀释至标线，摇匀，待测。

5.5.2 混合标准系列溶液的配制

分别准确移取一定体积的 5.3.6~5.3.10 中各个标准溶液，配制成含三氧化二铁、氧化钙、氧化镁、二氧化硅的浓度为 50.0 μg/mL 的混合组分标准溶液及二氧化钛浓度为 100.0 μg/mL 的标准溶液，再分取不同体积的上述两种溶液配制成表 1 要求的阶梯混合标准系列溶液。

表 1 混合标准系列溶液

组分	标准系列溶液中各组分的含量					
	μg/mL					
CaO、MgO、 SiO ₂ 、Fe ₂ O ₃	0.25	0.50	1.00	5.00	10.00	20.00
TiO ₂	0.20	0.40	1.00	5.00	20.00	40.00
Al ₂ O ₃	2 000	2 000	2 000	2 000	2 000	2 000

5.5.3 元素组分的分析线波长

元素组分的分析线波长应按表 2 要求。

表 2 元素组分的分析线波长

组分	分析线波长 nm
Ca	317.933
Mg	285.213
Si	251.612
Fe	259.940
Ti	323.452

5.5.4 测量

在等离子体发射光谱仪上，根据仪器操作规程，选择与待测元素相适应的功率和雾化压力，按上述给定的元素组分波长调节波长，将仪器调至最佳工作状态，用水调零，依次测量标准系列溶液和待测溶液，绘制工作曲线或者直接读取仪器显示的浓度。测定时也可用不同含量的国家一级标准样品来代替标

准系列溶液。

5.6 分析结果计算

氧化钙、氧化镁、二氧化硅、三氧化二铁、二氧化钛的含量（质量分数）按公式（1）计算：

$$\omega(i) = \frac{c_i \times V_s \times 10^{-6}}{m_s} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中：

$\omega(i)$ —— 氧化钙、氧化镁、二氧化硅、三氧化二铁、二氧化钛的含量（质量分数）；

c_i —— 待测溶液中各组分的浓度，单位为微克每毫升（ $\mu\text{g/mL}$ ）；

V_s —— 试液总体积，单位为毫升（ mL ）；

m_s —— 试样质量，单位为克（ g ）。

5.7 允许差

取平行测定结果的算术平均值作为测定结果，2次平行测定结果的允许差不应大于表3中的规定，否则应重新称样再次进行测定，测定结果按GB/T 8170修约至小数点后两位。

表3 测定结果允许差

氧化钙、氧化镁、二氧化硅、三氧化二铁、二氧化钛含量（质量分数）	允许差	
	同一实验室	不同实验室
$\leq 1.0\%$	20%	25%
$> 1.0\% \sim 2.0\%$	15%	20%

6 三氧化二铁、氧化钙、氧化镁、氧化钾、氧化钠原子吸收分光光度法的测定

6.1 测定范围

三氧化二铁、氧化钙、氧化镁、氧化钾、氧化钠含量（质量分数）的测定范围为0.010%~1.0%。

6.2 原理

试样置于密封增压溶样器的聚四氟乙烯坩埚中，在205℃~215℃下用盐酸、硝酸、过氧化氢进行分解，通过原子吸收分光光度计，测定溶液中三氧化二铁、氧化钙、氧化镁、氧化钾、氧化钠及其标准溶液的吸光度值，再换算成含量（质量分数）。由于大量的铝对待测元素有抑制作用，故在标准溶液中加入与试样中相同含量（质量分数）的三氧化二铝，以消除其干扰。

6.3 试剂

6.3.1 硝酸（ $\rho=1.42 \text{ g/mL}$ ）：优级纯。

6.3.2 过氧化氢（30%）：优级纯。

6.3.3 盐酸（2+1）：用优级纯盐酸配制。

6.3.4 盐酸（1+1）：用优级纯盐酸配制。

6.3.5 三氧化二铝溶液：配制方法同5.3.11。

6.3.6 氧化钙标准溶液 [$c(\text{CaO})=1.00 \text{ mg/mL}$]：配制方法同5.3.6。

6.3.7 氧化镁标准溶液 [$c(\text{MgO})=1.00 \text{ mg/mL}$]：配制方法同5.3.7。

- 6.3.8 三氧化二铁标准溶液 [$c(\text{Fe}_2\text{O}_3) = 1.00 \text{ mg/mL}$]：配制方法同 5.3.9。
- 6.3.9 氧化钾标准溶液 [$c(\text{K}_2\text{O}) = 1.00 \text{ mg/mL}$]：准确称取 1.583 0 g 经 105 ℃~110 ℃干燥 2 h 的氯化钾，置于 150 mL 烧杯中，加水溶解，移入 1 000 mL 容量瓶中，加入 10 mL 盐酸（6.3.4），用水稀释至标线，摇匀，备用。或使用市售有证标准溶液。
- 6.3.10 氧化钠标准溶液 [$c(\text{Na}_2\text{O}) = 1.00 \text{ mg/mL}$]：准确称取 1.885 9 g 经 105 ℃~110 ℃干燥 2 h 的氯化钠，置于 150 mL 烧杯中，加水溶解，移入 1 000 mL 容量瓶中，加入 10 mL 盐酸（6.3.4），用水稀释至标线，摇匀，备用。或使用市售有证标准溶液。
- 6.3.11 混合标准溶液：分别移取 5.00 mL 上述 6.3.6~6.3.10 氧化钙、氧化镁、三氧化二铁、氧化钾、氧化钠标准溶液，置于 200 mL 容量瓶中，用水稀释至标线，摇匀，贮存于干燥的塑料瓶中。此混合标准溶液每毫升分别含氧化钙、氧化镁、三氧化二铁、氧化钾、氧化钠各 25.0 μg。
- 6.3.12 氯化镧溶液（200 g/L）：称取 20.000 0 g 氯化镧，溶解于 100 mL 水中，摇匀贮存。

