

中华人民共和国国家标准

GB/T 14563—2020
代替 GB/T 14563—2008

高岭土及其试验方法

Specification and test method of kaolin clay

2020-06-02 发布

2021-04-01 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	III
1 范围	1
2 规范性引用文件	1
3 产品分类	1
4 要求	2
4.1 产品外观质量要求	2
4.2 理化性能要求	2
4.3 产品水分	4
5 试验方法	5
5.1 外观质量	5
5.2 化学成分的测定	5
5.3 物理性能和水分含量的测定	24
6 检验规则	33
6.1 组批与抽样	33
6.2 样品加工	33
6.3 检验分类	33
6.4 判定规则	34
7 标志、包装、运输和贮存	34
7.1 标志	34
7.2 包装	35
7.3 运输和贮存	35
附录 A (规范性附录) 粒度测定沉降时间计算方法	36



前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准代替 GB/T 14563—2008《高岭土及其试验方法》。本标准与 GB/T 14563—2008 相比,除编辑性修改外主要技术变化如下:

- 修改了范围(见第 1 章,2008 年版的第 1 章);
- 将“按工业用途”修改为“按主要工业用途”;增加了“高岭土产品按工艺分为水洗和煅烧两类”(见 3.1,2008 年版的 3.1);
- 删除了等级;将类别、产品代号、产品名称及主要用途重新作了规定(见表 1,2008 年版的表 1);
- 修改了产品外观质量要求,增加了陶瓷工业用煅烧高岭土外观质量要求(见 4.1,2008 年版的 4.1);
- 修改了造纸工业用高岭土和煅烧高岭土产品理化性能要求(见 4.2.1,2008 年版的 4.2.1);
- 修改了搪瓷工业用高岭土产品理化性能要求(见 4.2.2,2008 年版的 4.2.2);
- 修改了橡塑工业用高岭土粉和煅烧高岭土粉理化性能要求(见 4.2.3,2008 年版的 4.2.3);
- 修改了陶瓷工业用高岭土理化性能要求;增加了陶瓷工业用煅烧高岭土理化要求(见 4.2.4,2008 年版的 4.2.4);
- 修改了涂料行业用水洗高岭土和煅烧高岭土理化性能要求(见 4.2.5,2008 年版的 4.2.5);
- 将“将按照 6.1 和 6.2 采取和加工的样品”修改为“将按照 6.1 和 6.2 抽样和加工的样品”(见 5.2.2,2008 年版的 5.2.2);
- 将试剂和仪器设备调整至各项测定方法;将“精密度”修改为“允许差”;增加了取两个平行测定结果的算术平均值作为报告值(见 5.2,2008 年版的 5.2);
- 删除了二氧化硅的测定的方法提要(见 2008 年版的 5.2.3.3);
- 将“氢氧化钠(粒状)”修改为“氢氧化钠(粒状或片状)”(见 5.2.3.2.1.2,2008 年版的 5.2.3.1.1);
- 将“苯二甲酸氢钾”修改为“邻苯二甲酸氢钾”(见 5.2.3.2.1.10,2008 年版的 5.2.3.1.11);
- 删除了三氧化二铁的测定的方法提要(见 2008 年版的 5.2.3.4);
- 修改了三氧化二铝的测定(见 5.2.6,2008 年版的 5.2.5);
- 增加了重量法测定三氧化硫(见 5.2.9.2);
- 将“氧化锰的测定”修改为“锰的测定”(见 5.2.10,2008 年版的 5.2.9);
- 删除了烧失量的测定的方法提要(见 2008 年版的 5.2.10.1);
- 将“复验规则”修改为“允许差”(见 5.3,2008 年版的 5.3);
- 删除了 pH 值的测定的方法提要(见 2008 年版的 5.3.3.1);
- 删除了水分含量的测定的方法提要(见 2008 年版的 5.3.5.1);
- 删除了筛余量的测定的方法提要(见 2008 年版的 5.3.6);
- 删除了沉降体积的方法提要(见 2008 年版的 5.3.7);
- 将“加六偏磷酸钠溶液 10 mL 及水 400 mL”修改为“加六偏磷酸钠溶液 20 mL 及水 400 mL”;将“洗净容器并控制水压在 0.03 MPa~0.05 MPa 范围内,连续冲洗筛内残余物”修改为“洗净容器并控制水压在 0.03 MPa~0.05 MPa 范围内,用羊毛笔刷进行刷洗,连续冲洗筛内残余物”(见 5.3.6.2.2,2008 年版的 5.3.6.2.3);
- 将“加 10%(质量分数)六偏磷酸钠溶液 10 mL”修改为“加六偏磷酸钠溶液(10%)20 mL”(见 5.3.8.3.1,2008 年版的 5.3.8.3);

- 将粒度的测定分为沉降法(仲裁法)和代用方法(见 5.3.10,2008 年版的 5.3.10);
- 将“加 10%(质量分数)六偏磷酸钠溶液 10 mL 及氢氧化铵(1+1)0.5 mL,加水稀释至 100 mL 摇匀,将烧杯置于超声波振荡器内振荡 15 min,取出烧杯”修改为“加 10%(质量分数)六偏磷酸钠溶液 20 mL 及氢氧化铵(1+1)0.5 mL,加水稀释至 100 mL 摇匀,将烧杯置于超声波振荡器内振荡 15 min 分散完全后,取出烧杯”(见 5.3.10.1.3.1,2008 年版的 5.3.10.3);
- 将“可以使用根据离心、沉降、光散射原理制作的各类粒度仪快速检验,有分歧时用上述沉降瓶法仲裁复验。”修改为“可以使用根据离心、沉降、光散射等原理制作的各类粒度仪快速检验,但应保证样品在粒度仪样杯中达到完全分散状态,必要时应在粒度仪样杯中补加 10%(质量分数)六偏磷酸钠溶液 10 mL,有分歧时用上述沉降瓶法仲裁复验。”(见 5.3.10.2,2008 年版的 5.3.10.6);
- 将“散装产品以 30 t 为基本单位(不足 30 t 按 30 t 计)”修改为“散装产品以 30 t 为一批(不足 30 t 按一批计)”;将“大于 30 t 时,将各个取样单位的样品混合作为总混合样品。”修改为“大于 30 t 时,取样点数按公式(35)计算,每点取样 2 kg,将各个取样点的样品混合作为总混合样品。”(见 6.1.2,2008 年版的 6.1.2);
- 修改了判定规则(见 6.4,2008 年版的 6.4)。

本标准由中国建筑材料联合会提出。

本标准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。

本标准起草单位:中南大学、中国高岭土有限公司、厦门欣意盛非金属材料科技有限公司、内蒙古超牌建材科技有限公司、山西金宇科林科技有限公司、咸阳非金属矿研究设计院有限公司、安徽金岩高岭土科技有限公司、龙岩高岭土股份有限公司、国家非金属矿制品质量监督检验中心、内蒙古天之娇高岭土有限责任公司、北海高岭科技有限公司。

本标准主要起草人:杨华明、朱萌、李青、邵钢条、冯建明、罗一、侯彩红、王永均、郭阿明、段亚萍、赵智承、许天翼、胡雪峰、傅梁杰。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为:

- GB/T 14563—1993、GB/T 14563—2008;
- GB/T 14564—1993;
- GB/T 14565—1993。



高岭土及其试验方法

1 范围

本标准规定了高岭土产品分类、要求、试验方法、检验规则、包装、标志、运输和贮存。

本标准适用于造纸、搪瓷、橡塑、陶瓷和涂料工业用软质、砂质、煤系高岭土、煅烧高岭土，其他工业用高岭土可参照使用。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件，仅注日期的版本适用于本文件。凡是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 1724 色漆、清漆和印刷油墨 研磨细度的测定

GB/T 5211.15 颜料和体质颜料通用试验方法 第15部分：吸油量的测定

GB/T 5211.17 白色颜料对比率(遮盖力)的比较

GB/T 5950 建筑材料与非金属矿产品白度测量方法

GB/T 6003.1 试验筛 技术要求和检验 第1部分：金属丝编织网试验筛

3 产品分类

3.1 高岭土产品按主要工业用途分为造纸工业用高岭土、搪瓷工业用高岭土、橡塑工业用高岭土、陶瓷工业用高岭土和涂料行业用高岭土五类。高岭土产品按工艺分为水洗和煅烧两类。

3.2 类别、产品代号、产品名称及主要用途见表1。

表1 类别、产品代号、产品名称及主要用途

类别	产品代号	产品名称	主要用途
造纸工业用高岭土	ZT	造纸工业用水洗高岭土	加工纸涂料
	ZT-(D)	造纸工业用煅烧高岭土	加工纸涂料
搪瓷工业用高岭土	TT	搪瓷工业用高岭土	釉料
橡胶工业用高岭土	XT	橡塑工业用水洗高岭土粉	橡塑制品半补强填料
	XT-(D)	橡塑工业用煅烧高岭土粉	白色或浅色橡塑制品半补强填料
陶瓷工业用高岭土	TC	陶瓷工业用水洗高岭土	电瓷、日用陶瓷、建筑卫生瓷坯料及釉料等
	TC-(D)	陶瓷工业用煅烧高岭土	电瓷、日用陶瓷、建筑卫生瓷坯、釉料等
涂料行业用高岭土	TL	涂料行业用水洗高岭土	涂料填料
	TL-(D)	涂料行业用煅烧高岭土	涂料填料

4 要求

4.1 产品外观质量要求

产品外观质量要求应符合表 2 规定。

表 2 产品外观质量要求

产品代号	外观质量要求
ZT	白色、稍带淡黄、淡灰及其他浅色,无可见杂质
ZT-(D)	白色,无可见杂质,色泽均匀
TT	白色、稍带淡黄、淡灰及其他浅色,无可见杂质
XT	白色、微黄色、米黄、浅灰等色
XT-(D)	白色、浅白色,无可见杂质,色泽均匀
TC	1 280 °C 煅烧呈白色、米黄色、浅红色
TC-(D)	白色、块料或粉料
TL	白色,无可见杂质,色泽均匀
TL-(D)	白色,无可见杂质,色泽均匀

4.2 理化性能要求

4.2.1 造纸工业用高岭土和煅烧高岭土

造纸工业用高岭土和煅烧高岭土产品理化性能要求应符合表 3 规定。

表 3 造纸工业用高岭土和煅烧高岭土产品理化性能要求

项目	ZT	ZT-(D)
白度/% \geq	82.0	88.0
粒径小于 2 μm 的含量(质量分数)/% \geq	75.0	70.0
45 μm 筛余量/% \leq	0.05	0.02
分散沉降物/% \leq	0.10	0.02
pH \geq	4.0	5.0
黏度浓度/% \geq	65.0	—
三氧化二铝含量(质量分数)/% \geq	35.00	42.00
三氧化二铁含量(质量分数)/% \leq	0.80	1.00
二氧化硅含量(质量分数)/% \leq	50.00	54.00
烧失量/% \leq	15.00	—

4.2.2 搪瓷工业用高岭土

搪瓷工业用高岭土产品理化性能要求应符合表 4 规定。

表 4 搪瓷工业用高岭土产品理化性能要求

项目		TT
三氧化二铝含量(质量分数)/%	≥	36.00
三氧化二铁含量(质量分数)/%	≤	0.80
三氧化硫含量(质量分数)/%	≤	1.50
白度/%	≥	78.0
45 μm 筛余量/%	≤	0.07
悬浮度/mL	≤	60

4.2.3 橡塑工业用高岭土粉和煅烧高岭土粉

橡塑工业用高岭土粉和煅烧高岭土粉理化性能要求应符合表 5 和表 6 规定。

表 5 橡塑工业用高岭土粉理化性能要求

项目		XT
二苯胍吸着率/%		6.0~10.0
pH		5.0~8.0
沉降体积/(mL/g)	≥	3.0
125 μm 筛余量/%	≤	0.02
铜含量(质量分数)/%	≤	0.005
锰含量(质量分数)/%	≤	0.01
水分含量/%	≤	1.50
二氧化硅含量(质量分数)与三氧化二铝含量(质量分数)的比值	≤	1.5
白度/%	≥	65.0

