

JB

中华人民共和国机械行业标准

JB/T 5893.6—1991

电瓷用原料 钾长石化学分析方法

1991-10-24 发布

1992-10-01 实施

中华人民共和国机械电子工业部 发布

电瓷用原料 钾长石化学分析方法

1 主题内容与适用范围

本标准制定了钾长石的烧失量、二氧化硅、三氧化二铁、二氧化钛、三氧化二铝、氧化钙、氧化镁、氧化钾、氧化钠的化学分析方法。

本标准适于电瓷用钾长石化学成分的分析。

2 一般规定

2.1 所用分析天平的感量为 0.0001g，天平砝码应定期进行检定。

2.2 称取试样时读数应精确至 0.0001g。“恒量”系指连续两次称量之差不大于 0.0002g。

2.3 所用仪器和量器应经过校正。

2.4 分析用试样，应于烘箱中在 105~110℃温度范围内烘干 2h 以上。然后放入干燥器中，冷却至室温后，进行称量。

2.5 分析用水，应为二次蒸馏水或去离子水（电阻率大于 $1.0\text{M}\Omega \cdot \text{cm}$ ）；所用试剂应为分析纯或优级纯；用于标定溶液浓度的试剂应为基准试剂；对水和试剂应做空白试验。

2.6 标准中规定的试剂浓度，采用下列表示方法。

2.6.1 当直接用名称表示酸和氢氧化铵时，系指符合下列百分浓度的试剂：

试剂名称	试剂浓度 %
盐 酸	36~38
氢 氟 酸	40 以上
硝 酸	65~68
硫 酸	95~98
氢氧化铵	25~28

2.6.2 被稀释的酸和氢氧化铵浓度，以如下形式表示：如盐酸（5+95），系指 5 份体积的浓盐酸（36%~38%）加 95 份体积的水配制成的溶液。

2.6.3 固体试剂配制的溶液浓度，用质量/体积（m/V）百分浓度表示（作标准溶液时除外）。例如：10%氯化钠是指 10g 氯化钠溶于 100ml 水而制成的溶液。在没有特别指明溶剂时，均以水为溶剂。

2.7 对光度法测量的参比溶液作如下规定。

2.7.1 制作标准曲线时所用“试剂空白溶液”，是指第一只容量瓶中不含待测元素的溶液。

2.7.2 试样分析时所用“空白试验”，是指按试样测定分析步骤所得不含试样的溶液。

2.8 允许差系指同一试样，在同一试验室，应由同一人在不同时间内进行两次测定值的绝对误差。

3 试样的制备

抽取的样品必须混合均匀，并能代表平均组成，没有外来杂质混入。将此样品经过缩分，最后得到约 20g 试样。在玛瑙乳钵中研磨至全部通过 $75\mu\text{m}$ 孔径筛，然后装入称量瓶中备用。

4 烧失量(I. L)的测定

4.1 方法提要

将试样置于 950~1000℃ 温度范围内灼烧至恒量时的减量。

4.2 分析步骤

称取 1g 试样于已恒量的铂坩埚中，放入高温炉内，从室温开始升温，于 950~1000℃ 温度范围内灼烧 1h。取出，稍冷，置于干燥器中冷却至室温，称量。反复灼烧。直至恒量。烧失量百分含量按 (1) 式计算：

$$I \cdot L = \frac{m - m_1}{m} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中：m —— 灼烧前试样质量，g；

m₁ —— 灼烧后试样质量，g。

5 二氧化硅的测定

5.1 方法提要

试样用无水碳酸钠在高温下熔融后，盐酸浸取，蒸于脱水，以盐酸溶解盐类，过滤并灼烧成二氧化硅。然后用氢氟酸处理，使硅以四氟化硅的形式除去。氢氟酸处理前后的质量差为沉淀中二氧化硅量。用硅钼蓝光度法测定滤液中二氧化硅量。两者相加为试样中二氧化硅量。