6.4 仪器设备

- 6.4.1 分析天平：最小分度值为 0.1 mg。
- 6.4.2 密封增压溶样器：由聚四氟乙烯内套及保护钢套组成。
- 6.4.3 电热干燥箱：控温范围室温~300 ℃，控温精度±2 ℃。
- 6.4.4 原子吸收分光光度计：带有钙、镁、铁、钾、钠元素的空心阴极灯，各元素的测定条件应符合表 4 要求。

表 4 各元素测定条件

元素	波长 nm	允许最大光谱通带 nm	火焰类型
Ca	422.7	2.0	空气-乙炔
Mg	285.2	2.0	空气-乙炔
Fe	248.3	0.4	空气-乙炔
K	766.5	2.0	空气-乙炔
Na	589.0	2.0	空气-乙炔

6.5 分析步骤

6.5.1 试液制备

称取约 0.2 g（精确至 0.1 mg）试样置于密封增压溶样器的聚四氟乙烯坩埚中，加入 10 mL 盐酸（6.3.3）、1 mL 硝酸（6.3.1）、1 mL 过氧化氢（6.3.2），加盖封闭后置于不锈钢外套中，旋紧外套盖，放入电热干燥箱中。升温至 205 ℃~215 ℃，恒温 8 h~10 h 分解试样，自然冷却至室温后启封，将试液移入 100 mL 烧杯中，煮沸 3 min~5 min，冷却后转移至 100 mL 容量瓶中，用水稀释至标线，摇匀静置后待测，此溶液为试液 A，用于三氧化二铁、二氧化钛、氧化钙、氧化镁、氧化钾、氧化钠含量（质量分数）的测定，测定氧化钙、氧化镁时应单独分取试液，试液及混合标准溶液均应准确加入 2.5 mL 氯化镧溶液（6.3.12），移入 50 mL 容量瓶中，用水稀释至标线，摇匀，待测。氧化钙、氧化镁、三氧化二铁原子吸收分光光度法测定时也可分取试液 B（7.5.1），置于 50 mL 容量瓶中，用水稀释至标线，摇匀，待测。

6.5.2 混合标准系列溶液的配制

移取 0 mL、1.00 mL、2.00 mL、4.00 mL、6.00 mL、8.00 mL、10.00 mL 混合标准溶液

(6.3.11)，分别置于 50 mL 容量瓶中，加入 10 mL 三氧化二铝溶液 (6.3.5)，用水稀释至标线，摇匀。此混合标准系列溶液分别含三氧化二铁、氧化钙、氧化镁、氧化钾、氧化钠各为 0 μg/mL、0.50 μg/mL、1.00 μg/mL、2.00 μg/mL、3.00 μg/mL、4.00 μg/mL、5.00 μg/mL。标准系列溶液中三氧化二铝溶液的加入量应随试样中铝的含量 (质量分数) 而变化。

6.5.3 测量

按照仪器操作规程以及所选定的仪器工作条件将仪器调至最佳工作状态。空心阴极灯预热 20 min 后点燃火焰，调节空气和乙炔流量，用水喷雾调整零点，依次喷测标准系列溶液和待测的试样溶液。绘制工作曲线或者直接读取仪器显示的浓度。

6.6 分析结果计算

三氧化二铁、氧化钙、氧化镁、氧化钾、氧化钠的含量 (质量分数) 按公式 (2) 计算、分取试液按公式 (3) 计算：

$$\omega(i) = \frac{c_i \times V_s \times 10^{-6}}{m_s} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (2)$$

$$\omega(i) = \frac{c_i \times V_1 \times V_s \times 10^{-6}}{m_s \times V_2} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (3)$$

式中：

- $\omega(i)$ —— 三氧化二铁、氧化钙、氧化镁、氧化钾、氧化钠的含量 (质量分数)；
- c_i —— 待测溶液中各氧化物的浓度，单位为微克每毫升 (μg/mL)；
- V_1 —— 待测试液的总体积，单位为毫升 (mL)；
- V_s —— 试液的总体积，单位为毫升 (mL)；
- m_s —— 试样质量，单位为克 (g)；
- V_2 —— 分取试液的体积，单位为毫升 (mL)。

6.7 允许差

取平行测定结果的算术平均值作为测定结果，2 次平行测定结果的允许差不应大于表 5 中的规定，否则应重新称样再次进行测定，测定结果按 GB/T 8170 修约至小数点后两位。