表 6 橡塑工业用煅烧高岭土粉理化性能要求

项目		XT-(D)
pH		5.0~8.0
45 μm 筛余量/%	≤	0.05
水分含量/%	≤	1.00
二氧化硅含量(质量分数)/%	≤	55.00
三氧化二铝含量(质量分数)/%	≥	42.00
粒径小于 2 μm 的含量(质量分数)/%	≥	70.00
白度/%	≥	75.0

4.2.4 陶瓷工业用高岭土

陶瓷工业用高岭土和煅烧高岭土产品理化性能要求应符合表 7 规定。

表 7 陶瓷工业用高岭土和煅烧高岭土产品理化性能要求

项目		TC	TC-(D)
三氧化二铝含量(质量分数)/%	≥	28.00	42.00
三氧化二铁含量(质量分数)/%	≤	1.50	0.80
二氧化钛含量(质量分数)/%	≤	0.40	1.50
三氧化硫含量(质量分数)/%	≤	0.80	—
筛余量/%	≤	1.0(63 μm)	—

4.2.5 涂料行业用高岭土和煅烧高岭土

涂料行业用水洗高岭土和煅烧高岭土理化性能要求应符合表 8 规定。

表 8 涂料行业用水洗高岭土和煅烧高岭土产品理化性能要求

项目		TL	TL-(D)
二氧化硅含量(质量分数)/%	≤	50.00	55.00
三氧化二铝含量(质量分数)/%	≥	35.00	42.00
白度/%	≥	82.0	86.0
水分含量/%	≤	—	0.80
pH		5.0~8.0	5.0~8.0
45 μm 筛余量(质量分数)/%	≤	0.10	0.10
粒径小于 10 μm 的含量(质量分数)/%	≥	80.00	80.0
粒径小于 2 μm 的含量(质量分数)/%	≥	—	70.0

4.3 产品水分

各类高岭土产品的水分含量应符合表 9 规定。

表 9 各类产品水分含量要求

产品形态	水分含量要求/% ≤
膏状	35.0
块(粒)状	18.0
粉状	10.0
干粉状	2.0

注：上述要求仅作双方数量补差依据，不作质量验收标准。

5 试验方法

5.1 外观质量

外观质量用目视检测。

5.2 化学成分的测定

5.2.1 总则

5.2.1.1 除测定水分含量及有特殊要求之项目外,样品均应在 105 °C~110 °C 下烘 2 h 并在干燥器中冷却至室温后方可称量(多水高岭土类矿物可根据样品特性适当降低烘样温度)。

5.2.1.2 除非另有说明,样品称量均应精确至 0.1 mg。本标准中所指“恒重”系指两次称量之差不大于 0.2 mg。

5.2.1.3 除非另有说明,在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和蒸馏水或去离子水或相当纯度的水。

5.2.1.4 所用溶液如无特殊指明,均系水溶液。

5.2.1.5 每项分析(烧失量测定除外)均应进行“空白试验”。空白试验应与测定平行进行,采用相同的分析步骤,取相同量的所有试剂(滴定法中的标准滴定溶液的用量除外),但空白试验不加样品。

5.2.1.6 除非另有说明,含量的计算结果表示到小数点后两位。

5.2.2 样品制备

将按照 6.1 和 6.2 抽样和加工的样品,在以高锰钢为内衬的圆盘粉碎机上粉碎,使全部通过孔径为 0.25 mm 的样品筛(如果加工后的样品粒度小于 0.25 mm,则不需再进行粉碎和过筛),充分混匀后以四分法缩分至最后样品为 50 g。将此样品在玛瑙研钵体中研磨,全部通过孔径为 0.15 mm 的样品筛(应符合 GB/T 6003.1 的规定),充分混匀,备用。

5.2.3 二氧化硅的测定

5.2.3.1 二次盐酸脱水重量法(仲裁法)

5.2.3.1.1 试剂或材料

5.2.3.1.1.1 无水碳酸钠(固体)。

5.2.3.1.1.2 盐酸:密度 1.19 g/cm³。

5.2.3.1.1.3 氢氟酸:密度 1.15 g/cm³。

5.2.3.1.1.4 盐酸溶液(1+1):将盐酸与水等体积混合。

5.2.3.1.1.5 盐酸溶液(2%):准确量取 2 mL 盐酸,与 98 mL 水混合。

5.2.3.1.1.6 硫酸溶液(1+1):将硫酸在不断搅拌下慢慢倒入等体积的水中,混匀。

5.2.3.1.2 仪器设备

5.2.3.1.2.1 分析天平:感量不大于 0.1 mg。

5.2.3.1.2.2 马弗炉:最高温度不低于 1 200 °C,控温精确度±20 °C 以内。

5.2.3.1.2.3 恒温干燥箱:最高温度不低于 120 °C,控温精确度±2 °C 以内。

5.2.3.1.2.4 铂坩埚。

5.2.3.1.2.5 烧杯:250 mL,300 mL。

5.2.3.1.2.6 容量瓶:200 mL。

5.2.3.1.3 分析步骤

5.2.3.1.3.1 准确称取 0.500 0 g 样品,放入底部有一薄层无水碳酸钠的铂坩埚中,加无水碳酸钠 4 g~5 g,以尖头玻璃棒搅匀,用滤纸擦净玻璃棒上沾附物一并置于坩埚中,表面再加盖一层无水碳酸钠。将坩埚加盖,放入马弗炉,于 950 °C~1 000 °C 熔融 30 min,取出坩埚冷却至室温。

5.2.3.1.3.2 将坩埚连盖一同放入 250 mL 烧杯中,以 50 mL 热的盐酸溶液(1+1)浸取熔块,待熔块全部脱落后以热水和淀粉洗净坩埚及坩埚盖,以玻璃棒压碎熔块。将溶液蒸发至干,放入恒温干燥箱中于 105 °C~110 °C 烘 1 h,取出烧杯,加盐酸 5 mL,放置数分钟,加沸水 50 mL,搅拌使盐类溶解,以中速定量滤纸过滤,用热的盐酸溶液(2%)以倾泻法洗烧杯 2 次~3 次,将沉淀全部移到滤纸上,以淀粉及盐酸溶液(2%)洗净烧杯并继续洗沉淀 5 次~6 次,最后以热水洗至无氯离子。

5.2.3.1.3.3 将上述滤液按前步骤再次蒸干、烘干脱水、过滤、洗涤,滤液以 300 mL 烧杯承接。

5.2.3.1.3.4 将两张盛有硅酸沉淀的滤纸置于同一铂坩埚中,低温灰化后放入马弗炉于 950 °C~1 000 °C 灼烧 40 min,取出坩埚放入干燥器中冷却至室温,称量,反复灼烧至恒重。

5.2.3.1.3.5 向坩埚中加硫酸溶液(1+1)0.5 mL 及氢氟酸 5 mL 将坩埚置于通风橱内加热至冒白烟,再加氢氟酸 5 mL,加热蒸干并加强热使白烟冒尽,将坩埚放入马弗炉内于 1 000 °C 灼烧 10 min 取出放入干燥器中冷却至室温,称量,反复灼烧,直至恒重。

5.2.3.1.3.6 两次滤液合并,蒸发至适当体积,移入 200 mL 容量瓶,稀释至刻度,摇匀。此溶液为溶液 A,可用于其他化学组分的测定。当沉淀经氢氟酸处理后仍有明显残渣存在,应以焦硫酸钾处理,其滤液与溶液 A 合并。

5.2.3.1.4 结果计算

二氧化硅含量按式(1)计算:

$$X_1 = \frac{m_1 - m_2}{m_0} \times 100\% \dots\dots\dots(1)$$

式中:

X_1 ——二氧化硅的含量;

m_1 ——氢氟酸处理前沉淀及坩埚质量,单位为克(g);

m_2 ——氢氟酸处理后沉淀及坩埚质量,单位为克(g);

m_0 ——样品质量,单位为克(g)。

取两个平行测定结果的算术平均值作为报告值。

5.2.3.1.5 允许差

两个平行测定结果的绝对误差应不大于 0.4%,否则,应重新测定。

5.2.3.2 氟硅酸钾容量法

5.2.3.2.1 试剂或材料

5.2.3.2.1.1 无水乙醇。

5.2.3.2.1.2 氢氧化钠(粒状或片状)。

5.2.3.2.1.3 氯化钾(固体)。

5.2.3.2.1.4 盐酸:密度为 1.19 g/cm³。

5.2.3.2.1.5 硝酸:密度为 1.42 g/cm³。

5.2.3.2.1.6 氟化钾溶液(100 g/L):准确称取 16.201 8 g 二水氟化钾(KF·2H₂O),溶于适量水中,用

水稀释至 100 mL。

5.2.3.2.1.7 氯化钾溶液(50 g/L):准确称取 5.000 0 g 氯化钾,溶于适量水中,用水稀释至 100 mL。

5.2.3.2.1.8 氯化钾-乙醇溶液(50 g/L):准确称取 50.000 0 g 氯化钾,溶于 500 mL 水中,以无水乙醇稀释至 1 L。

5.2.3.2.1.9 酚酞指示剂(10 g/L):将 1.000 0 g 酚酞溶于 100 mL 无水乙醇中。

5.2.3.2.1.10 邻苯二甲酸氢钾(基准)。

5.2.3.2.1.11 氯化钡溶液(100 g/L):将 10.000 0 g 二水氯化钡($\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$)溶于适量水中,稀释至 100 mL。

5.2.3.2.1.12 氢氧化钠标准溶液(0.15 mol/L):将 5.999 6 g 氢氧化钠溶于 300 mL 水中,加热至沸腾,加氯化钡溶液(100 g/L)2 mL,煮沸使沉淀凝聚,取下冷却,以定性滤纸过滤并以除去二氧化碳的水稀释至 1 L,以邻苯二甲酸氢钾进行标定,称取在 105 °C~110 °C 烘过 2 h 的邻苯二甲酸氢钾 0.612 6 g 于 250 mL 烧杯中,加入经煮沸除去二氧化碳的水 150 mL,搅拌使溶解,稍冷,加酚酞指示剂(10 g/L)3 滴,以氢氧化钠标准溶液进行滴定,至溶液出现稳定的微红色为终点,氢氧化钠标准溶液的浓度和氢氧化钠标准溶液对二氧化硅的滴定度分别按式(2)~式(3)计算:

$$c = \frac{m \times 1\,000}{204.21 \times V} \dots\dots\dots (2)$$

$$T = c \times 15.02 \dots\dots\dots (3)$$

式中:

c ——氢氧化钠标准溶液的浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

V ——滴定时消耗氢氧化钠标准溶液体积,单位为毫升(mL);

m ——邻苯二甲酸氢钾质量,单位为克(g);

204.21——邻苯二甲酸氢钾的摩尔质量,单位为克每摩尔(g/mol);

T ——氢氧化钠标准溶液对二氧化硅的滴定度,单位为毫克每毫升(mg/mL);

15.02 ——1/4 二氧化硅摩尔质量,单位为克每摩尔(g/mol)。

5.2.3.2.2 仪器设备

5.2.3.2.2.1 分析天平:感量不大于 0.1 mg。

5.2.3.2.2.2 马弗炉:最高温度不低于 1 200 °C,控温精确度 ± 20 °C 以内。

5.2.3.2.2.3 银坩埚。

5.2.3.2.2.4 容量瓶:200 mL。

5.2.3.2.2.5 烧杯:250 mL。

5.2.3.2.2.6 塑料杯:250 mL。

5.2.3.2.2.7 移液管:20 mL。

5.2.3.2.2.8 滴定管:10 mL,25 mL。

5.2.3.2.3 分析步骤

5.2.3.2.3.1 准确称取 0.500 0 g 样品放入银坩埚中,加数滴无水乙醇使样品润湿,加氢氧化钠 4 g~6 g,加坩埚盖并将坩埚置于马弗炉中,逐渐升温至 600 °C~650 °C,在此温度保持 10 min,取出冷却。

