

前 言

本标准是由推荐性化工行业标准 HG/T 2957.6—1984《明矾石矿石化合水含量的测定 重量法》修订而成。

本标准自实施之日起,同时代替 HG/T 2957.6—1984。

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。

本标准负责起草单位:化工部连云港设计研究院。

本标准主要起草人:王和平、张晓梅。

本标准于1966年首次发布为化工部部颁标准 HG 1-353—66《明矾石统一分析方法》,1984年发布为国家标准 GB 4581.6—84《明矾石矿石化合水含量的测定 重量法》,1997年调整为推荐性化工行业标准,原国家标准 GB 4581.6—84 废止,重新编号为 HG/T 2957.6—1984。

明矾石矿石中化合水含量的测定 重量法

1 范围

本标准规定了灼烧失重量法测定化合水含量。

本标准适用于明矾石矿石产品中化合水含量的测定。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过 GB/T 1 的本部分的引用而成为本部分的条款。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部分，然而，鼓励根据本部分达成协议的各方研究是否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部分。

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

3 方法提要

试样在 560℃灼烧 3 h，根据失去的质量计算化合水含量，对含黄铁矿的明矾石预先用过氧化氢溶液处理，除去黄铁矿，然后再进行灼烧。

4 试剂和溶液

本标准所用水的规格应符合 GB/T 6682 中三级水，所列试剂，除特殊规定外，均指分析纯试剂。

4.1 过氧化氢溶液:15+85。

4.2 硝酸溶液:1+1。

4.3 硝酸溶液:1+100。

5 仪器

5.1 马弗炉:附温度自动控制器。

5.2 烘箱:附温度自动控制器。

5.3 瓷坩埚:容积 25 mL。

5.4 玻璃坩埚:4 号过滤器，滤板孔径 7 μm~16 μm。

6 试样

试样通过 106 μm 试验筛(GB/T 6003.1)，于 105℃~110℃干燥 2 h 以上，置于干燥器中冷却至室温。

7 分析步骤

7.1 定性检查:

取 1 g 试样于小烧杯中，加 10 mL 硝酸溶液(4.2)，搅拌，盖上表面皿，低温加热，如有棕色气体逸出，按 7.3 测定化合水，否则按 7.2 测定化合水。

7.2 不含黄铁矿试样中化合水的测定

称取 1 g 试样(精确至 0.000 2 g)于预先已灼烧至恒重的瓷坩埚中，置于马弗炉内，从低温升至 560℃，灼烧 3 h。取出稍冷，置于干燥器中冷却 30 min，称量。重复灼烧 20 min，直至恒重。

7.3 含黄铁矿试样中化合水的测定

称取 1 g 试样(精确至 0.000 2 g)于 250 mL 烧杯中,加入 98 mL 过氧化氢溶液(4.1)、2 mL 硝酸溶液(4.2),盖上表面皿,低温加热(40℃~50℃),不时搅拌,作用剧烈时取下,待作用减弱后冷却。用预先干燥至恒重的玻璃坩埚(5.4)抽滤,先以硝酸溶液(4.3)洗涤三次,然后借水流将试样洗入坩埚中,洗净烧杯。最后用水洗坩埚三次。将坩埚放入烘箱中于 120℃ 烘 2 h,取出,置于干燥器中冷却 30 min,称量。重复烘干至恒重。

将玻璃坩埚中的试样用角匙轻轻刮出,并用毛刷尽量刷下玻璃坩埚壁上的试样。称量后倾入预先已灼烧至恒重的瓷坩埚中,置于马弗炉内,从低温升至 560℃,灼烧 3 h,取出稍冷,置于干燥器中冷却 30 min,称量。重复灼烧 20 min,直至恒重。

8 分析结果的表述

8.1 以质量百分数表示的不含黄铁矿试样中化合水(H_2O^+)含量(X_1)按式(1)计算:

$$X_1 = \frac{m_1 - m_2}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

m_1 ——灼烧前试样和瓷坩埚的质量,单位为克(g);

m_2 ——灼烧后试样和瓷坩埚的质量,单位为克(g);

m ——试样的质量,单位为克(g)。

8.2 以质量百分数表示的含黄铁矿试样中化合水(H_2O^+)含量(X_2)按式(2)计算:

$$X_2 = \frac{(m_1 - m_2) \times (w_1 / w_2)}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中:

m_1 ——灼烧前试样和瓷坩埚的质量,单位为克(g);

m_2 ——灼烧后试样和瓷坩埚的质量,单位为克(g);

w_1 ——玻璃坩埚中的烘干试样质量,单位为克(g);

w_2 ——称入瓷坩埚中的烘干试样质量,单位为克(g);

m ——原始试样的质量,单位为克(g)。

9 允许差

取平行分析结果的算术平均值为最终分析结果。平行分析结果的绝对差值应不大于表 1 所列允许差。

表 1 允许差

化合水(H_2O^+)含量, %	允许差, %
≤ 5.00	0.30
> 5.00	0.40