5.2 试剂

硝酸银溶液 (1%)：称取 0.5g 硝酸银溶于 50ml 水中，加 0.5ml 硝酸，混匀，贮于 60ml 棕色滴瓶中；

无水碳酸钠：优级纯；

盐酸：(1+1)、(1+11)、(5+95)；

硝酸：(1+1)；

钼酸铵溶液 (5%)：贮于塑料瓶中；

抗坏血酸溶液 (2%)：使用时配制；

氟化钾溶液 (2%)：称取 2g 氟化钾 (KF·2H₂O) 于塑料杯中，加 100ml 水溶解，贮于塑料瓶中；

硼酸溶液 (2%)；

对硝基酚指示剂 (0.5%)：称取 0.5g 对硝基酚，溶于 100ml 95% 乙醇中；

氢氧化钾溶液 (20%)：称取 20g 氢氧化钾于塑料杯中，加 100ml 水溶解，贮存于塑料瓶中；

95% 乙醇；

二氧化硅标准溶液：称取 0.1g 预先经 1000℃ 灼烧 1h 高纯石英 (99.99%) 于铂坩埚中，加 1.5g 无水碳酸钠，混匀。在 2~2.5h 内，由室温逐渐升高温度至 980℃，并维持 5min，冷却。用热水浸取溶块于 300ml 塑料杯中，加入 150ml 沸水，搅拌使其溶解，此时溶液应是澄清的，冷却。转入 1L 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀后立即转入塑料瓶中贮存。此溶液每毫升含 0.1mg 二氧化硅。

5.3 仪器

分光光度计。

5.4 分析步骤

5.4.1 空白试验

随同试样进行空白试验，所用试剂须取自同一试剂瓶。

5.4.2 硅钼蓝光度法标准曲线的绘制

准确移取二氧化硅标准溶液 20ml 于 100ml 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。此溶液每毫升含 20μg 二氧化硅，使用时现配。

准确移取上述现配的二氧化硅标准溶液 (20μg/ml) 0.00、1.00、2.00、3.00、4.00、5.00ml 分别置于一组 100ml 塑料杯中，各加 10ml 盐酸 (1+11)，加 5ml 氟化钾溶液 (2%)，混匀，放置 30min。加 5ml 硼酸溶液 (2%)，加一滴对硝基酚指示剂 (0.5%)，滴加氢氧化钾溶液 (20%)，至溶液变黄，加 8ml 盐

酸(1+11),分别转入100ml容量瓶中。加8ml乙醇(95%),5ml钼酸铵溶液(5%),混匀。静置适当时间(低于20℃时25~30min;20~30℃时20min;30℃以上时10min)。用水稀释至约90ml,加5ml抗坏血酸溶液(2%),用水稀释至刻度,摇匀。1h后,于分光光度计上,以试剂空白溶液作参比,选用30mm比色皿,于波长660nm处测量吸光度。按测得吸光度与系列溶液的浓度关系绘制标准曲线。

5.4.3 测定

称取0.5g试样,置于铂坩埚中。加3g无水碳酸钠,混匀,再加1g无水碳酸钠铺其表面,盖上铂盖,并稍留缝隙。移入高温炉中,由低温升至950~1000℃温度范围内熔融30min,取出冷却至室温。往铂坩埚中加入10~15ml沸水,用扁头玻璃棒轻轻搅动铂坩埚内的熔块,使其脱至150ml带柄瓷蒸发皿中。用热水及盐酸(1+1)洗净铂坩埚及铂盖,加25ml盐酸,迅速盖好表面皿。待熔块完全分解不再冒气泡后,用热水洗净表面皿。将带柄瓷蒸发皿移至水浴上蒸发,并随时用扁头玻璃棒压碎析出的盐类,直至蒸发到无盐酸气味。将瓷蒸发皿置于烘箱内,于130~135℃温度范围内烘1h。取出瓷蒸发皿,稍冷,加10ml盐酸瓷蒸发皿中,充分搅拌,静置5min。加60~70ml沸水,用扁头玻璃棒充分搅拌并压碎沉淀,使可溶性盐类溶解。用慢速定量滤纸过滤,滤液用250ml容量瓶承接。用热盐酸(5+95)洗涤沉淀3次,再用热水洗至无氯离子(用1%硝酸银溶液检查)。

将沉淀连同滤纸置于铂坩埚中,并滴加3滴硫酸(1+1),于电炉上烘干碳化后,移入高温炉中,先低温(500~600℃)灰化,然后于950~1000℃温度范围灼烧1h;取出,稍冷后置于干燥器中,冷至室温后进行称量。如此反复灼烧直至恒量。

将铂坩埚内经灼烧后的沉淀,用数滴水润湿,加2~3滴硫酸(1+1)及5~7ml氢氟酸,于砂浴上蒸发至干,再重复处理一次,继续加热至冒尽三氧化硫白烟为止。将铂坩埚置于高温炉内,于950~1000℃温度范围内灼烧15min。取出,置于干燥器中,冷却至室温,称量。如此反复操作,直至恒量。