5.2.3.2.3.2 将坩埚外部擦净,连盖一同放入 250 mL 烧杯中,以沸水浸取熔块,用热水及淀粉洗净坩埚及坩埚盖,在不断搅拌下一次加入 25 mL 盐酸使沉淀全部溶解,冷至室温,将溶液移入 200 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,摇匀。此溶液为溶液 B,可用于其他化学组分的测定。

5.2.3.2.3.3 用移液管准确吸取上述溶液 20 mL 于塑料杯中,加硝酸 10 mL 及氯化钾 2 g~3 g,搅拌使氯化钾溶解,溶液经流水冷却后,加氯化钾溶液(100 g/L)10 mL,充分搅拌数次,静置 5 min,以中速定

量滤纸过滤,以氯化钾溶液(50 g/L)洗塑料杯及沉淀 4 次~5 次,将沉淀连同滤纸放入原塑料杯中,加氯化钾-乙醇溶液(50 g/L)10 mL 及酚酞指示剂(10 g/L)10 滴,以氢氧化钠标准溶液(0.15 mol/L)边中和边将滤纸捣碎,直至溶液出现稳定的粉红色,以杯中碎滤纸擦拭杯壁,并继续中和至红色不退,加入经煮沸除去二氧化碳的水 150 mL,充分搅拌使沉淀水解完全,以氢氧化钠标准溶液(0.15 mol/L)进行滴定,至溶液出现稳定的微红色为终点。

注:为防止沉淀水解,过滤、洗涤等操作应尽量缩短时间,当样品较多时,分批进行沉淀,每一批不宜超过 5 只~6 只。室温在 32 °C 以上可用冰水冷却。

5.2.3.2.4 结果计算

二氧化硅含量按式(4)计算:

$$X_2 = \frac{T \times V \times 10}{m_0 \times 1\,000} \times 100\% \dots\dots\dots(4)$$

式中:

X_2 ——二氧化硅的含量;

T ——氢氧化钠标准溶液对二氧化硅的滴定度,单位为毫克每毫升(mg/mL);

V ——滴定时消耗氢氧化钠标准溶液的体积,单位为毫升(mL);

m_0 ——样品质量,单位为克(g)。

取两个平行测定结果的算术平均值作为报告值。

5.2.3.2.5 允许差

同 5.2.3.1.5。

5.2.4 三氧化二铁的测定

5.2.4.1 比色法(仲裁法)

5.2.4.1.1 试剂或材料

5.2.4.1.1.1 磺基水杨酸溶液(250 g/L):准确称取 25.000 0 g 磺基水杨酸,溶于适量水中,用水稀释至 100 mL。

5.2.4.1.1.2 氨水溶液(1+1):将氨水与水等体积混合。

5.2.4.1.1.3 盐酸(1+1):将盐酸与水等体积混合。

5.2.4.1.1.4 三氧化二铁标准溶液(0.1 mg/mL):称取纯铁丝(或基准铁粉)0.069 9 g,以 25 mL 盐酸(1+1)溶解后移入 1 L 容量瓶,用水稀释至刻度,摇匀。此溶液 1 mL 相当于 0.1 mg 三氧化二铁(Fe_2O_3)。

5.2.4.1.2 仪器设备

5.2.4.1.2.1 分光光度计。

5.2.4.1.2.2 滴定管:10 mL,25 mL。

5.2.4.1.2.3 容量瓶:100 mL。

5.2.4.1.2.4 移液管:20 mL。

5.2.4.1.3 分析步骤

5.2.4.1.3.1 标准曲线的绘制

以滴定管准确分取 0 mL、1 mL、3 mL、5 mL、7 mL、10 mL、15 mL 三氧化二铁标准溶液(0.1 mg/mL)

分别置于 100 mL 容量瓶中,以水稀释至 40 mL,加磺基水杨酸溶液(250 g/L)10 mL,在不断摇动下逐滴加入氨水溶液(1+1)至溶液出现黄色并过量 2 mL,以水稀释至刻度,摇匀,在分光光度计上于 420 nm 波长处以 5 cm 比色槽测定吸光度,并绘制标准曲线。

5.2.4.1.3.2 样品的测定

用移液管移取溶液 A 或溶液 B 20 mL 于 100 mL 容量瓶中,以水稀释至 40 mL,以下按 5.2.4.1.3.1 标准曲线绘制的操作步骤进行,在分光光度计上测定吸光度。若以溶液 B 进行测定时,应快速加入氨水,显色后在 15 min 完成比色,以防止溶液出现浑浊。

5.2.4.1.4 结果计算

三氧化二铁含量按式(5)计算:

$$X_3 = \frac{m_3 \times 10}{m_0 \times 1\,000} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (5)$$

式中:

X_3 ——三氧化二铁的含量;

m_3 ——自标准曲线中查得三氧化二铁质量,单位为毫克(mg);

m_0 ——样品质量,单位为克(g)。

取两个平行测定结果的算术平均值作为报告值。

5.2.4.1.5 允许差

两个平行测定结果的绝对误差应符合表 10 的规定,否则,应重新测定。

表 10 三氧化二铁含量的允许差

三氧化二铁含量(质量分数)/%	允许差/%
<0.50	≤0.06
≥0.50	≤0.10

5.2.4.2 络合滴定法

5.2.4.2.1 试剂或材料

5.2.4.2.1.1 氯酸钾。

5.2.4.2.1.2 氨水溶液(1+1):将氨水与水等体积混合。

5.2.4.2.1.3 盐酸溶液[$c(\text{HCl})=1 \text{ mol/L}$]:将 84 mL 盐酸与 916 mL 水混合。

5.2.4.2.1.4 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。

5.2.4.2.1.5 乙二胺四乙酸二钠。

5.2.4.2.1.6 氧化锌标准溶液[$c(\text{ZnO})=0.01 \text{ mol/L}$]:称取经 900 °C 灼烧过的基准氧化锌 0.813 8 g 于 250 mL 烧杯中,以 20 mL 盐酸溶液(1+1)溶解,移入 1 L 容量瓶,用水稀释至刻度,摇匀。

5.2.4.2.1.7 乙酸-乙酸钠缓冲溶液(pH=6):将 136.000 0 g 乙酸钠($\text{NaAc} \cdot 3\text{H}_2\text{O}$)溶于适量水中,加冰乙酸 3.3 mL,再用水稀释至 1 L。此溶液 pH 为 6。

5.2.4.2.1.8 二甲酚橙指示剂(2 g/L):将 0.200 0 g 二甲酚橙溶于 100 mL 水中。

5.2.4.2.1.9 EDTA 标准溶液[$c(\text{EDTA})=0.01 \text{ mol/L}$]:将 3.700 0 g 乙二胺四乙酸二钠溶于 200 mL

水中,再用水稀释至 1 L,准确吸取氧化锌标准溶液 10 mL 于 250 mL 烧杯中,以水稀释至 100 mL,加乙酸-乙酸钠缓冲溶液(pH=6)20 mL 及二甲酚橙指示剂(2 g/L)3 滴,以 EDTA 标准溶液进行滴定,溶液由红色变为黄色为终点,EDTA 标准溶液的浓度和 EDTA 标准溶液对三氧化二铁、氧化钙及氧化镁的滴定度分别按式(6)~式(9)计算:

$$c = \frac{c(\text{ZnO}) \cdot V_{\text{ZnO}}}{V_{\text{EDTA}}} \dots\dots\dots (6)$$

$$T_1 = c \times 79.85 \dots\dots\dots (7)$$

$$T_2 = c \times 56.08 \dots\dots\dots (8)$$

$$T_3 = c \times 40.31 \dots\dots\dots (9)$$

式中:

- c ——EDTA 标准溶液的浓度,单位为摩尔每升(mol/L);
- $c(\text{ZnO})$ ——氧化锌标准溶液的浓度,单位为摩尔每升(mol/L);
- V_{ZnO} ——吸取氧化锌标准溶液体积,单位为毫升(mL);
- V_{EDTA} ——滴定时消耗 EDTA 标准溶液体积,单位为毫升(mL);
- T_1 ——EDTA 标准溶液对三氧化二铁的滴定度,单位为毫克每毫升(mg/mL);
- T_2 ——EDTA 标准溶液对氧化钙的滴定度,单位为毫克每毫升(mg/mL);
- T_3 ——EDTA 标准溶液对氧化镁的滴定度,单位为毫克每毫升(mg/mL);
- 79.85 ——1/2 三氧化二铁摩尔质量,单位为克每摩尔(g/mol);
- 56.08 ——氧化钙摩尔质量,单位为克每摩尔(g/mol);
- 40.31 ——氧化镁摩尔质量,单位为克每摩尔(g/mol)。

5.2.4.2.2 仪器设备

- 5.2.4.2.2.1 电炉。
- 5.2.4.2.2.2 移液管:20 mL。
- 5.2.4.2.2.3 烧杯:250 mL。
- 5.2.4.2.2.4 滴定管:10 mL,25 mL。

5.2.4.2.3 分析步骤

以移液管吸取溶液 A 或溶液 B 20 mL 于 250 mL 烧杯中,加氯酸钾 0.1 g,以水稀释到 100 mL,将烧杯置于电炉上加热,使氯酸钾溶液溶解并继续加热近沸,取下烧杯以氨水(1+1)中和至 pH 为 6~7,加盐酸(1 mol/L)3 mL~4 mL,搅拌使沉淀溶解,加磺基水杨酸溶液(100 g/L)2 mL,以盐酸溶液(1 mol/L)调节溶液酸度使 pH 为 1.3~1.5 范围内,以 EDTA 标准溶液(0.01 mol/L)进行滴定,溶液由紫红色突变为亮黄色(含铁较低时为无色)为终点。

5.2.4.2.4 结果计算

三氧化二铁含量按式(10)计算:

$$X_4 = \frac{T_1 \times V_1 \times 10}{m_0 \times 1\,000} \times 100\% \dots\dots\dots (10)$$

式中:

- X_4 ——三氧化二铁的含量;
- T_1 ——EDTA 标准溶液对三氧化二铁的滴定度,单位为毫克每毫升(mg/mL);
- V_1 ——滴定时消耗 EDTA 标准溶液的体积,单位为毫升(mL);
- m_0 ——样品质量,单位为克(g)。

取两个平行测定结果的算术平均值作为报告值。

5.2.4.2.5 允许差

同 5.2.4.1.5。

5.2.5 二氧化钛的测定

5.2.5.1 方法提要

钛离子与过氧化氢在酸性介质中生产黄色络合物,以磷酸作掩蔽剂消除 Fe^{3+} 的干扰,以分光光度计于 420 nm 波长处测定溶液吸光度,根据标准曲线查得的质量(mg)计算二氧化钛含量。

5.2.5.2 试剂或材料

5.2.5.2.1 硫酸溶液(1+1):将硫酸在不断搅拌下慢慢倒入等体积的水中。

5.2.5.2.2 磷酸溶液(1+1):将磷酸在不断搅拌下倒入等体积的水中。

5.2.5.2.3 过氧化氢溶液(1+9):将 1 体积 30%过氧化氢与 9 体积水混合。

5.2.5.2.4 焦硫酸钾。

5.2.5.2.5 硫酸溶液(1+5):将 1 体积硫酸在不断搅拌下慢慢倒入 5 体积的水中。

5.2.5.2.6 二氧化钛标准溶液(0.1 mg/mL):准确称取于 950 °C 灼烧过的基准二氧化钛 0.250 0 g 于瓷坩埚中,以 6 g~8 g 焦硫酸钾在 750 °C 熔 20 min,取出冷却,以 100 mL 热的硫酸溶液(1+5)浸取熔块,冷却后移入 250 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度摇匀。