表 5 测定结果允许差

允许差	
同一实验室	不同实验室
20%	25%

7 三氧化二铝络合滴定——氟化物释放法的测定

7.1 测定范围

三氧化二铝含量 (质量分数) 的测定范围为大于或等于 90%。

7.2 原理

试样用硼砂-碳酸钠混合熔剂分解后，熔融物用盐酸浸出，制备成试液，分取溶液，在 pH 值为

5~6时,过量的EDTA与铝、钛充分络合,以二甲酚橙为指示剂,用锌盐溶液回滴过量的EDTA,加入氟化钾取代与铝、钛络合的EDTA,再用锌盐标准滴定溶液返滴释放出来的EDTA,此为铝含量、钛含量的滴定,差减计算三氧化二铝的含量(质量分数)。

7.3 试剂

7.3.1 硼砂-碳酸钠混合熔剂:称取2份硼砂、1份无水碳酸钠于玛瑙研钵中研细,混匀,贮存于广口瓶中。

7.3.2 盐酸($\rho=1.19\text{ g/mL}$)。

7.3.3 盐酸(1+1)。

7.3.4 乙酸(1+1)。

7.3.5 氨水(1+1)。

7.3.6 六次甲基四胺溶液(200 g/L)。

7.3.7 乙酸锌溶液(5 g/L)。

7.3.8 氟化钾溶液(200 g/L):准确称取20.000 0 g氟化钾,溶解于100 mL水中,摇匀,贮存于塑料瓶中。

7.3.9 EDTA溶液 [$c(\text{EDTA})=0.025\text{ mol/L}$]:准确称取9.310 0 g乙二胺四乙酸二钠盐溶于水中,加热溶解,冷却后用水稀释至1 000 mL,摇匀。

7.3.10 三氧化二铝标准溶液 [$c(\text{Al}_2\text{O}_3)=1.00\text{ mg/mL}$]:准确称取0.529 3 g金属铝片(99.99%),铝表面有氧化膜时,用盐酸(1+9)除去,用水洗净,再用乙醇及乙醚依次洗过,风干后使用,置于250 mL烧杯中,加入50 mL盐酸(1+4),在水浴上低温溶解,冷却至室温后移入1 000 mL容量瓶中,用水稀释至标线,摇匀。或使用市售有证标准溶液。

7.3.11 乙酸锌标准滴定溶液 [$c[\text{Zn}(\text{CH}_3\text{COO})_2]=0.015\text{ mol/L}$]。

a) 乙酸锌标准滴定溶液的配制:准确称取3.300 0 g乙酸锌 $[\text{Zn}(\text{CH}_3\text{COO})_2\cdot\text{H}_2\text{O}]$ 溶于水中,加几滴乙酸,用水稀释至1 000 mL,摇匀。

b) 乙酸锌标准滴定溶液的标定:移取10.00 mL三氧化二铝标准溶液(7.3.10)于250 mL烧杯中,加入25 mL EDTA溶液(7.3.9),加热 $40\text{ }^\circ\text{C}\sim 60\text{ }^\circ\text{C}$,加入1滴甲基橙溶液(7.3.12),然后按7.5分析步骤进行。

c) 乙酸锌标准滴定溶液对三氧化二铝的滴定度按公式(4)计算,结果修约至小数点后四位:

$$T = \frac{c \times V_3}{V_4} \dots\dots\dots (4)$$

式中:

T —— 乙酸锌标准滴定溶液对三氧化二铝的滴定度,单位为毫克每毫升(mg/mL);

c —— 移取三氧化二铝标准溶液的质量浓度,单位为毫克每毫升(mg/mL);

V_3 —— 移取三氧化二铝标准溶液的体积,单位为毫升(mL);

V_4 —— 消耗乙酸锌标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL)。

7.3.12 甲基橙溶液(1 g/L)。

7.3.13 二甲酚橙溶液(2 g/L)。

7.4 仪器设备

分析天平:最小分度值为0.1 mg。

7.5 分析步骤

7.5.1 称取约0.5 g(精确至0.1 mg)试样,置于盛有3 g(精确至0.1 mg)硼砂-碳酸钠混合熔剂

(7.3.1) 的铂坩埚中,搅拌均匀后再覆盖约 1 g (精确至 0.1 mg) 的硼砂-碳酸钠混合熔剂,加盖并留有缝隙,将坩埚送入高温炉中,在 $1\,000\,^{\circ}\text{C}\pm 10\,^{\circ}\text{C}$ 熔融 30 min,取出,旋转坩埚,使熔融物附于坩埚内壁,冷却,用水洗净坩埚外壁,放入盛有 100 mL 沸水的 250 mL 烧杯中,盖上表面皿,稍凉,缓慢加入 20 mL 盐酸(7.3.2),加热使熔块脱落,洗出坩埚盖和坩埚,溶液转移至 250 mL 容量瓶中,用水稀释至标线,摇匀,贮于干燥的塑料瓶中。此溶液为试液 B,用于三氧化二铁、三氧化二铝、二氧化钛、氧化钙、氧化镁含量(质量分数)的测定。