在经氢氟酸处理后的铂坩埚中,加入1g无水碳酸钠,加铂盖置于950~1000℃的高温炉内熔融,待碳酸钠呈流体时,用带有铂头的坩埚钳夹住铂坩埚,仔细进行旋转,使熔融体沿坩埚内壁流动,并遍及残渣所至之处。重新盖好铂盖,将铂坩埚置于950~1000℃的高温炉内,熔融15min。取出并迅速旋转,使熔融体均匀地分布于铂坩埚内壁,冷却。用沸水洗净铂坩埚及盖,待熔融物溶解后,用盐酸酸化,冷至室温,并入二氧化硅的滤液中,用水稀释至刻度,混匀。供测定铁、铝、钛、钙、镁及滤液中的硅量。

准确吸取上述除硅的滤液10ml于100ml塑料杯中,加5ml氯化钾溶液(2%),混匀,放置30min。加5ml硼酸溶液(2%)及一滴对硝基酚指示剂(0.5%),滴加氢氧化钾溶液(20%)至溶液呈黄色,加8ml盐酸(1+11)转入100ml容量瓶中。加8ml乙醇(95%),4ml钼酸铵溶液(5%),混匀。静置适当时间(低于20℃时25~30min;20~30℃时20min;30℃以上时10min)。用水稀释至近90ml,加5ml抗坏血酸溶液(2%),用水稀释至刻度,混匀。1h后,于分光光度计上,以空白试验作参比,选用30mm比色皿,于波长660nm处测量吸光度。从标准曲线上查出相应的二氧化硅量。

二氧化硅的百分含量按(2)式计算:

$$\text{SiO}_2(\text{百分含量}) = \frac{(m_1 - m_2) + B \times \frac{250}{10}}{m} \times 100 \quad \text{..... (2)}$$

式中: m_1 ——沉淀及铂坩埚的质量, g;

m_2 ——氢氟酸处理并灼烧后的残渣及铂坩埚的质量, g;

m ——试样质量, g;

B ——硅钼蓝光度法测得二氧化硅的质量, g;

250——试液的总体积, ml;

10——分取试液的体积, ml。

注: 厂、矿在内部进行二氧化硅量测定时,可采用其它等效(其允许差符合本标准)的方法。如发生质疑时,必须采用本方法进行仲裁分析。

6 三氧化二铁的测定

6.1 方法 I

6.1.1 方法提要

用盐酸羟胺将铁(Ⅲ)还原为铁(Ⅱ)。在弱酸性溶液中,铁(Ⅱ)与邻二氮杂菲形成橙红色络合物,于分光光度计波长 510nm 处,测量其吸光度。

6.1.2 试剂

盐酸(1+1);

盐酸羟胺溶液(10%);

邻二氮杂菲溶液(1%);用乙醇(1+1)配制;

乙酸铵溶液(20%);

三氧化二铁标准溶液甲:称取 0.1g 预先在 600℃灼烧 30min 的三氧化二铁(99.99%)于烧杯中,加少许水润湿,加 20ml 盐酸(1+1),在电炉上加热溶解至溶液清亮,冷至室温,移入 1L 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液每毫升含 0.1mg 三氧化二铁。将此三氧化二铁标准溶液转入塑料瓶中贮存。

三氧化二铁标准溶液乙:准确移取 50ml 三氧化二铁标准溶液甲于 500ml 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液每毫升含 10μg 三氧化二铁,使用时配制。

6.1.3 仪器

分光光度计。

6.1.4 分析步骤

6.1.4.1 空白试验

随同试样进行空白试验,所用试剂须取自同一试剂瓶。

6.1.4.2 邻二氮杂菲光度法标准曲线的绘制

准确移取 0.00、2.00、4.00、6.00、8.00、10.00ml 三氧化二铁标准溶液乙,分别置于一组 100ml 容量瓶中,加水约 50ml,加 5ml 盐酸羟胺溶液(10%),5ml 邻二氮杂菲溶液(1%),10ml 乙酸铵溶液(20%),用水稀释至刻度,混匀。放置 30min,用 30mm 比色皿,于分光光度计上 510nm 处,以试剂空白作参比,测量其吸光度。按测得吸光度与系列溶液的浓度关系绘制标准曲线。