5.2.5.3 仪器设备

5.2.5.3.1 分光光度计。

5.2.5.3.2 滴定管:10 mL,25 mL。

5.2.5.3.3 容量瓶:100 mL。

5.2.5.3.4 烧杯:100 mL。

5.2.5.3.5 移液管:20 mL。

5.2.5.4 分析步骤

5.2.5.4.1 标准曲线的绘制

以滴定管准确分取 0 mL、1 mL、2 mL、3 mL、5 mL、7 mL、10 mL 二氧化钛标准溶液(0.1 mg/mL)分别置于 100 mL 容量瓶中,以水稀释至 50 mL,加硫酸溶液(1+1)10 mL、磷酸溶液(1+1)2 mL 和过氧化氢溶液(1+9)5 mL,以水稀释至刻度,摇匀,在分光光度计上于 420 nm 波长处以 5 cm 比色槽测定吸光度并绘制标准曲线。

5.2.5.4.2 样品的测定

以移液管吸取溶液 A 或溶液 B 20 mL 于 100 mL 烧杯中,加硫酸溶液(1+1)10 mL 于通风橱内加热蒸发至冒白烟,取下冷却,以水冲洗杯壁并稀释至 40 mL,以定性滤纸过滤,以水洗烧杯 3 次,洗沉淀 5 次~6 次,滤液用 100 mL 容量瓶承接。加磷酸溶液(1+1)2 mL 和过氧化氢溶液(1+9)5 mL,以水稀释至刻度,摇匀,在分光光度计于 420 nm 波长处以 5 cm 比色槽测定吸光度。

注:冒白烟后如无沉淀析出,可不进行过滤。

5.2.5.5 结果计算

二氧化钛含量按式(11)计算:

$$X_5 = \frac{m_4 \times 10}{m_0 \times 1\,000} \times 100\% \quad \dots\dots\dots(11)$$

式中：

X_5 ——二氧化钛的含量；

m_4 ——自标准曲线中查得二氧化钛质量，单位为毫克(mg)；

m_0 ——样品质量，单位为克(g)。

取两个平行测定结果的算术平均值作为报告值。

5.2.5.6 允许差

两个平行测定结果的绝对误差应符合表 11 的规定，否则，应重新测定。

表 11 二氧化钛含量的允许差

二氧化钛含量(质量分数)/%	允许差/%
<0.10	≤0.03
≥0.10	≤0.08

5.2.6 三氧化二铝的测定

5.2.6.1 方法提要

铝离子与 EDTA 在 pH 为 3~6 范围内可定量络合，但由于常温条件下络合速度缓慢，应先加入过量 EDTA，加热促使反应加速进行。本法以亚硝基红盐为指示剂，以铜盐进行返滴定，在 pH 为 4.5 条件下，指示剂由黄色经翠绿色突变为草绿色为终点，根据硫酸铜溶液消耗量计算三氧化二铝含量。

5.2.6.2 试剂或材料

5.2.6.2.1 乙酸-乙酸铵缓冲溶液(pH=4.5):将 77.000 0 g 乙酸铵溶于 500 mL 水中，加入 58.9 mL 冰乙酸，再用水稀释至 1 L，此溶液 pH 为 4.5。

5.2.6.2.2 亚硝基红盐指示剂(2 g/L):将 0.200 0 g 亚硝基红盐溶于 100 mL 水中。

5.2.6.2.3 氧化锌标准溶液[$c(\text{ZnO})=0.01 \text{ mol/L}$]:称取经 900 °C 灼烧过的基准氧化锌 0.813 8 g 于 250 mL 烧杯中，以 20 mL 盐酸溶液(1+1)溶解，移入 1 L 容量瓶，用水稀释至刻度，摇匀。

5.2.6.2.4 硫酸溶液(1+1):将硫酸在不断搅拌下慢慢倒入等体积的水中。

5.2.6.2.5 EDTA 标准溶液[$c(\text{EDTA})=0.035 \text{ mol/L}$]:将 13.000 0 g 乙二胺四乙酸二钠溶于 300 mL 水中，再用水稀释至 1 L，准确吸取氧化锌标准溶液 20 mL 于 250 mL 烧杯中，按 5.2.4.2.1.9 标定方法及计算步骤进行，EDTA 标准溶液对三氧化二铝的滴定度按式(12)计算：

$$T_4 = c \times 50.98 \quad \dots\dots\dots(12)$$

式中：

T_4 ——EDTA 标准溶液对三氧化二铝的滴定度，单位为毫克每毫升(mg/mL)；

c ——EDTA 标准溶液浓度，单位为摩尔每升(mol/L)；

50.98 ——1/2 三氧化二铝摩尔质量，单位为克每摩尔(g/mol)。

5.2.6.2.6 硫酸铜溶液[$c(\text{CuSO}_4)=0.035 \text{ mol/L}$]:将 8.738 8 g 五水硫酸铜($\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$)溶于有 5 滴硫酸溶液(1+1)的 200 mL 水中，以水稀释至 1 L，准确吸取 EDTA 标准溶液(0.035 mol/L)20 mL 于 250 mL 烧杯中，以水稀释至 100 mL，加乙酸-乙酸铵缓冲溶液(pH=4.5)20 mL 及亚硝基红盐指

示剂(2 g/L)2 mL,以硫酸铜溶液进行滴定,溶液由黄色经翠绿突变为草绿色为终点,比较结果按式(13)计算:

$$K = \frac{V_{\text{EDTA}}}{V} \quad \dots\dots\dots(13)$$

式中:

K ——每毫升硫酸铜溶液相当于 EDTA 标准溶液体积;

V_{EDTA} ——吸取 EDTA 标准溶液体积,单位为毫升(mL);

V ——滴定时消耗硫酸铜溶液体积,单位为毫升(mL)。

5.2.6.3 仪器设备

5.2.6.3.1 移液管:20 mL。

5.2.6.3.2 烧杯:250 mL。

5.2.6.3.3 滴定管:10 mL,25 mL。

5.2.6.4 分析步骤

5.2.6.4.1 以移液管吸取溶液 A 或溶液 B 20 mL 于 250 mL 烧杯中,准确加入 EDTA 标准溶液(0.035 mol/L)20 mL 和乙酸-乙酸铵缓冲溶液(pH=4.5)20 mL,以水稀释至 100 mL,取小块滤纸压于玻璃棒下,加盖表面皿,加热煮沸 3 min,取下冷却至室温,以水冲洗表面皿及杯壁,加亚硝基红盐(2 g/L)2 mL,以硫酸铜溶液(0.035 mol/L)进行滴定,溶液由黄色经翠绿色突变为草绿色为终点。此法测定结果为铁、铝、钛含量。

5.2.6.4.2 如以铁、铝连续滴定进行三氧化二铝的测定,则向以络合滴定法测定过三氧化二铁的溶液中加入 EDTA 标准溶液(0.035 mol/L)20 mL 和乙酸-乙酸铵缓冲溶液(pH=4.5)20 mL,以下均同上述操作步骤进行。此法测得结果为铝、铁含量。

5.2.6.5 结果计算

三氧化二铝含量按式(14)计算:

$$X_6 = \frac{(20 - V_2 \times K) \times T_4 \times 10}{m_0 \times 1000} \times 100\% - X_5 \times 0.6381 - X_4 \times 0.6384 \quad \dots\dots(14)$$

式中:

X_6 ——三氧化二铝的含量;

T_4 ——EDTA 标准溶液对三氧化二铝的滴定度,单位为毫克每毫升(mg/mL);

V_2 ——滴定时消耗硫酸铜溶液的体积,单位为毫升(mL);

K ——每毫升硫酸铜溶液相当于 EDTA 标准溶液的体积;

m_0 ——样品质量,单位为克(g);

0.6381 ——二氧化钛对三氧化二铝的换算系数;

0.6384 ——三氧化二铁对三氧化二铝的换算系数。

取两个平行测定结果的算术平均值作为报告值。

注:铁、铝连续测定时不作三氧化二铁项校正。

5.2.6.6 允许差

两个平行测定结果的绝对误差应不大于 0.4%,否则,应重新测定。

5.2.7 氧化钙和氧化镁的测定

5.2.7.1 方法提要

在 pH 为 10 的碱性溶液中,钙离子和镁离子能和 EDTA 定量络合,当 $\text{pH} \geq 12$ 时,镁离子形成氢氧化物沉淀,可单独测定钙的含量。本法以强碱分离法分离大量硅、铝及其他干扰元素,以酸性铬蓝 K-萘酚绿 B 混合指示剂测定钙、镁含量,以钙指示剂测定钙的含量,以差减法求得镁的含量。

5.2.7.2 试剂或材料

5.2.7.2.1 氢氧化钾溶液(200 g/L):将 20.000 0 g 氢氧化钾溶于适量水中,稀释至 100 mL(现配现用或贮于塑料瓶中防止吸收二氧化碳)。

5.2.7.2.2 无水碳酸钠。

5.2.7.2.3 碳酸钠溶液(20 g/L):将 2.000 0 g 无水碳酸钠溶于适量水中,稀释至 100 mL。

5.2.7.2.4 盐酸溶液(1+4):将 1 体积盐酸与 4 体积水混合。

5.2.7.2.5 三乙醇胺溶液(1+2):将 1 体积三乙醇胺与 2 体积水混合。

5.2.7.2.6 甲基红指示剂(1 g/L):将 0.100 0 g 甲基红溶于 100 mL 无水乙醇中。

5.2.7.2.7 EDTA 标准溶液[$c(\text{EDTA})=0.01 \text{ mol/L}$]:配制及标定同 5.2.4.2.1.9。

5.2.7.2.8 酒石酸钾钠溶液(200 g/L):将 20.000 0 g 酒石酸钾钠溶于适量水中,稀释至 100 mL。

5.2.7.2.9 氯化铵-氢氧化铵缓冲溶液($\text{pH}=10$):将 67.500 0 g 氯化铵溶于 200 mL 水中,加入密度为 0.9 g/cm^3 的氢氧化铵 570 mL,再用水稀释至 1 L。此溶液 pH 为 10。

5.2.7.2.10 酸性铬蓝 K-萘酚绿 B 混合指示剂:将 1 份酸性铬蓝 K 与 2 份萘酚绿 B 混合。

5.2.7.2.11 硫化钠(10%):将 10.000 g 硫化钠溶于适量水中,稀释至 100 mL。

5.2.7.2.12 铜试剂溶液(0.2%):将 0.200 0 g 铜试剂溶于适量水中,稀释至 100 mL。

5.2.7.2.13 盐酸羟胺溶液(2%):将 2.000 0 g 盐酸羟胺溶于适量水中,稀释至 100 mL。

5.2.7.3 仪器设备

5.2.7.3.1 移液管:50 mL,100 mL。

5.2.7.3.2 烧杯:250 mL。

5.2.7.3.3 滴定管:10 mL,25 mL。

5.2.7.3.4 容量瓶:250 mL。

5.2.7.4 分析步骤

5.2.7.4.1 以移液管吸取溶液 A 或溶液 B 100 mL 于 250 mL 烧杯中,加热煮沸,以氢氧化钾溶液(200 g/L)中和至溶液有大量沉淀出现并过量 20 mL~25 mL,加无水碳酸钠 2 g,搅拌使溶解,烧杯置于电炉上加热煮沸 3 min,取下放置使慢慢冷却至室温(或放置过夜)。以慢速定量滤纸过滤,以碳酸钠溶液(20 g/L)洗烧杯 3 次,将沉淀全部移至滤纸上,继续洗沉淀 3 次。以 20 mL 热盐酸溶液(1+4)分次将沉淀溶于原烧杯中,以热水洗滤纸 5 次~6 次,转动烧杯使杯壁残余沉淀溶解,将溶液移入 250 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,摇匀。

5.2.7.4.2 氧化钙的测定:

以移液管吸取上述溶液 50 mL 于 250 mL 烧杯中,以水稀释至 100 mL,加三乙醇胺溶液(1+2) 2 mL~3 mL,搅匀,加甲基红指示剂(1 g/L)1 滴以氢氧化钾溶液(200 g/L)中和至溶液出现黄色并过量 6 mL~8 mL,使溶液 pH 不小于 12。加适量钙指示剂,以 EDTA 标准溶液(0.01 mol/L)进行滴定,溶液由酒红色突变为纯蓝色为终点。