7.5.2 分取 10.00 mL 试液 B 于 250 mL 烧杯中,加入 40 mL EDTA 溶液(7.3.9) (加入量宜保持过量 10 mL~15 mL),加热 $40\,^{\circ}\text{C}\sim 60\,^{\circ}\text{C}$,加入 1 滴甲基橙溶液(7.3.12),用氨水(7.3.5)调至试液刚变黄,加入 1 mL 乙酸(7.3.4),此时试液应为红色,否则滴加盐酸(7.3.3)使之刚变红,再加入 10 mL 六次甲基四胺溶液(7.3.6),煮沸 2 min,冷却。

7.5.3 将上述试液加水至 100 mL,加入 5 滴~8 滴二甲酚橙溶液(7.3.13),用乙酸锌溶液(7.3.7)滴定至接近终点时,再用乙酸锌标准滴定溶液(7.3.11)滴定至试液呈玫瑰红色为终点(此处不记录消耗乙酸锌标准滴定溶液体积),立即加入 10 mL 氟化钾溶液(7.3.8),加一小片滤纸用玻璃棒压住,煮沸 2 min~3 min,冷却。

7.5.4 在上述试液中补加 1 滴~2 滴二甲酚橙溶液(7.3.13),再用乙酸锌标准滴定溶液(7.3.11)滴定至试液呈玫瑰红色为终点,并记录消耗乙酸锌标准滴定溶液体积。

7.6 分析结果计算

三氧化二铝的含量(质量分数)按公式(5)计算:

$$\omega(\text{Al}_2\text{O}_3) = \frac{T \times V_5 \times V_s \times 10^{-3}}{m_s \times V_6} \times 100\% - \omega(\text{TiO}_2) \times 0.6381 \quad (5)$$

式中:

- $\omega(\text{Al}_2\text{O}_3)$ —— 三氧化二铝的含量(质量分数);
- T —— 乙酸锌标准滴定溶液对三氧化二铝的滴定度,单位为毫克每毫升(mg/mL);
- V_5 —— 消耗乙酸锌标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);
- V_s —— 试液总体积,单位为毫升(mL);
- m_s —— 试样质量,单位为克(g);
- V_6 —— 分取试液的体积,单位为毫升(mL);
- $\omega(\text{TiO}_2)$ —— 按第10章测得的二氧化钛的含量(质量分数);
- 0.6381 —— 二氧化钛相当于三氧化二铝的换算系数。

注:二氧化钛含量(质量分数)小于 0.01% 时,忽略不计。

7.7 允许差

取平行测定结果的算术平均值作为测定结果,2 次平行测定结果的允许差不应大于表 6 中的规定,否则应重新称样再次进行测定,测定结果按 GB/T 8170 修约至小数点后两位。

表 6 测定结果允许差

允许差	
同一实验室	不同实验室
0.40%	0.45%

8 三氧化二铁比色法的测定

8.1 测定范围

三氧化二铁含量（质量分数）的测定范围为0.01%~5.0%。

8.2 原理

在pH值为8~11.5的氨性介质中，三价铁与磺基水杨酸生成稳定的黄色络合物，于分光光度计上波长420 nm处进行测定。

8.3 试剂

8.3.1 氨水（1+1）。

8.3.2 磺基水杨酸溶液（100 g/L）。

8.3.3 三氧化二铁标准溶液 [$c(\text{Fe}_2\text{O}_3) = 1.00 \text{ mg/mL}$]：准确称取1.000 0 g经105℃~110℃烘干2 h的三氧化二铁，置于200 mL烧杯中，加入50 mL盐酸（1+1），低温加热溶解后冷却至室温，转移至1 000 mL容量瓶中，用水稀释至标线，摇匀，备用。或使用市售有证标准溶液。

8.3.4 三氧化二铁标准溶液 [$c(\text{Fe}_2\text{O}_3) = 50.0 \mu\text{g/mL}$]：移取50.00 mL三氧化二铁标准溶液（8.3.3）于1 000 mL容量瓶中，加入5 mL盐酸（1+1），用水稀释至标线，摇匀。

8.4 仪器设备

8.4.1 分析天平：最小分度值为0.1 mg。

8.4.2 分光光度计：波长范围为380 nm~780 nm。

8.5 分析步骤

8.5.1 工作曲线的绘制

移取0 mL、0.20 mL、0.50 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL三氧化二铁标准溶液（8.3.4）分别置于100 mL容量瓶中，加水至50 mL，加入10 mL磺基水杨酸溶液（8.3.2），用氨水（8.3.1）中和至试液刚呈黄色并过量2 mL，用水稀释至标线，摇匀。在波长420 nm处进行测定。绘制工作曲线或者直接读取仪器显示的浓度。

8.5.2 测定

分取25.00 mL试液A（6.5.1）或试液B（7.5.1）置于100 mL容量瓶中，加水至50 mL，加入10 mL磺基水杨酸溶液（8.3.2），用氨水（8.3.1）中和至试液刚呈黄色并过量2 mL，用水稀释至标线，摇匀。在波长420 nm处进行测定，在工作曲线上查出相应的三氧化二铁的浓度或直接读取仪器显示的浓度。