6.1.4.3 测定

准确移取 20ml 除硅的滤液于 100ml 容量瓶中,加水约 50ml,加 5ml 盐酸羟胺溶液(10%),5ml 邻二氮杂菲溶液(1%),10ml 乙酸铵溶液(20%),用水稀释至刻度,混匀,放置 30min,用 30mm 比色皿,于分光光度计上 510nm 处,以空白试剂作参比,测量其吸光度。从标准曲线上查出相应的三氧化二铁量。

三氧化二铁的百分含量按(3)式计算:

$$\text{Fe}_2\text{O}_3 \text{ (百分含量)} = \frac{m_1 \times 10^{-4}}{\frac{20}{250}m} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (3)$$

式中: m_1 ——从标准曲线上查得三氧化二铁的质量, μg;

m ——试样质量, g;

20 ——分取试液的体积, ml;

250 ——试液的总体积, ml。

6.2 方法 II

6.2.1 方法提要

将除硅的滤液,于原子吸收分光光度计波长 248.3nm 处,以空气—乙炔火焰测定铁的吸光度。

6.2.2 试剂

盐酸:(1+1)、优级纯;

三氧化二铁标准溶液:同第 6.1.2 条三氧化二铁标准溶液甲(每毫升含 0.1mg 三氧化二铁);

三氧化二铁标准系列溶液：准确移取 0、2.00、5.00、10.00、15.00、20.00ml 上述标准溶液，分别置于预先盛有空白试验的一组 250ml 容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀。分别移入 250ml 的塑料瓶中。此标准系列溶液，每毫升分别含有 0.0、0.8、2.0、4.0、6.0、8.0 μ g 三氧化二铁。

6.2.3 仪器

原子吸收分光光度计

6.2.4 分析步骤

6.2.4.1 空白试验

随同试样进行空白试验，所用试剂须取自同一试剂瓶。

6.2.4.2 测定

将原子吸收分光光度计按所用仪器的使用规程调整到工作状态。选择适当的仪器参数（狭缝宽度、灯电流、燃烧器高度、火焰状态、增益放大、对数转换、标尺扩展等），使用铁元素空心阴极灯，以空气—乙炔火焰，于 248.3nm 波长处，按如下操作测定三氧化二铁。

喷雾标准系列的零溶液，使仪器调零；

喷雾试样溶液，读取吸光度（D）

从标准系列溶液中：选取比试样溶液浓度略小的标准溶液进行喷雾，读取吸光度（ D_1 ），再选取比试样溶液浓度略大的标准溶液进行喷雾，读取吸光度（ D_2 ）。

三氧化二铁的百分含量按（4）式计算：

$$\text{Fe}_2\text{O}_3 \text{ (百分含量)} = \frac{[C_1 + (C_2 - C_1) \cdot \frac{D - D_1}{D_2 - D_1}] \times V \times 10^{-8}}{m} \times 100\% \quad \text{..... (4)}$$

式中： C_1 —— 比试样溶液浓度略小的标准溶液浓度； μ g/ml；

C_2 —— 比试样溶液浓度略大的标准溶液浓度， μ g/ml；

V —— 试样溶液的总体积，ml；

m —— 试样质量，g。

7 二氧化钛的测定

7.1 方法提要

准确移取除硅的滤液，在强酸性介质中，钛与二安替比林甲烷形成黄色络合物，于分光光度计上波长 385 或 430nm 处，测量其吸光度。

三价铁的干扰，加入抗坏血酸消除。

7.2 试剂

焦硫酸钾：固体，优级纯；

盐酸：（1+1）；

硫酸：（1+1）；

抗坏血酸溶液（2%）：使用时配制；

二安替比林甲烷溶液（4%）：用盐酸（1+23）配制；

二氧化钛标准贮存溶液：称取 0.1g 预先经 950℃ 灼烧 1h 的二氧化钛（光谱纯）于铂坩埚中，加约 3g 焦硫酸钾，先在电炉上熔融，再移到喷灯上熔至呈透明状态。放冷后，用 20ml 热硫酸（1+1）浸取熔块于预先盛有 80ml 硫酸（1+1）的烧杯中，加热溶解。冷却后，转入 1L 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。贮存于塑料瓶中，此溶液每毫升含 0.1mg 二氧化钛。

二氧化钛标准溶液：准确移取 50ml 二氧化钛标准贮存溶液，于 500ml 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀，移入塑料瓶中，此溶液每毫升含 10 μ g 二氧化钛（如有混浊，应弃去）。