5.2.7.4.3 氧化镁的测定:

以移液管吸取上述溶液 50 mL 于 250 mL 烧杯中,以水稀释至 100 mL,加三乙醇胺溶液(1+2)和酒石酸钾钠溶液(200 g/L)各 2 mL~3 mL,搅匀,加甲基红指示剂(1 g/L)1 滴,以氢氧化钾溶液(200 g/L)中和至溶液出现黄色,加氯化铵-氢氧化铵缓冲溶液(pH=10)8 mL~10 mL 及适量酸性铬蓝 K-萘酚绿 B 混合指示剂,以 EDTA 标准溶液(0.01 mol/L)进行滴定,溶液由酒红色突变为钢蓝色为终点。

注:样品或蒸馏水中如有微量重金属或有色金属离子存在,可在滴定前加入 1 mL~2 mL 硫化钠(10%)或铜试剂溶液(0.2%)以消除干扰。如有少量锰离子存在,可在加三乙醇胺前加盐酸羟胺溶液(2%)2 mL 消除干扰。

5.2.7.5 结果计算

氧化钙含量和氧化镁含量分别按式(15)、式(16)计算:

$$X_7 = \frac{V_3 \times T_2 \times 10}{m_0 \times 1\,000} \times 100\% \quad \dots\dots\dots(15)$$

$$X_8 = \frac{(V_4 - V_3) \times T_3 \times 10}{m_0 \times 1\,000} \times 100\% \quad \dots\dots\dots(16)$$

式中:

X_7 ——氧化钙的含量;

X_8 ——氧化镁的含量;

V_3 ——滴定氧化钙时消耗 EDTA 标准溶液的体积,单位为毫升(mL);

V_4 ——滴定钙镁含量时消耗 EDTA 标准溶液的体积,单位为毫升(mL);

T_2 ——EDTA 标准溶液对氧化钙的滴定度,单位为毫克每毫升(mg/mL);

T_3 ——EDTA 标准溶液对氧化镁的滴定度,单位为毫克每毫升(mg/mL);

m_0 ——样品质量,单位为克(g)。

取两个平行测定结果的算术平均值作为报告值。

5.2.7.6 允许差

两个平行测定结果的绝对误差应符合表 12 的规定,否则,应重新测定。

表 12 氧化钙和氧化镁含量的允许值

氧化钙含量(质量分数)/%	允许差/%	氧化镁含量(质量分数)/%	允许差/%
<0.50	≤0.06	<0.20	≤0.04
≥0.50	≤0.20	≥0.20	≤0.15

5.2.8 氧化钾和氧化钠的测定

5.2.8.1 方法提要

样品经酸分解后,过滤于 100 mL 容量瓶中,稀释,摇匀,在火焰光度计上分别测定钾、钠发射光谱强度,自标准曲线中查出相应毫克数,计算样品中氧化钾和氧化钠含量。

5.2.8.2 试剂或材料

5.2.8.2.1 硫酸溶液(1+1):将硫酸在不断搅拌下慢慢倒入等体积的水中。

5.2.8.2.2 氢氟酸:密度 1.15 g/cm³。

5.2.8.2.3 盐酸(1+1):将盐酸与水等体积混合。

5.2.8.2.4 氧化钾、氧化钠标准溶液(0.1 mg/mL):称取在 600 °C 灼烧过的基准氯化钾 0.158 4 g 和氯化钠 0.188 6 g 溶于 100 mL 水中,移入 1 L 容量瓶,以水稀释至刻度,摇匀。此溶液 1 mL 相当于 0.1 mg 氧化钾(K₂O)+0.1 mg 氧化钠(Na₂O)。

5.2.8.3 仪器设备

5.2.8.3.1 火焰光度计。

5.2.8.3.2 滴定管:10 mL。

5.2.8.3.3 分析天平:感量不大于 0.1 mg。

5.2.8.3.4 马弗炉:最高温度不低于 1 000 °C,控温精确度±20 °C 以内。

5.2.8.3.5 容量瓶:100 mL。

5.2.8.3.6 铂坩埚。

5.2.8.4 分析步骤

5.2.8.4.1 标准曲线的绘制

以 10 mL 滴定管准确分别取氧化钾、氧化钠标准溶液(0.1 mg/mL)0 mL、1 mL、2 mL、3 mL、4 mL、5 mL、6 mL、7 mL 分别置于 100 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,摇匀。在火焰光度计上分别测定各溶液氧化钾、氧化钠的发射光谱强度,并绘制标准曲线。

5.2.8.4.2 样品的测定

准确称取 0.500 0 g 样品放入铂坩埚中,以少量水润湿。加硫酸溶液(1+1)5 mL 及氢氟酸 10 mL,加热分解样品并蒸发至冒白烟,继续加热使白烟冒尽并在 600 °C~700 °C 灼烧 5 min,取出坩埚冷却。加水 20 mL,以玻璃棒将坩埚中残渣捣碎,加热煮沸,以慢速滤纸过滤,滤液以 100 mL 容量瓶承接,以热水洗坩埚 3 次~4 次,洗沉淀 5 次~6 次,以水稀释至刻度,摇匀。在火焰光度计上分别测定氧化钾和氧化钠的发射光谱强度。

注:滤液如有浑浊可加数滴盐酸(1+1)使澄清。

5.2.8.5 结果计算

氧化钾含量和氧化钠含量分别按式(17)、式(18)计算:

$$X_9 = \frac{m_5}{m_0 \times 1\,000} \times 100\% \quad \dots\dots\dots(17)$$

$$X_{10} = \frac{m_6}{m_0 \times 1\,000} \times 100\% \quad \dots\dots\dots(18)$$

式中:

X₉ ——氧化钾的含量;

X₁₀ ——氧化钠的含量;

m₅ ——自标准曲线中查得氧化钾质量,单位为毫克(mg);

m₆ ——自标准曲线中查得氧化钠质量,单位为毫克(mg);

m₀ ——样品质量,单位为克(g)。

取两个平行测定结果的算术平均值作为报告值。

5.2.8.6 允许差

两个平行测定结果的绝对误差应符合表 13 的规定,否则,应重新测定。

表 13 氧化钾和氧化钠含量的允许差

氧化钾含量(质量分数)/%	允许差/%	氧化钠含量(质量分数)/%	允许差/%
<0.50	≤0.06	<0.20	≤0.04
≥0.50	≤0.15	≥0.20	≤0.10

5.2.9 三氧化硫的测定

5.2.9.1 燃烧法(仲裁法)

5.2.9.1.1 方法提要

样品在 1 250 °C~1 300 °C 灼烧放出二氧化硫和部分三氧化硫,经过过氧化氢吸收液吸收转为硫酸后,以氢氧化钠标准溶液进行滴定,根据氢氧化钠标准溶液消耗量,计算三氧化硫的含量。

5.2.9.1.2 试剂或材料

5.2.9.1.2.1 过氧化氢溶液(1+9):将 1 体积 30% 的过氧化氢与 9 体积水混合。

5.2.9.1.2.2 甲基红指示剂(1 g/L):将 0.100 0 g 甲基红溶于 100 mL 无水乙醇中。

5.2.9.1.2.3 盐酸溶液 [$c(\text{HCl})=1 \text{ mol/L}$]:将 84 mL 盐酸与 916 mL 水混合。

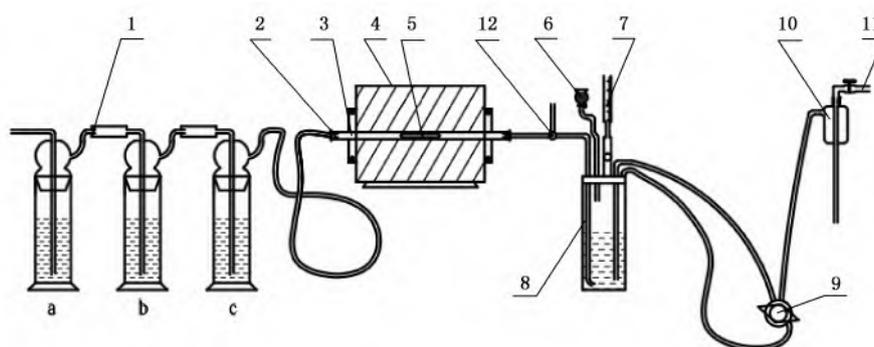
5.2.9.1.2.4 氯化钡溶液(100 g/L):将 10.000 0 g 二水氯化钡($\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$)溶于适量水中,稀释至 100 mL。

5.2.9.1.2.5 氢氧化钠标准溶液 [$c(\text{NaOH})=0.05 \text{ mol/L}$]:将 1.999 9 g 氢氧化钠溶于 300 mL 水中,加热至近沸,加氯化钡溶液(100 g/L)2 mL,煮沸使沉淀凝聚,取下冷却,以定性滤纸过滤并用除去二氧化碳的水稀释至 1 L。称取在 105 °C~110 °C 烘过 2 h 的邻苯二甲酸氢钾 0.204 2 g 于 250 mL 烧杯中,按 5.2.3.2.1.12 的标定方法和计算步骤进行。

5.2.9.1.3 仪器设备

5.2.9.1.3.1 分析天平:感量不大于 0.1 mg。

5.2.9.1.3.2 测定三氧化硫的仪器装置见图 1。



说明:

1——洗气瓶(a中10%硫酸铜;b中5%高锰酸钾;c中浓硫酸);

2——橡胶塞;

3——燃烧管;

4——燃烧炉;

5——瓷舟;

6——分液漏斗;

7——碱式滴定管;

8——吸收瓶;

9——三通活塞;

10——抽气管;

11——水龙头;

12——三通活塞。

图 1 三氧化硫测定仪装置示意图

5.2.9.1.4 分析步骤

5.2.9.1.4.1 准备工作

准备工作按下列步骤进行：

- a) 按管式炉规定之升温速度将炉温升至 1 250 ℃；
- b) 检查仪器各接头处是否漏气(如有漏气应重新装配或以石蜡封闭)；
- c) 将瓷舟及燃烧管在 1 000 ℃~1 100 ℃预烧 1 h,冷却备用；
- d) 调节自来水之流量使洗气瓶中气泡速度达 300 个/min；
- e) 从分液漏斗向吸收瓶中加入过氧化氢溶液(1+9)20 mL、甲基红指示剂(1 g/L)10 滴及盐酸溶液(1 mol/L)1 滴,以水稀释至 100 mL,将三通活塞转向水平直通状态,在抽气条件下,以氢氧化钠标准溶液(0.05 mol/L)滴定,使溶液刚变黄色。

5.2.9.1.4.2 样品的测定

准确称取 0.500 0 g 样品放入瓷舟中,在抽气的情况下将瓷舟用粗镍铬丝(或紫铜丝)送至管内最高温处(含硫化物的样品先送至管内低温处),迅速塞紧管端橡胶塞,待吸收液出现红色后以氢氧化钠标准溶液(0.05 mol/L)进行滴定,至出现 1 min 不变的黄色(含硫化物的样品当滴定至红色出现缓慢时,将瓷舟再送至管内最高温处继续滴定到 1 min 不变的黄色)将三通活塞转向上支口与吸收瓶通路,以洗瓶将水由三通活塞上支口加入,冲洗管壁三次,再以氢氧化钠标准溶液(0.05 mol/L)滴定到出现 1 min 不变的黄色为终点。将三通活塞再转向水平直通状态以备下一个样品的测定。

5.2.9.1.5 结果计算

三氧化硫含量按式(19)计算：

$$X_{11} = \frac{c \times V \times 49 \times 0.8163}{m_0 \times 1000} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (19)$$