8.6 分析结果计算

三氧化二铁的含量（质量分数）按公式（6）计算：

$$\omega(\text{Fe}_2\text{O}_3) = \frac{m_1 \times V_s \times 10^{-6}}{m_s \times V_7} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (6)$$

式中：

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

- m_1 —— 待测溶液中三氧化二铁的质量，单位为微克（ μg ）；
 V_s —— 试液总体积，单位为毫升（mL）；
 m_s —— 试样质量，单位为克（g）；
 V_7 —— 分取试液的体积，单位为毫升（mL）。

8.7 允许差

取平行测定结果的算术平均值作为测定结果，2次平行测定结果的允许差不应大于表7中的规定，否则应重新称样再次进行测定，测定结果按GB/T 8170修约至小数点后两位。

表7 测定结果允许差

三氧化二铁含量（质量分数）	允许差	
	同一实验室	不同实验室
<1.0%	20%	25%
1.0%~2.0%	15%	16%
>2.0%~5.0%	6%	8%

9 二氧化硅比色法的测定

9.1 测定范围

二氧化硅含量（质量分数）的测定范围为0.01%~5.0%。

9.2 原理

在pH值为1~2的酸性溶液中，硅酸根离子与钼酸铵生成黄色的硅钼杂多酸络合物，以抗坏血酸为还原剂，将其还原成硅钼蓝，在波长680 nm~700 nm的分光光度计处测定其吸光度值。

9.3 试剂

- 9.3.1 硼砂—碳酸钠混合熔剂：同7.3.1。
9.3.2 盐酸（1+4）。
9.3.3 氨水（1+4）。
9.3.4 硫酸（1+5）。
9.3.5 抗坏血酸溶液（50 g/L）：现用现配。
9.3.6 草酸-硫酸混合酸：准确称取1.000 0 g草酸，溶于100 mL硫酸（9.3.4）中。
9.3.7 钼酸铵溶液（50 g/L）：准确称取50.000 0 g钼酸铵 $[(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24}\cdot 4\text{H}_2\text{O}]$ 置于烧杯中，加400 mL水，加热至50℃~60℃搅拌使之溶解，用水稀释至1 000 mL，摇匀，过滤后使用。现用现配。
9.3.8 二氧化硅标准溶液 $[c(\text{SiO}_2)=100.0\text{ }\mu\text{g/mL}]$ ：配制方法同5.3.8。
9.3.9 二氧化硅标准溶液 $[c(\text{SiO}_2)=50.0\text{ }\mu\text{g/mL}]$ ：移取50.0 mL二氧化硅标准溶液（9.3.8），置于100 mL容量瓶中，用水稀释至标线，摇匀，备用。

9.4 仪器设备

- 9.4.1 分析天平：最小分度值为0.1 mg。
9.4.2 分光光度计：波长范围为380 nm~780 nm。

9.5 分析步骤

9.5.1 工作曲线的绘制

移取 0 mL、0.50 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL、6.00 mL 二氧化硅标准溶液（9.3.9），分别置于 50 mL 容量瓶中，加入 10 mL 蒸馏水、0.4 mL 硫酸（9.3.4），摇匀，加入 2.5 mL 钼酸铵溶液（9.3.7），摇匀，在 20 ℃~30 ℃ 条件下放置 15 min 后，加入 5 mL 草酸-硫酸混合酸（9.3.6），摇匀，加入 2.5 mL 抗坏血酸溶液（9.3.5），用水稀释至标线，摇匀，放置 15 min 后于分光光度计上，波长 680 nm~700 nm 处进行测定，绘制工作曲线或直接读取仪器显示的浓度。

9.5.2 测定

9.5.2.1 称取约 0.5 g（精确至 0.1 mg）试样，置于盛有 3 g（精确至 0.1 mg）硼砂-碳酸钠混合熔剂（9.3.1）的铂坩埚中，搅拌均匀后再覆盖 1 g（精确至 0.1 mg）的混合熔剂，加盖并留有缝隙，将坩埚送入高温炉中，在 1 000 ℃±10 ℃ 熔融 30 min，取出，旋转坩埚，使熔融物附于坩埚内壁，冷却，用水洗净坩埚外壁，放入盛有煮沸的 50 mL 盐酸（9.3.2）的塑料杯中，不断搅拌，待熔块溶解后，洗出坩埚，冷却至室温，移入 100 mL 容量瓶中，用水稀释至标线，摇匀。转移至干燥的塑料瓶中备用。

9.5.2.2 分取 10.00 mL 上述试液，置于 50 mL 容量瓶中，用氨水（9.3.3）调节至沉淀出现，滴加硫酸（9.3.4）使沉淀消失并过量 0.4 mL，加入 2.5 mL 钼酸铵溶液（9.3.7），摇匀，在 20 ℃~30 ℃ 条件下放置 15 min 后，加入 5 mL 草酸-硫酸混合酸（9.3.6），摇匀，加入 2.5 mL 抗坏血酸溶液（9.3.5），用水稀释至标线，摇匀，放置 15 min 后于分光光度计上、波长 680 nm~700 nm 处进行测定，在工作曲线上查出相应的二氧化硅的浓度或直接读取仪器显示的浓度。