7.3 仪器

分光光度计。

7.4 分析步骤

7.4.1 空白试验

随同试样做空白试验，所用试剂须取自同一试剂瓶。

7.4.2 标准曲线的绘制

准确移取 0、0.50、1.00、2.00、4.00、6.00、8.00ml 二氧化钛标准溶液(1ml 含 10 μ g 二氧化钛)分别置于一组 100ml 容量瓶中，加 2ml 抗坏血酸溶液(2%)，混匀，放置 3~5min。加 10ml 二安替比林甲烷溶液(4%)，20ml 盐酸(1+1)，用水稀释至刻度，混匀，放置 40min。用 30mm 比色皿，于分光光度计上波长 385 或 430nm 处，以试剂空白溶液为参比，测量其吸光度，绘制标准曲线。

7.4.3 测定

准确移取除硅的滤液 25ml 于 100ml 容量瓶中，加 2ml 抗坏血酸溶液(2%)，混匀，放置 3~5min，加 10ml 二安替比林甲烷溶液(4%)，16ml 盐酸(1+1)，用水稀释至刻度，混匀，放置 40min。用 30mm 比色皿，于分光光度计上波长 385 或 430nm 处，以空白试验为参比，测量其吸光度。

二氧化钛的百分含量按(5)式计算：

$$T_iO_2 \text{ (百分含量)} = \frac{m_i \times 10^{-4}}{\frac{25}{250}m} \times 100\% \quad \text{..... (5)}$$

式中： m_i ——由标准曲线上查得二氧化钛质量， μ g；

m ——试样质量，g；

25——分取试液的体积，ml；

250——试液的总体积，ml。

8 三氧化二铝的测定

8.1 方法提要

加过量的 EDTA 标准溶液与铝、铁及钛络合，控制溶液的 pH 为 5~6，以二甲酚橙为指示剂，用锌标准溶液滴定剩余的 EDTA，以氟化钾置换与铝、钛络合的 EDTA，继续用锌标准溶液滴定，借此测定三氧化二铝与二氧化钛的含量。从含量中减去经分光光度法测出的二氧化钛量，即得出三氧化二铝的含量。

8.2 试剂

氨水：(1+1)；

盐酸：(1+1)；

六次甲基四胺；

对硝基酚指示剂：(0.1%)；

二甲酚橙指示剂(0.5%)：称取 0.05g 二甲酚橙与 10g 经 500℃灼烧 1h 并在干燥器中冷至室温的氯化钠，一并放入玛瑙研钵内研细混匀，放入称量瓶内，置于干燥器中保存；

乙酸锌标准溶液：称取 4.4g 乙酸锌于 400ml 烧杯中，加水溶解，加入 5ml 冰乙酸，移入 1L 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀，转入塑料瓶中，待标定；

EDTA 标准溶液：称取 7.45g 乙二胺四乙酸二钠于 400ml 烧杯中，加 250ml 热水溶解，待冷至室温后，用水稀释至 1L，转入塑料瓶中，待标定；

铝标准溶液(0.02mol/L)：称取 0.5396g 金属铝箔(99.999%)于 250ml 高型烧杯中，加 25ml 盐酸，5ml 硝酸，盖上表面皿，在电炉上缓慢加热溶解，待金属铝完全溶解后，用水洗净表面皿，继续加热 10min。取下，冷至室温，移入 1L 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀，转入塑料瓶中；

EDTA 标准溶液与乙酸锌标准溶液体积比的测定：从滴定管放出 25ml EDTA 标准溶液于 300ml 锥形瓶中，加 1 滴对硝基酚指示剂(0.1%)，用氨水(1+1)调至溶液呈黄色，再滴加盐酸(1+1)，使溶液变成无色，并过量 2 滴。加 1g 六次甲基四胺，加水约 80ml，二甲酚橙指示剂少许，用乙酸锌标准溶液

滴定,使溶液突变为红色即为终点,记下所消耗乙酸锌标准溶液的毫升数。

EDTA 标准溶液与乙酸锌标准溶液的体积比按 (6) 式计算:

$$K = \frac{25}{V} \quad \text{..... (6)}$$

式中: K —— 每毫升乙酸锌标准溶液相当于乙二胺四乙酸二钠标准溶液的毫升数;

V —— 滴定时消耗乙酸锌标准溶液的体积, ml;