式中：

- X_{11} ——三氧化硫的含量；
 c ——氢氧化钠标准溶液,单位为摩尔每升(mol/L)；
 V ——滴定消耗氢氧化钠标准溶液的体积,单位为毫升(mL)；
 m_0 ——样品质量,单位为克(g)；
 49 ——1/2 硫酸摩尔质量,单位为克每摩尔(g/mol)；
 0.8163 ——换算因数。

取两个平行测定结果的算术平均值作为报告值。

5.2.9.1.6 允许差

两个平行测定结果的绝对误差应符合表 14 的规定,否则,应重新测定。

表 14 三氧化硫含量的允许差

三氧化硫含量(质量分数)/%	允许差/%
<0.30	≤0.06
≥0.30	≤0.10

5.2.9.2 重量法

5.2.9.2.1 方法提要

样品经碳酸钠、氧化锌混合熔剂半熔,使硫化物和硫酸盐等的硫一起转化为可溶性的碱金属硫酸盐,用水提取,过滤,加入氯化钡,使硫酸根生成硫酸钡沉淀,然后过滤,洗涤,灼烧,称量而求得硫的含量。

5.2.9.2.2 试剂或材料

5.2.9.2.2.1 混合溶剂:二份氧化锌(固体)与三份无水碳酸钠(固体)研磨混合而成。

5.2.9.2.2.2 碳酸钠洗液(10 g/L):将 10.000 0 g 碳酸钠溶于 1 000 mL 水中。

5.2.9.2.2.3 甲基橙溶液(1 g/L):将 0.100 0 g 甲基橙溶于 100 mL 水中。

5.2.9.2.2.4 盐酸溶液(1+1):将盐酸与水等体积混合。

5.2.9.2.2.5 氯化钡溶液(100 g/L):将 10.000 0 g 二水氯化钡($\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$)溶于适量水中,稀释至 100 mL。

5.2.9.2.2.6 硝酸银溶液(10 g/L):将 1.000 0 g 硝酸银溶于 100 mL 水中。

5.2.9.2.3 仪器设备

5.2.9.2.3.1 分析天平:感量不大于 0.1 mg。

5.2.9.2.3.2 马弗炉:最高温度不低于 1 000 °C,控温精确度±20 °C以内。

5.2.9.2.3.3 瓷坩埚。

5.2.9.2.3.4 烧杯:250 mL。

5.2.9.2.3.5 电热板。

5.2.9.2.4 分析步骤

准确称取烘干的样品 0.5 g(精确至 0.000 1 g),放入预先装有 3 g~4 g 混合熔剂的瓷坩埚中,混匀后在表面覆盖 1 g~2 g 混合熔剂,然后将坩埚放入马弗炉中,稍开炉门,从低温升起至 500 °C~600 °C 后,关紧炉门,在 750 °C~800 °C 保温 1 h。取出冷却后,置于 250 mL 烧杯中,用热水浸取并洗净坩埚(试液如有绿色锰酸盐,可加几滴乙醇使之还原),加热煮沸数分钟并捣碎熔块,用慢速定量滤纸以倾泻法过滤,用热的碳酸钠洗液(10 g/L)洗涤烧杯 4 次~5 次,将残渣移入滤纸上,再洗涤残渣 10 次~12 次,弃去残渣。滤液加甲基橙溶液(1 g/L)2 滴~3 滴,用盐酸溶液(1+1)中和至试液呈红色后再过量 2 mL,用水稀释至 200 mL 左右,加热煮沸 5 min~10 min 使二氧化碳赶尽,在不断搅拌下,一次加入氯化钡溶液(100 g/L)10 mL,继续煮沸 1 min,在电热板上保温 30 min,取下放置 2 h(或静置 12 h),用慢速定量滤纸过滤(可加少量慢速定量滤纸浆能防止穿滤和便于洗涤),沉淀用热水洗涤至无氯离子[用硝酸银溶液(10 g/L)检查],将沉淀连同滤纸移入已恒重的瓷坩埚中,低温灰化。然后在 800 °C 灼烧 1 h,取出冷却,称量,再灼烧 30 min,再冷却称量,直至恒重。

5.2.9.2.5 结果计算

三氧化硫含量按式(20)计算:

$$X_{12} = \frac{m_7 \times 0.343 0}{m_0} \times 100\% \quad \dots\dots\dots(20)$$

式中:

X_{12} ——三氧化硫的含量;

m_7 ——硫酸钡质量,单位为克(g);

m_0 ——样品质量,单位为克(g);

0.343 0 ——硫酸钡与三氧化硫的换算系数。

取两个平行测定结果的算术平均值作为报告值。

5.2.9.2.6 允许差

同 5.2.9.1.6。

5.2.10 锰的测定

5.2.10.1 分光光度法(仲裁法)

5.2.10.1.1 方法提要

试液以硫酸驱赶氯离子后在磷酸介质中以高碘酸钾将二价锰离子氧化为七价锰,借分光光度计于 520 nm 波长处测定试液吸光度,自标准曲线中查出氧化锰质量,计算锰含量。

5.2.10.1.2 试剂或材料

5.2.10.1.2.1 高碘酸钾。

5.2.10.1.2.2 硫酸溶液(1+1):将硫酸在不断搅拌下慢慢倒入等体积的水中。

5.2.10.1.2.3 磷酸溶液(1+1):将磷酸在不断搅拌下倒入等体积的水中。

5.2.10.1.2.4 硫酸溶液(3%):将 3 mL 硫酸在不断搅拌下慢慢倒入 97 mL 水中。

5.2.10.1.2.5 氧化锰标准溶液(0.05 mg/mL):称取电解金属锰 0.383 g 溶于硫酸溶液(3%)中,冷却至室温,移入 1 L 容量瓶,用水稀释至刻度,摇匀。准确吸取上述溶液 50 mL 于 500 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,摇匀。此溶液 1 mL 相当于 0.05 mg 氧化锰(MnO)。

5.2.10.1.3 仪器设备

5.2.10.1.3.1 分光光度计。

5.2.10.1.3.2 滴定管:10 mL。

5.2.10.1.3.3 烧杯:150 mL、100 mL。

5.2.10.1.3.4 移液管:20 mL。

5.2.10.1.3.5 容量瓶:100 mL。

5.2.10.1.4 分析步骤

5.2.10.1.4.1 标准曲线的绘制

以 10 mL 滴定管准确分取氧化锰标准溶液(0.05 mg/mL)0 mL、1 mL、2 mL、3 mL、5 mL、7 mL、10 mL 分别置于 150 mL 烧杯中,加硫酸溶液(1+1)10 mL 及磷酸溶液(1+1)10 mL,以水稀释至 80 mL,加高碘酸钾 0.5 g,煮沸 3 min 并保温 10 min,取下冷至室温,移入 100 mL 容量瓶中以水稀释至刻度,摇匀,在分光光度计于 520 nm 波长处测定吸光度并绘制标准曲线。

5.2.10.1.4.2 样品的测定

以移液管吸取溶液 A 或溶液 B 20 mL 于 100 mL 烧杯中,加硫酸溶液(1+1)10 mL 于通风橱内加热蒸发至冒白烟,取下冷却,以水冲洗杯壁并稀释至 40 mL,以定性滤纸过滤,以水洗烧杯 3 次,洗沉淀 5 次~6 次,滤液以 150 mL 烧杯承接,加磷酸溶液(1+1)10 mL 及加高碘酸钾 0.5 g,以下按 5.2.10.1.4.1 标

准曲线绘制步骤进行。

注：冒白烟后无沉淀析出可不进行过滤。

5.2.10.1.5 结果计算

锰含量按式(21)计算：

$$X_{13} = \frac{m_8 \times 10}{m_0 \times 1\,000} \times 0.774\,5 \times 100\% \quad \dots\dots\dots(21)$$

式中：

- X_{13} ——锰的含量；
- m_8 ——自标准曲线中查得氧化锰质量,单位为毫克(mg)；
- m_0 ——样品质量,单位为克(g)；
- 0.774 5 ——锰与氧化锰的换算系数的数值。

取两个平行测定结果的算术平均值作为报告值。

5.2.10.1.6 允许差

两个平行测定结果的绝对误差应符合表 15 的规定,否则,应重新测定。

表 15 锰含量的允许差

锰含量(质量分数)/%	允许差/%
<0.10	≤0.02
≥0.10	≤0.06

5.2.10.2 原子吸收光谱法

5.2.10.2.1 方法提要

样品经硫酸、氢氟酸分解,加水溶解后干过滤,滤液与标准系列同在原子吸收分光光度计上测定吸光度。根据标准曲线查出的毫克数计算锰的百分含量。

5.2.10.2.2 试剂或材料

5.2.10.2.2.1 硫酸溶液(1+1):将硫酸在不断搅拌下慢慢倒入等体积的水中。

5.2.10.2.2.2 氢氟酸:密度 1.15 g/cm³。

5.2.10.2.2.3 氧化锰标准溶液(0.05 mg/mL):同 5.2.10.1.2.5。

5.2.10.2.3 仪器设备

5.2.10.2.3.1 原子吸收分光光度计。

5.2.10.2.3.2 滴定管:10 mL。

5.2.10.2.3.3 分析天平:感量不大于 0.1 mg。

5.2.10.2.3.4 容量瓶:50 mL。

5.2.10.2.3.5 铂坩埚。

5.2.10.2.4 分析步骤

5.2.10.2.4.1 标准曲线的绘制

以 10 mL 滴定管准确分取氧化锰标准溶液(0.05 mg/mL)0 mL、1 mL、2 mL、3 mL、5 mL、7 mL、

10 mL 于 50 mL 容量瓶中,加硫酸溶液(1+1)4 mL,以水稀释至刻度,摇匀,在原子吸收分光光度计上按仪器说明书规定的技术条件调试仪器并分别测定吸收度,绘制曲线。

5.2.10.2.4.2 样品的测定

准确称取 0.500 0 g 样品放于铂坩埚中,加硫酸溶液(1+1)2 mL、氢氟酸 5 mL,将坩埚置于通风橱内加热分解样品至冒白烟,取下冷却,残渣以少量水加热溶解后移入 50 mL 容量瓶中,加硫酸溶液(1+1)4 mL,以水稀释至刻度摇匀,干过滤,滤液与标准系列一同在原子吸收分光光度计上测定吸光度。

5.2.10.2.5 结果计算

锰含量按式(22)计算:

$$X_{14} = \frac{m_9}{m_0 \times 1\,000} \times 0.774\,5 \times 100\% \quad \dots\dots\dots(22)$$

式中:

X_{14} —— 锰的含量;

m_9 —— 自标准曲线中查得氧化锰质量,单位为毫克(mg);

m_0 —— 样品质量,单位为克(g);

0.774 5 —— 锰与氧化锰的换算系数的数值。

取两个平行测定结果的算术平均值作为报告值。

5.2.10.2.6 允许差

同 5.2.10.1.6。

5.2.11 烧失量的测定

5.2.11.1 仪器设备

5.2.11.1.1 分析天平:感量不大于 0.1 mg。

5.2.11.1.2 马弗炉:最高温度不低于 1 200 °C,控温精确度±20 °C以内。

5.2.11.1.3 瓷坩埚。

5.2.11.2 分析步骤

准确称取 1.000 0 g 样品放入已恒重的瓷坩埚中,将坩埚放入马弗炉,自低温逐渐升至 950 °C ~ 1 000 °C 并保温 1 h,取出坩埚置于干燥器中冷至室温,称量,反复灼烧至恒重。

5.2.11.3 结果计算

烧失量按式(23)计算:

$$X_{15} = \frac{m_{10} - m_{11}}{m_0} \times 100\% \quad \dots\dots\dots(23)$$

式中:

X_{15} —— 烧失量;

m_{10} —— 灼烧前坩埚及样品质量,单位为克(g);

m_{11} —— 灼烧后坩埚及样品质量,单位为克(g);

m_0 —— 样品质量,单位为克(g)。

取两个平行测定结果的算术平均值作为报告值。

5.2.11.4 允许差

两个平行测定结果的绝对误差应不大于 0.50%，否则，应重新测定。

5.2.12 铜的测定

5.2.12.1 方法提要

样品经酸分解后，蒸发至湿盐状，加适量水溶解，移入容量瓶中进行干过滤，滤液与标准系列同在原子吸收分光光度计上测定吸光度。根据标准曲线查出的毫克数计算铜的百分含量。

5.2.12.2 试剂或材料

5.2.12.2.1 盐酸：密度 1.19 g/cm³。

5.2.12.2.2 硝酸：密度 1.42 g/cm³。

5.2.12.2.3 硫酸溶液(1+1)：将硫酸在不断搅拌下慢慢倒入等体积的水中。

5.2.12.2.4 硝酸(1+1)：将硝酸与水等体积混合。

5.2.12.2.5 硝酸铜标准溶液(0.05 mg/mL)：准确称取金属铜(纯度≥99.9%)0.010 0 g 于 150 mL 烧杯中加硝酸溶液(1+1)10 mL，加热溶解，冷却后移入 200 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。此溶液 1 mL 相当于 0.05 mg 铜(Cu)。

5.2.12.3 仪器设备

5.2.12.3.1 原子吸收分光光度计。

5.2.12.3.2 滴定管：10 mL。

5.2.12.3.3 分析天平：感量不大于 0.1 mg。

5.2.12.3.4 容量瓶：50 mL。

5.2.12.3.5 烧杯：200 mL。

5.2.12.4 分析步骤

5.2.12.4.1 标准曲线的绘制

以 10 mL 滴定管准确分取硝酸铜标准溶液(0.05 mg/mL)0 mL、0.5 mL、1 mL、2 mL、3 mL、4 mL、6 mL、8 mL 于 50 mL 容量瓶中，加硫酸溶液(1+1)4 mL，以水稀释至刻度，摇匀，在原子吸收分光光度计上按仪器说明书规定的技术条件调试仪器并分别测定吸收度，绘制标准曲线。

5.2.12.4.2 样品的测定

准确称取 0.500 0 g 样品放入 200 mL 烧杯中，以水润湿样品后加盐酸 15 mL，加热分解，待硫化氢气体逸出后加硝酸 5 mL，继续加热分解样品并蒸至湿盐状，取下烧杯，加 5 mL 盐酸和 5 mL 水，加热溶解盐类，移入 50 mL 容量瓶后以水稀释至刻度，摇匀，进行干过滤，滤液与标准系列一同在原子吸收分光光度计上测定吸光度。

5.2.12.5 结果计算

铜含量按式(24)计算：

$$X_{16} = \frac{m_{12}}{m_0 \times 1\ 000} \times 100\% \quad \dots\dots\dots(24)$$

式中：

X_{16} ——铜的含量；

m_{12} ——自标准曲线中查得铜质量，单位为毫克(mg)；

m_0 ——样品质量，单位为克(g)。

所得结果修约至小数点后四位数。

取两个平行测定结果的算术平均值作为报告值。

5.2.12.6 允许差

两个平行测定结果的绝对误差应不大于 0.001 0%，否则，应重新测定。

5.3 物理性能和水含量的测定

5.3.1 样品制备

除试验方法有特殊规定外，按 5.2.1.1 和 5.2.2 制备样品。

5.3.2 二苯胍吸着率的测定

5.3.2.1 方法提要

借二苯胍溶于乙醇呈碱性反应的特性，以酸碱滴定法测定二苯胍乙醇溶液与样品作用前后之不同碱量，计算样品的二苯胍吸着率。

5.3.2.2 试剂和仪器设备

5.3.2.2.1 二苯胍乙醇溶液(0.01 mol/L)：以体积分数为 95%乙醇配置。

5.3.2.2.2 盐酸(0.01 mol/L)。

5.3.2.2.3 混合指示剂：三份溴甲酚绿指示剂(0.1%)与一份甲基红指示剂(0.2%)混合。

5.3.2.2.4 移液管：25 mL、50 mL。

5.3.2.2.5 酸式滴定管：50 mL。

5.3.2.2.6 具塞三角瓶：250 mL。

5.3.2.2.7 振荡机：振荡频率 243 次/min。

5.3.2.2.8 分析天平：感量 0.1 mg。

5.3.2.2.9 漏斗、滤纸。

5.3.2.3 测定步骤

称取 1.000 g 样品，放于 250 mL 烘干的具塞三角瓶中，以移液管准确加入二苯胍乙醇溶液 50 mL，加塞，于振荡机上摇振 30 min，取下进行干过滤(漏斗及滤液盛接容器上均加盖表面皿，以减少乙醇的挥发)，最初 5 mL 滤液弃去。用移液管准确吸取滤液 25 mL 于另一三角瓶中，加混合指示剂 4 滴，以盐酸(0.01 mol/L)进行滴定，溶液由翠绿经灰白突变为酒红色为终点。随同样品作空白试验。

5.3.2.4 结果计算

二苯胍吸着率按式(25)进行计算：

$$\omega_1 = \frac{V_0 - V}{V_0} \times 100\% \quad \dots\dots\dots(25)$$

式中：

w_1 ——二苯胍吸着率；

V_0 ——滴定空白消耗 0.01 mol/L 盐酸的体积，单位为毫升(mL)；

V ——滴定样品消耗 0.01 mol/L 盐酸的体积，单位为毫升(mL)。

所得结果修约至两位小数。

取两个平行测定结果的算术平均值作为报告值。

5.3.2.5 允许差

两个平行测定结果的绝对误差应不大于 0.50%，否则，应重新测定。

5.3.3 pH 的测定

5.3.3.1 仪器设备

5.3.3.1.1 酸度计：精度 0.1。

5.3.3.1.2 烧杯：50 mL，250 mL。

5.3.3.1.3 天平：感量 0.1 g。

5.3.3.1.4 电动搅拌器。

5.3.3.2 测定步骤

称取 10.0 g 样品，放入 250 mL 烧杯中，加 100 mL pH 为 6.8~7.2 的蒸馏水，以电动搅拌器搅拌 5 min，将部分悬浮液移入 50 mL 烧杯中，用酸度计测定悬浮液 pH。

所得结果表示至一位小数。取两个平行测定结果的算术平均值作为报告值。

5.3.3.3 允许差

两个平行测定结果的绝对误差应不大于 0.2 pH，否则，应重新测定。

5.3.4 白度的测定

5.3.4.1 1 280 °C 烧成样品的制备

称取用 5.2.2 方法制备成的样品约 100 g，置入瓷坩埚中缓慢升温至 1 280 °C，并保温 60 min，自然冷却至室温，再次按 5.2.2 方法制备得到 1 280 °C 烧成样品。

5.3.4.2 测定

按 GB/T 5950 规定进行测定。

5.3.5 水分含量的测定

5.3.5.1 仪器设备

5.3.5.1.1 搪瓷盘。

5.3.5.1.2 恒温干燥箱。

5.3.5.1.3 天平：感量 1 g，1 mg。

5.3.5.1.4 称量瓶。

5.3.5.1.5 干燥箱。



5.3.5.2 测定步骤

5.3.5.2.1 块状样品

称取 500 g~1 000 g 样品,准确到 2 g,放入已称量的搪瓷盘中,将搪瓷盘放入恒温干燥箱于 105 ℃~110 ℃烘 3 h。取出冷却至室温,称量,以后每烘 1 h 冷却称量一次,直到两次称量差不大于 2 g 为止。

5.3.5.2.2 粉状样品

称取约 10 g 样品,精确至 0.001 g,放入已称量的称量瓶中,将称量瓶放入恒温干燥箱于 105 ℃~110 ℃烘 2 h,加盖取出放入干燥箱中冷却至室温,称量,以后每烘 1 h 称量一次,直至两次称量差不大于 0.002 g 为止。

5.3.5.3 结果计算

水分含量按式(26)进行计算:

$$w_2 = \frac{m_1 - m_2}{m_0} \times 100\% \dots\dots\dots (26)$$

式中:

- w_2 ——水分含量;
- m_1 ——烘干前样品及搪瓷盘或称量瓶质量,单位为克(g);
- m_2 ——烘干后样品及搪瓷盘或称量瓶质量,单位为克(g);
- m_0 ——样品质量,单位为克(g)。

取两个平行测定结果的算术平均值作为报告值。

5.3.5.4 允许差

两个平行测定结果的块状样品的绝对误差应不大于 0.5%,粉状样品的绝对误差不得大于 0.1%,否则,应重新测定。

5.3.6 筛余量的测定

5.3.6.1 干筛法(适用于颗粒直径大于 0.1 mm 的样品)

5.3.6.1.1 仪器设备

- 5.3.6.1.1.1 样品筛:应符合 GB/T 6003.1 的规定。
- 5.3.6.1.1.2 中楷羊毛笔:毛长 25 mm~30 mm。
- 5.3.6.1.1.3 天平:感量 0.1 mg。

5.3.6.1.2 测定步骤

称取约 10 g 样品,精确至 0.01 g,放入按产品标准规定选用的样品筛内。手持筛子的上端轻轻摇动,用中楷羊毛笔将样品轻轻刷下,直至无粉粒下落为止,然后将剩余物仔细刷出称量,精确至 0.1 mg。

5.3.6.1.3 结果计算

干筛法筛余量按式(27)进行计算:

$$w_3 = \frac{m}{m_0} \times 100\% \dots\dots\dots (27)$$

式中：

w_3 ——干筛法筛余量；

m ——筛余物质量，单位为克(g)；

m_0 ——样品质量，单位为克(g)。

所得结果修约至两位小数。

取两个平行测定结果的算术平均值作为报告值。

5.3.6.1.4 允许差

两个平行测定结果的平均相对误差应不大于 15%，否则，应重新测定。

5.3.6.2 湿筛法(适用于颗粒直径小于 0.1 mm 的样品)

5.3.6.2.1 试剂和仪器设备

5.3.6.2.1.1 六偏磷酸钠溶液(质量分数):10%。

5.3.6.2.1.2 恒温干燥箱。

5.3.6.2.1.3 电动搅拌器。

5.3.6.2.1.4 带旋转筛座的样品筛:应符合 GB/T 6003.1 的规定。

5.3.6.2.1.5 中楷羊毛笔:毛长 25 mm~30 mm。

5.3.6.2.1.6 喷头:可控制水压在 0.03 MPa~0.05 MPa。

5.3.6.2.1.7 天平:感量 0.1 g,0.1 mg。

5.3.6.2.2 测定步骤

称取约 100 g 样品,精确至 0.1 g,放入适当容器中,加六偏磷酸钠溶液 20 mL 及水 400 mL,浸泡 10 min,将容器置于搅拌机下以 1 200 r/min 转速搅拌 30 min,以水冲净搅拌叶片后取出容器。将容器内的悬浮液和沉淀物全部倒入置于水池内的旋转筛中,洗净容器并控制水压在 0.03 MPa~0.05 MPa 范围内,用羊毛笔刷进行刷洗,连续冲洗筛内残余物,直至筛座下溢出的全部清水为止。将试验筛从筛座上取下,于 105 ℃~110 ℃的恒温干燥箱内烘 1 h,取出冷却,用毛笔刷处筛中残余物,进行称量,精确至 0.1 mg。

5.3.6.2.3 结果计算

湿筛法筛余量按式(28)进行计算:

$$w_4 = \frac{m}{m_0} \times 100\% \quad \dots\dots\dots(28)$$

式中：

w_4 ——湿筛法筛余量；

m ——筛余物质量，单位为克(g)；

m_0 ——样品质量，单位为克(g)。

取两个平行测定结果的算术平均值作为报告值。

5.3.6.2.4 允许差

两个平行测定结果的平均相对误差应不大于 25%，否则，应重新测定。

5.3.7 沉降体积的测定

5.3.7.1 仪器设备

5.3.7.1.1 具塞量筒:100 mL(每刻度 1 mL)。

5.3.7.1.2 天平:感量 0.1 g。

5.3.7.1.3 振荡机:振荡频率 243 次/min。

5.3.7.2 测定步骤

准确称取 10.0 g 样品,仔细倒入预先盛有 40 mL 蒸馏水的具塞量筒中,以少量蒸馏水冲洗筒壁,轻轻摇动量筒数次,使样品完全浸润,静置 10 min,以蒸馏水稀释至 100 mL,盖好玻塞,将具塞量筒水平固定于振荡机上,振荡 2 min,取下量筒,竖立静置 3 h,读取样品沉降体积。