9.6 分析结果计算

二氧化硅的含量（质量分数）按公式（7）计算：

$$\omega(\text{SiO}_2) = \frac{m_2 \times V_s \times 10^{-6}}{m_s \times V_8} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (7)$$

式中：

- $\omega(\text{SiO}_2)$ —— 二氧化硅的含量（质量分数）；
- m_2 —— 待测溶液中二氧化硅的质量，单位为微克（ μg ）；
- V_s —— 试液总体积，单位为毫升（mL）；
- m_s —— 试样质量，单位为克（g）；
- V_8 —— 分取试液的体积，单位为毫升（mL）。

9.7 允许差

取平行测定结果的算术平均值作为测定结果，2 次平行测定结果的允许差不应大于表 8 中的规定，否则应重新称样再次进行测定，测定结果按 GB/T 8170 修约至小数点后两位。

表 8 测定结果允许差

二氧化硅含量（质量分数）	允许差	
	同一实验室	不同实验室
<1.0%	25%	30%
1.0%~2.0%	15%	16%
>2.0%~5.0%	6%	8%

10 二氧化钛比色法的测定

10.1 测定范围

二氧化钛含量（质量分数）的测定范围为 0.005 0%~5.0%。

10.2 原理

在 0.1 mol/L~4 mol/L 的盐酸介质中，二安替比林甲烷与四价钛离子生成黄色络合物，在分光光度计上于波长 390 nm 处进行测定。

10.3 试剂

10.3.1 盐酸（1+1）。

10.3.2 抗坏血酸溶液（10 g/L）：现用现配。

10.3.3 二安替比林甲烷溶液（50 g/L）：准确称取 5.000 0 g 二安替比林甲烷溶于 100 mL 盐酸（1+5）中。

10.3.4 二氧化钛标准溶液 [$c(\text{TiO}_2) = 100.0 \mu\text{g/mL}$]：准确称取 0.100 0 g 经 950 °C~1 000 °C 灼烧 2 h 的二氧化钛于铂坩埚中，加 2 g~3 g（精确至 0.1 mg）焦硫酸钾，置于电炉上熔至熔融状态后，移入 700 °C±20 °C 高温炉内熔融 10 min，取出冷却至室温，放入预先盛有 50 mL 硫酸（1+1）的 400 mL 烧杯中，加热溶解，洗出坩埚，冷却至室温后移入 1 000 mL 容量瓶中，用水稀释至标线，摇匀。或使用市售有证标准溶液。

10.3.5 二氧化钛标准溶液 [$c(\text{TiO}_2) = 20.0 \mu\text{g/mL}$]：移取 20.00 mL 二氧化钛标准溶液（10.3.4），置于 100 mL 容量瓶中，用水稀释至标线，摇匀备用。

10.4 仪器设备

10.4.1 分析天平：最小分度值为 0.1 mg。

10.4.2 分光光度计：波长范围为 380 nm~780 nm。

10.5 分析步骤

10.5.1 工作曲线的绘制

移取 0 mL、0.10 mL、0.20 mL、0.40 mL、0.80 mL、1.00 mL、2.00 mL 二氧化钛标准溶液（10.3.5），分别置于 50 mL 容量瓶中，加入 10 mL 盐酸（10.3.1）、4 mL 抗坏血酸溶液（10.3.2），摇匀，放置 5 min 后，加入 10 mL 二安替比林甲烷溶液（10.3.3），用水稀释至标线，摇匀，放置 1 h 后于分光光度计上，波长 390 nm 处进行测定，绘制工作曲线或直接读取仪器显示的浓度。

10.5.2 测定

分取 5.00 mL~25.00 mL 试液 A（6.5.1）或试液 B（7.5.1）置于 50 mL 容量瓶中，加入 10 mL 盐酸（10.3.1）、4 mL 抗坏血酸溶液（10.3.2），摇匀，放置 5 min 后，加入 10 mL 二安替比林甲烷溶液（10.3.3），用水稀释至标线，摇匀，放置 1 h 后于分光光度计上、波长 390 nm 处进行测定。在工作曲线上查出相应的二氧化钛的浓度或直接读取仪器显示的浓度。

10.6 分析结果计算

二氧化钛的含量（质量分数）按公式（8）计算：

$$\omega(\text{TiO}_2) = \frac{m_3 \times V_8 \times 10^{-6}}{m_s \times V_9} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (8)$$

式中：

- $\omega(\text{TiO}_2)$ —— 二氧化钛的含量（质量分数）；
- m_3 —— 待测溶液中二氧化钛的质量，单位为微克（ μg ）；
- V_s —— 试液总体积，单位为毫升（mL）；
- m_s —— 试样质量，单位为克（g）；
- V_9 —— 分取试液的体积，单位为毫升（mL）。

10.7 允许差

取平行测定结果的算术平均值作为测定结果，2次平行测定结果的允许差不应大于表9中的规定，否则应重新称样再次进行测定，测定结果按GB/T 8170修约至小数点后两位。