25 —— 从滴定管放出的乙二胺四乙酸二钠标准溶液的毫升数。

EDTA 标准溶液的标定:准确移取 25ml 铝标准溶液于 300 毫升锥形瓶中,从滴定管中放出 EDTA 标准溶液 40ml,在电炉上加热煮沸 1min。取下,加 1 滴对硝基酚指示剂 (0.1%),用氨水 (1+1) 调至溶液呈黄色,再滴加盐酸 (1+1),使溶液变为无色,并过量二滴。再放在电炉上煮沸 5min。流水冷却至室温。加六次甲基四胺 1g,二甲酚橙指示剂 (1%) 少许。用乙酸锌标准溶液滴定,使溶液突变为红色,即为终点。记下所消耗乙酸锌标准溶液的毫升数。

EDTA 标准溶液对三氧化二铝的滴定度按 (7) 式计算:

$$T_{Al_2O_3} = \frac{0.02 \times 50.98}{40 - K \cdot V} \times 25 \quad \text{..... (7)}$$

式中: $T_{Al_2O_3}$ —— 乙二胺四乙酸二钠标准溶液对三氧化二铝的滴定度, mg/ml;

0.02 —— 铝标准溶液浓度, mol/L;

50.98 —— 三氧化二铝摩尔质量的一半, g/mol;

40 —— 从滴定管中放出的乙二胺四乙酸二钠标准溶液的体积, ml;

V —— 所消耗乙酸锌标准溶液的体积, ml;

25 —— 铝标准溶液的体积, ml;

K —— 每毫升乙酸锌标准溶液相当于乙二胺四乙酸二钠标准溶液的毫升数。

8.3 分析步骤

8.3.1 空白试验

随同试样进行空白试验,所用试剂须取自同一试剂瓶。

8.3.2 测定

准确移取 50ml 除硅滤液于 300ml 锥形瓶中,从滴定管放出 EDTA 标准溶液 30ml,在电炉上加热煮沸 1min。取下,加 1 滴对硝基酚指示剂 (0.1%),用氨水 (1+1) 调至溶液呈黄色,再滴加盐酸 (1+1),使溶液变为无色,并过量 2 滴。再放在电炉上煮沸 5min。流水冷却至室温。加六次甲基四胺 1g,二甲酚橙指示剂少许。用乙酸锌标准溶液滴定,使溶液突变为红色。加入氟化钾 1g,继续在电炉上煮沸 1min,取下,流水冷却至室温。用乙酸锌标准溶液滴定至红色,即为终点。记下加氟化钾后所消耗乙酸锌标准溶液的毫升数。

三氧化二铝百分含量按 (8) 式计算:

$$Al_2O_3(\text{百分含量}) = \frac{T_{Al_2O_3}(V - V_0)K}{\frac{50}{250}m \times 1000} \times 100\% - 0.6381 \times TiO_2(\text{百分含量}) \quad \text{..... (8)}$$

式中: $T_{Al_2O_3}$ —— 乙二胺四乙酸二钠标准溶液对三氧化二铝的滴定度, mg/ml;

V_0 —— 滴定空白试验所消耗乙酸锌标准溶液的体积, ml;

V —— 滴定试样溶液所消耗乙酸锌标准溶液的体积, ml;

K —— 每毫升乙酸锌标准溶液相当于乙二胺四乙酸二钠标准溶液的毫升数;

$TiO_2(\text{百分含量})$ —— 试样中二氧化钛的百分含量;

0.6381 —— 二氧化钛换算为三氧化二铝的系数;

m —— 试样质量, g;

50 —— 分取试液的体积, ml

250 —— 试液的总体积, ml。

9 氯化钙、氯化镁的测定

9.1 方法提要

分取除硅的滤液，加氯化铯作释放剂，于原子吸收分光光度计上波长 422.7 的 285.2nm 处，以空气—乙炔火焰分别测量钙、镁的吸光度。

9.2 试剂

盐酸：(1+1) 优级纯；

氯化铯溶液 (10%)：称取 100g 优级纯六水氯化铯 ($\text{SrCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$)，溶于水，移入 1L 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。贮存于塑料瓶中备用；

氧化钙标准贮存溶液：称取 1.7848g 预先在 140℃ 烘 2h 的碳酸钙(基准试剂)，置于 250ml 高型烧杯中，加水约 100ml，盖上表面皿，从杯嘴滴加 10ml 盐酸溶解，加热煮沸以驱尽二氧化碳。取下，冷却，移入 1L 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液每毫升含 1mg 氧化钙。贮存于塑料瓶中；

氧化镁标准贮存溶液：称取经 800—820℃ 灼烧 1h 并冷至室温的基准氧化镁 1.0000g，置于 250mm 高型烧杯中，加水约 50ml，盖上表皿，从杯嘴滴加盐酸 (1+1) 使其完全溶解，加热煮沸片刻。取下，冷却，移入 1L 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液每毫升含 1mg 氧化镁，贮存于塑料瓶中；

氧化钙——氧化镁混合标准溶液：准确移取 100ml 上述氧化钙标准贮存溶液和 10ml 上述氧化镁标准贮存溶液，置于 1L 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液每毫升含 100μg 氧化钙和 10μg 氧化镁，贮存于塑料瓶中。

氧化钙——氧化镁混合标准系列溶液：准确移取 0、1.00、2.00、4.00、6.00、8.00、10.00ml 上述混合标准溶液，分别置于一组 100ml 容量瓶中，加入 25ml 空白试验，5ml 氯化铯溶液 (10%)，以水稀释至刻度，混匀。分别移入 100ml 塑料瓶中。此系列溶液每毫升分别含 0、1.00、2.00、4.00、6.00、8.00、10.00μg 氧化钙和 0、0.10、0.20、0.40、0.60、0.80、1.00μg 氧化镁。

9.3 仪器

原子吸收分光光度计。

9.4 分析步骤

9.4.1 空白试验

随同试样做空白试验，所用试剂须取自同一试剂瓶。

9.4.2 测定

准确移取 25ml 除硅的滤液，置于 100ml 容量瓶中，加入 5ml 氯化铯溶液 (10%)，用水稀释至刻度，混匀。

将原子吸收分光光度计按所用仪器的使用规程调整到工作状态。选择适当的仪器参数(狭缝宽度、灯电流、燃烧器高度、火焰状态、增益放大、对数转换、曲线校直、标尺扩展等)，使用钙、镁元素空心阴极灯，以空气—乙炔火焰，于 422.7、285.2nm 波长处，按如下操作分别测定氧化钙、氧化镁。

喷雾混合标准系列的零溶液，使仪器调零；

喷雾试样溶液，读取吸光度 (D)；

从混合标准系列溶液中，选取比试样溶液浓度略小的标准溶液进行喷雾，读取吸光度 (D_1)。再选取比试样溶液浓度略大的标准溶液进行喷雾，读取吸光度 (D_2)。

氧化钙、氧化镁的百分含量按 (9) 式计算：

$$\text{CaO 或 MgO (百分含量)} = \frac{[C_1 + (C_2 - C_1) \frac{D - D_1}{D_2 - D_1}] \times V \times 10^{-6}}{m} \times 100\% \quad \text{..... (9)}$$

式中： C_1 ——比试样溶液浓度略小的标准溶液浓度，μg/ml；

C_2 ——比试样溶液浓度略大的标准溶液浓度，μg/ml；

V ——测定时试样溶液的体积，ml；

m ——分取的试样质量, g。

10 氯化钾、氯化钠的测定

10.1 方法提要

试样用氢氟酸—硝酸分解,制成盐酸溶液,在火焰光度计上喷雾,火焰激发,待测辐射线经钾、钠干涉滤光片投射至光电池上,转化为光电流,以检流计测定其大小。

10.2 试剂

硝酸: (1+1);

盐酸: (1+1); (1+11);

铝标准溶液: 称取 1g 精铝屑 (99.99%), 置于 250ml 高型烧杯中, 加入盐酸 (1+1) 50ml, 硝酸 (1+1) 5ml, 盖上表皿, 低温加热至全部溶解。取下洗净表皿, 继续加热, 蒸发至干。取下, 冷却。加入 10ml 盐酸, 移入 1L 容量瓶。用水稀释至刻度, 混匀。贮于预先用稀盐酸浸洗净的塑料瓶中。此溶液每毫升含 1mg 铝。

氯化钾标准贮存溶液: 称取 1.5829g 预先在 400~450℃ 灼烧 1.5h 的氯化钾 (基准试剂), 置于 250ml 高型烧杯中, 加水溶解, 移入 1L 容量瓶中, 用水稀释至刻度, 混匀。贮存于预先用稀盐酸浸洗净的塑料瓶中。此溶液每毫升含 1mg 氯化钾;

氯化钠标准贮存溶液: 称取 0.9429g 预先在 400~450℃ 灼烧 1.5h 的氯化钠 (基准试剂), 置于 250ml 高型烧杯中, 加水溶解, 移入 1L 容量瓶中, 用水稀释至刻度, 混匀。贮存于预先用稀盐酸浸洗净的塑料瓶中。此溶液每毫升含 0.5mg 氯化钠;