表9 测定结果允许差

二氧化钛含量（质量分数）	允许差	
	同一实验室	不同实验室
<1.0%	25%	30%
1.0%~2.0%	15%	16%
>2.0%~5.0%	6%	8%

11 氯离子比浊法的测定

11.1 测定范围

氯离子含量（质量分数）的测定范围为0.001 0%~0.50%。

11.2 原理

在微酸性的硝酸溶液中，氯离子与银离子生成乳白色的氯化银沉淀，于分光光度计上波长490 nm处进行测定。

11.3 试剂

11.3.1 水：无氯离子水（本方法试验用水均为此水）。

11.3.2 硝酸（1+1）。

11.3.3 硝酸银溶液（20 g/L）：准确称取2.000 0 g硝酸银溶于100 mL水中，加2 mL硝酸，摇匀，贮存于棕色瓶中备用。

11.3.4 氯离子标准溶液 [$c(\text{Cl}^-) = 100.0 \mu\text{g/mL}$]：准确称取0.177 2 g经105℃~110℃干燥2 h的氯化钠，置于100 mL烧杯中，加水溶解，移入1 000 mL容量瓶中，用水稀释至标线，摇匀备用。或使用市售有证标准溶液。

11.3.5 氯离子标准溶液 [$c(\text{Cl}^-) = 10.0 \mu\text{g/mL}$]：移取50.00 mL氯离子标准溶液（11.3.4）于500 mL容量瓶中，用水稀释至标线，摇匀备用。

11.4 仪器设备

11.4.1 分析天平：最小分度值为0.1 mg。

11.4.2 分光光度计：波长范围为380 nm~780 nm。

11.5 分析步骤

11.5.1 工作曲线的绘制

移取 0 mL、0.50 mL、1.00 mL、1.50 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL 氯离子标准溶液 (11.3.5) 分别置于 50 mL 比色管中, 加入 6 mL 硝酸 (11.3.2), 边加边摇, 加入 5 mL 硝酸银溶液 (11.3.3), 立即用水稀释至标线, 摇匀, 置于 40 °C 的电热干燥箱中保温 30 min, 取出迅速冷却至室温, 于分光光度计上波长 490 nm 处, 40 min 内完成测定, 绘制工作曲线或直接读取仪器显示的浓度。

11.5.2 测定

11.5.2.1 称取约 2 g (精确至 0.1 mg) 试样, 置于 100 mL 烧杯中, 加入 10 mL 水、15 mL 硝酸 (11.3.2) 盖上表面皿, 置于电热板上煮沸 5 min~8 min (温度不宜过高), 冷却至室温, 移入 50 mL 容量瓶中, 用水稀释至标线, 摇匀, 澄清备用。

11.5.2.2 分取 25.00 mL 上述溶液的上层清液于 50 mL 比色管中, 加入 4 mL 硝酸 (11.3.2), 边加边摇, 加入 5 mL 硝酸银溶液 (11.3.3), 立即用水稀释至标线, 摇匀, 置于 40 °C 的电热干燥箱中保温 30 min, 取出迅速冷却至室温, 在波长 490 nm 处、40 min 内完成测定。在工作曲线上查出相应的氯离子的浓度或直接读取仪器显示的浓度。

11.6 分析结果计算

氯离子的含量 (质量分数) 按公式 (9) 计算:

$$\omega(\text{Cl}^-) = \frac{m_4 \times V_s \times 10^{-6}}{m_s \times V_{10}} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (9)$$

式中:

- $\omega(\text{Cl}^-)$ —— 氯离子的含量 (质量分数);
- m_4 —— 待测溶液中氯离子的质量, 单位为微克 (μg);
- V_s —— 试液总体积, 单位为毫升 (mL);
- m_s —— 试样质量, 单位为克 (g);
- V_{10} —— 分取试液的体积, 单位为毫升 (mL)。

11.7 允许差

取平行测定结果的算术平均值作为测定结果, 2 次平行测定结果的允许差不应大于表 10 中的规定, 否则应重新称样再次进行测定, 测定结果按 GB/T 8170 修约至小数点后两位。

表 10 测定结果允许差

氯离子含量 (质量分数)	允许差	
	同一实验室	不同实验室
<0.010%	40%	45%
0.010%~0.050%	30%	35%
>0.050%~0.50%	10%	15%

12 碳和硫的测定

12.1 测定范围

碳含量（质量分数）的测定范围为0.001 0%~3.0%。硫含量（质量分数）的测定范围为0.001 0%~0.10%。

12.2 原理

试样在高频感应炉中，经通氧燃烧，其中的碳和硫被氧化成二氧化碳和二氧化硫，利用二氧化碳和二氧化硫分子对不同波长的红外光产生吸收，经红外检测器进行光电转换，直接测定试样中碳和硫的含量（质量分数）。