氯化钾——氯化钠混合标准系列溶液: 从 10ml 半微量滴定管向盛有 50ml 空白试验的 10 个 100ml 容量瓶中, 依次加入 0、5.00、5.30、5.50、5.80、6.00、6.50、6.80、7.00ml 上述氯化钾标准贮存溶液, 从另一支 10ml 半微量滴定管向上述容量瓶中, 依次加入 0、4.60、4.20、4.00、3.60、3.00、2.60、2.00、1.60、1.00ml 上述氯化钠标准贮存溶液。各加 5ml 上述铝标准溶液, 用水稀释至刻度, 混匀。贮存于预先用稀盐酸浸洗净的 100ml 塑料瓶中。此标准系列溶液 100ml 依次含 0、5.00、5.30、5.50、5.80、6.00、6.30、6.50、6.80、7.00mg 氯化钾和 0、2.30、2.10、2.00、1.80、1.50、1.30、1.00、0.80、0.50mg 氯化钠。

10.3 仪器

火焰光度计。

10.4 分析步骤

10.4.1 空白试验

随同试样做空白试验, 所用试剂须取自同一试剂瓶。

10.4.2 测定

称取 0.1g 已烘干的试样于铂皿中, 加 10 滴硝酸 (1+1) 湿润, 再加 10ml 氢氟酸 (40%), 置于沙浴上加热蒸发至干, 再加 5 滴硝酸 (1+1) 和 5ml 氢氟酸 (40%) 蒸干, 继续升高温度烤干 10min。取下冷却, 加入 16ml 盐酸 (1+11), 加热充分溶解。冷却后, 试样溶液移入 200ml 容量瓶, 空白试验移入 100ml 容量瓶, 用水稀释至刻度, 混匀。

将火焰光度计按仪器使用规程调整到工作状态, 按如下操作, 分别使用钾滤光片 (波长 767nm) 测定钾, 钠滤光片 (波长 589nm) 测定钠。

喷雾混合标准系列的零溶液, 使仪器调零;

喷雾试样溶液, 读取检流计读数 (D);

从氯化钾—氯化钠混合标准系列溶液中, 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_1), 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_2)。

氯化钾和氯化钠的百分含量按 (10) 式算:

$$\text{K}_2\text{O 或 Na}_2\text{O (百分含量)} = \frac{[C_1 + (C_2 - C_1) \frac{D - D_1}{D_2 - D_1}] \times 2 \times 10^{-1}}{m} \times 100\% \quad \dots\dots (10)$$

式中： C_1 —— 比试样溶液浓度略小的标准溶液浓度，mg/100ml；

C_2 —— 比试样溶液浓度略大的标准溶液浓度，mg/100ml；

m —— 试样质量，g；

2—— 测定试样溶液的体积与混合标准系列溶液的体积比。

11 分析结果的允许差应符合下表规定

分析结果的允许差

化 学 分 析	含 量 %	允 许 差 %
烧 失 量	≤ 0.50	0.10
	$> 0.50 \sim 1.00$	0.15
SiO ₂	60.00~70.00	0.50
Fe ₂ O ₃	0.050~0.250	0.03
	$> 0.25 \sim 0.50$	0.05
Al ₂ O ₃	17.00~21.00	0.45
TiO ₂	0.010~0.050	0.008
	$> 0.050 \sim 0.100$	0.012
	$> 0.10 \sim 0.50$	0.03
CaO MgO	≤ 0.050	0.015
	$> 0.050 \sim 0.100$	0.020
	$> 0.10 \sim 0.50$	0.05
	$> 0.50 \sim 1.00$	0.10
K ₂ O	> 10.00	0.40
Na ₂ O	$> 1.50 \sim 3.50$	0.15

附加说明：

本标准由全国绝缘子标准化技术委员会提出，机械电子工业部西安电瓷研究所归口。

本标准由西安电瓷研究所负责起草。

本标准主要起草人李光富、皮惠阶。

中 华 人 民 共 和 国
机 械 行 业 标 准
电瓷用原料 钾长石化学分析方法
JB/T 5893.6—1991

•

机械科学研究院出版发行
机械科学研究院印刷
(北京首体南路2号 邮编 100044)

•

开本 880×1230 1/16 印张 X/X 字数 XXX,XXX
19XX 年 XX 月第 X 版 19XX 年 XX 月第 X 印刷
印数 1—XXX 定价 XXX.XX 元
编号 XX—XXX

机械工业标准服务网: <http://www.JB.ac.cn>