12.3 试剂

12.3.1 标准钢样：含碳量为0.004%~3.0%，含硫量为0.008%~0.10%。

12.3.2 助熔剂：高纯铜粉或铁-钨合金粉。

12.3.3 氧气：含量大于99.9%。

12.4 仪器设备

12.4.1 分析天平：最小分度值为0.1 mg。

12.4.2 高频红外碳硫分析仪。

12.4.3 专用瓷坩埚：于1100℃的高温炉中灼烧1 h~2 h，取出置于干燥器中冷却备用。

12.5 分析步骤

12.5.1 打开仪器电源开关，预热2 h，调整好仪器。

12.5.2 在3个~5个专用瓷坩埚内分别称取约0.5 g（精确至0.1 mg）的标准钢样，加入约3 g（精确至0.1 mg）助熔剂，分别推入高频燃烧器中，通入氧气气流，燃烧。根据显示数据，迅速进行校准仪器的操作。

12.5.3 仪器校准后，不应再做调整，在专用瓷坩埚中预先加入约1.5 g（精确至0.1 mg）助熔剂，摇动使其平整，称取约0.5 g（精确至0.1 mg）的试样置于其中，再均匀覆盖约1.5 g（精确至0.1 mg）助熔剂，推入高频燃烧器中，测定碳和硫的含量（质量分数）。

12.6 允许差

取平行测定结果的算术平均值作为测定结果，2次平行测定结果的允许差不应大于表11中的规定，否则应重新称样再次进行测定，测定结果按GB/T 8170修约至小数点后两位。

表11 测定结果允许差

元素	含量（质量分数）	允许差	
		同一实验室	不同实验室
C	<0.005%	15%	20%
	0.005%~0.05%	10%	15%
	>0.05%~1.0%	8%	12%
	>1.0%~3.0%	5%	10%

表 11 测定结果允许差 (续)

元素	含量 (质量分数)	允许差	
		同一实验室	不同实验室
S	<0.005%	7%	12%
	0.005%~0.03%	5%	10%
	>0.03%~0.1%	3%	5%

13 pH 值的测定

13.1 测定范围

pH 值为 1.00~14.00。

13.2 原理

试样用水 (pH=7.0) 浸泡 3 min~5 min 后, 在 pH 计上测定其浸泡液的 pH 值。

13.3 试剂

pH 标准液: pH=4.00、pH=6.86、pH=9.18。此处 pH 值均为 25℃ 时 pH 标准溶液的定值。

13.4 仪器设备

13.4.1 pH 计: 精度不低于 0.01。

13.4.2 分析天平: 最小分度值为 0.1 mg。

13.5 分析步骤

称取约 2.0 g (精确至 0.1 mg) 试样于 100 mL 烧杯中, 加入 50 mL 水 (pH=7.0), 用玻璃棒搅拌 3 min~5 min, 以 pH=6.86 和 pH=4.00 的标准液校正 pH 计后, 测定待测溶液的 pH 值。若待测溶液为碱性, 则应用 pH=6.86 和 pH=9.18 的标准液校正 pH 计。

14 烧失量的测定

14.1 测定范围

烧失量大于或等于 0.050%。

14.2 原理

试样置于瓷 (铂) 坩埚中, 在 980℃~1 000℃ 灼烧至恒重时, 所失去的质量即为烧失量。

14.3 仪器设备

14.3.1 分析天平: 最小分度值为 0.1 mg。

14.3.2 高温炉: 室温至 1 000℃, 控温精度 $\pm 10^\circ\text{C}$ 。

14.4 分析步骤

称取 1 g~2 g (精确至 0.1 mg) 试样, 置于已恒重的瓷 (铂) 坩埚中, 加盖, 放入高温炉中, 逐渐

升温到 980 ℃~1 000 ℃灼烧 2 h，取出稍凉，放入干燥器中冷却至室温后称重，再在同样温度下反复灼烧，直至恒重。

14.5 分析结果计算

烧失量按公式（10）计算：

$$\omega_{LOI} = \frac{m_s + m_5 - m_6}{m_s} \times 100\% \quad \cdots \cdots \cdots (10)$$

式中：

- ω_{LOI} —— 烧失量；
- m_s —— 试样质量，单位为克（g）；
- m_5 —— 空坩埚质量，单位为克（g）；
- m_6 —— 灼烧后残渣加坩埚质量，单位为克（g）。

14.6 允许差

取平行测定结果的算术平均值作为测定结果，2 次平行测定结果的允许差不应大于表 12 中的规定，否则应重新称样再次进行测定，测定结果按 GB/T 8170 修约至小数点后两位。

表 12 测定结果允许差

烧失量	允许差	
	同一实验室	不同实验室
≤1.0%	25%	30%
>1.0%	20%	25%

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
刚玉粉化学分析方法
GB/T 9489—2024

*

中国标准出版社出版发行
北京市朝阳区和平里西街甲2号(100029)
北京市西城区三里河北街16号(100045)

网址 www.spc.net.cn

总编室：(010) 68533533 发行中心：(010) 51780238

读者服务部：(010) 68523946

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
各地新华书店经销

*

开本 880×1230 1/16 印张 1.75 字数 36 千字
2024年11月第一版 2024年11月第一次印刷

*

书号：155066·1-77140 定价 49.00 元



GB/T 9489-2024



如有印装差错 由本社发行中心调换
版权专有 侵权必究
举报电话：(010) 68510107