5.3.7.3 结果计算

沉降体积按式(29)进行计算:

$$\omega_5 = \frac{V_1}{m_0} \dots\dots\dots (29)$$

式中:

ω_5 ——沉降体积,单位为毫升每克(mL/g);

V_1 ——样品沉降后所占体积,单位为毫升(mL);

m_0 ——样品质量,单位为克(g)。

取两个平行测定结果的算术平均值作为报告值。

5.3.7.4 允许差

两个平行测定结果的绝对误差应不大于 0.5 mL/g,否则,应重新测定。

5.3.8 分散沉降物的测定

5.3.8.1 方法提要

在有分散剂存在的条件下,加水将样品制成均匀分散体,由于细粒级非塑性物质不受分散剂影响,经一定时间后沉积于容器底部,根据沉积量的多少计算分散沉降物含量。

5.3.8.2 试剂和仪器设备

5.3.8.2.1 六偏磷酸钠溶液(质量分数):10%。

5.3.8.2.2 烧杯:50 mL,600 mL(距杯底 5 cm 高度处有刻度标记)。

5.3.8.2.3 天平:感量 0.1 g,0.1 mg。

5.3.8.2.4 恒温干燥箱。

5.3.8.2.5 电动搅拌器。

5.3.8.3 测定步骤

5.3.8.3.1 称取约 50 g 样品,精确至 0.1 g,放入适当容器中,加六偏磷酸钠溶液(10%)20 mL,加水 200 mL,浸泡 10 min 后,将容器置于电动搅拌下以 1 700 r/min 转速搅拌 30 min,用水洗净搅拌叶片后取出容器,将容器内的悬浮液和沉淀物全部移入 600 mL 烧杯内,洗涤容器的水也倒入该烧杯内。向烧杯内加水稀释至 500 mL 刻度处,用玻璃棒将悬浮液搅匀后放置 1 min,仔细将上层浑浊液慢慢倒出,注意防止将杯底沉淀物倒出。再加水至刻度,同上操作直至加入的清水不再出现浑浊为止。

5.3.8.3.2 仔细将杯中清水倒出,将沉淀物全部移至已知质量(准确到 0.1 mg)的 50 mL 烧杯中,将沉淀物冲洗干净后放置 1 min,仔细倒出烧杯上层清水,将烧杯置于恒温干燥箱中于 105 °C~110 °C 烘干,取出置于干燥器中冷却至室温,称量(准确到 0.1 mg)。

5.3.8.4 结果计算

分散沉降物含量按式(30)进行计算:

$$\omega_6 = \frac{m_4 - m_3}{m_0} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (30)$$

式中:

ω_6 ——分散沉降物的含量;

m_4 ——沉降物及烧杯质量,单位为克(g);

m_3 ——烧杯质量,单位为克(g);

m_0 ——样品质量,单位为克(g)。

所得结果修约至两位小数。

取两个平行测定结果的算术平均值作为报告值。

5.3.8.5 允许差

两个平行测定结果的平均相对误差应不大于 20%, 否则, 应重新测定。

5.3.9 悬浮度的测定

5.3.9.1 方法提要

样品经加水搅拌成均匀分散体后移入 1 000 mL 量筒中, 经一定时间后, 观察由于泥浆沉降出现的清液体积大小。

5.3.9.2 仪器设备

5.3.9.2.1 量筒: 1 000 mL(每刻度不大于 10 mL)。

5.3.9.2.2 烧杯: 600 mL。

5.3.9.2.3 恒温干燥箱。

5.3.9.2.4 天平: 感量 0.1 g。

5.3.9.2.5 搅拌: 上形漏板状。

5.3.9.2.6 电动搅拌器。

5.3.9.3 测定步骤

准确称取于 105 °C~110 °C 烘干的块状样品 30.0 g, 将块样破碎成最大尺寸不大于 5 mm 的细粒置于 600 mL 烧杯中, 加蒸馏水 200 mL 浸泡 10 min, 将烧杯置于搅拌器下以 1 200 r/min 的转速搅拌 10 min, 用蒸馏水洗净搅拌叶片取出烧杯, 将杯中悬浮液全部移入 1 000 mL 量筒中, 用蒸馏水洗净烧杯并稀释至刻度, 以专用搅拌(上形漏板状)上下搅动 0.5 min, 取出搅棒静置 20 min, 读取上层清液毫升数即为悬浮度。

5.3.9.4 允许差

两个平行测定结果的绝对误差应不大于 10 mL, 否则, 应重新测定。

5.3.10 粒度的测定(适用于直径小于 45 μm 样品)

5.3.10.1 沉降法(仲裁法)

5.3.10.1.1 方法提要

将样品预分散成均匀悬浮体, 根据 Stokes 定律以 Andreasen 移液管法测定各当量球径粒径含量。

5.3.10.1.2 试剂和仪器设备

- 5.3.10.1.2.1 六偏磷酸钠溶液(质量分数):10%。
- 5.3.10.1.2.2 氢氧化铵(1+1)。
- 5.3.10.1.2.3 蒸馏水。
- 5.3.10.1.2.4 恒温干燥箱。
- 5.3.10.1.2.5 烧杯:250 mL,50 mL。
- 5.3.10.1.2.6 超声波振荡器(功率 250 W,频率 26 kHz)。
- 5.3.10.1.2.7 沉降瓶(零位沉降高度 20 cm,总体积约 550 mL)。
- 5.3.10.1.2.8 吸气球。
- 5.3.10.1.2.9 电炉。
- 5.3.10.1.2.10 干燥器。
- 5.3.10.1.2.11 天平:感量 0.1 mg。

5.3.10.1.3 测定步骤

5.3.10.1.3.1 称取约 5 g 样品,精确到 0.001 g,放入 250 mL 烧杯中,加六偏磷酸钠溶液(10%)20 mL 及氢氧化铵(1+1)0.5 mL,加水稀释至 100 mL 搅匀,将烧杯置于超声波振荡器内振荡 15 min 分散完全后,取出烧杯,将杯中悬浮液全部移入沉降瓶中,洗净烧杯,以水稀释至沉降瓶上部刻度 5 mm 处。

5.3.10.1.3.2 将沉降瓶移液管插入沉降瓶中并转动三通活塞使移液管与沉降瓶接通,用吸气球将悬浮液吸至三通活塞处,转动三通活塞使移液管与沉降瓶断路,提起移液管少许,逐滴加水使插入移液管后悬浮液正好达到刻度高度,将沉降瓶静置 2 h 使与室温平衡,转动三通活塞使移液管与沉降瓶接通,由移液管上口加压将移液管三通活塞以下悬浮液压入沉降瓶中,关闭三通活塞。

5.3.10.1.3.3 用手指封闭沉降瓶出气孔,将沉降瓶用力摇动 2 min,将沉降瓶直立于台面后转动三通活塞使移液管与沉降瓶接通,立即吸取 10 mL 悬浮液(此悬浮液干量的粒径为 D_1)由三通活塞侧口放入已知质量(准确到 0.1 mg)的 50 mL 烧杯中,用水洗净移液管,洗涤液一并放入烧杯中,将沉降瓶再次摇动 1 min 直立后立即记录沉降起始时间。

5.3.10.1.3.4 同上操作按预先计算好的时间(沉降时间计算方法见附录 A)分别定时吸取 10 mL 悬浮液(此悬浮液干量的粒径为 D_2)于各已知质量的烧杯中,将小烧杯放于电炉上蒸发至近干后放入恒温干燥箱于 105 °C~110 °C 烘 1 h,将烧杯取出放入干燥器中冷却至室温,称量。

5.3.10.1.3.5 吸取悬浮液时如超过移液管刻度,可将多余悬浮液放回沉降瓶,但操作应缓慢进行防止沉降物泛起。吸取悬浮液不宜过快,一般控制在 15 s~20 s 范围内。在测试过程中应保持温度变化不超过 1 °C。为达到充分分散的目的,根据不同样品特性,可调整分散剂加入量或选其他分散剂和分散方法。

5.3.10.1.4 结果计算(见附录 A)

小于 D_1 的颗粒含量按式(31)进行计算:

$$\omega_7 = \frac{m_7 - m_6}{m_5 - m_6} \times 100\% \dots\dots\dots (31)$$

小于 D_2 的颗粒含量按式(32)进行计算:

$$\omega_8 = \frac{m_8 - m_6}{m_5 - m_6} \times 100\% \dots\dots\dots (32)$$

以此类推。

式中：

w_7 ——小于 D_1 的颗粒含量；

w_8 ——小于 D_2 的颗粒含量；

m_5 ——零位吸取悬浮液干量，单位为克(g)；

m_6 ——分散剂空白干量，单位为克(g)；

m_7 ——零位后第一次吸取悬浮液干量，单位为克(g)；

m_8 ——零位后第二次吸取悬浮液干量，单位为克(g)。

所得结果修约至一位小数。

取两个平行测定结果的算术平均值作为报告值。

5.3.10.1.5 允许差

两个平行测定结果的绝对误差应不大于 3%，否则，应重新测定。

5.3.10.2 代用方法

在实际应用时，为提高测试效率，可以使用根据离心、沉降、光散射等原理制作的各类粒度仪快速检验，但应保证样品在粒度仪样杯中达到完全分散状态，必要时应在粒度仪样杯中补加六偏磷酸钠溶液(10%)10 mL，有分歧时用上述沉降瓶法仲裁复验。

5.3.11 黏度浓度的测定

5.3.11.1 方法提要

样品在最佳分散条件下测定样品在不同固含量时的黏度值 η (mPa·s)，由于 $1/\sqrt{\eta}$ 与 c (样品浓度，%) 呈负相关关系，根据相应固含量和黏度值计算样品在 500 mPa·s 时的固含量。

5.3.11.2 试剂和仪器设备

5.3.11.2.1 六偏磷酸钠溶液(质量分数):10%。

5.3.11.2.2 氢氧化铵(1+1)。

5.3.11.2.3 聚丙烯酸钠溶液(体积分数):20%。

5.3.11.2.4 蒸馏水。

5.3.11.2.5 恒温干燥箱。

5.3.11.2.6 天平:感量 0.1 g。

5.3.11.2.7 烧杯:100 mL(高型)、200 mL。

5.3.11.2.8 滴定管:25 mL。

5.3.11.2.9 电动搅拌器。

5.3.11.2.10 旋转式黏度计。

5.3.11.3 测定步骤

5.3.11.3.1 样品流动固含量的测定

准确称取 20.0 g 样品，放入 200 mL 烧杯中，加入六偏磷酸钠溶液(10%)1 mL，氢氧化铵(1+1) 1 滴及水 4 mL，用搅棒搅匀。然后用滴定管加水，每加 0.2 mL 水搅匀并用搅棒试挑悬浮液一次，直到悬浮液用搅棒挑起刚能顺搅棒连续留下为止。样品流动固含量按式(33)进行计算：

$$w_9 = \frac{20}{V_2} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (33)$$

式中：

w_9 ——样品流动固含量；

V_2 ——悬浮液总量，单位为克(g)。

5.3.11.3.2 最佳分散剂用量试验

5.3.11.3.2.1 将 200.0 g 烘干的样品分成 100.0 g, 65.0 g 和 35.0 g 三份备用。

5.3.11.3.2.2 先将 100.0 g 样品倒入搅拌器中，加六偏磷酸钠溶液(10%) 3 mL 和氢氧化铵(1+1) 0.5 mL 并按(流动固含量加 2%) 计算加水量加入容器中，将电动搅拌器逐渐调到转速为 3 000 r/min~ 4 000 r/min 并保持这一转速，继续向容器中加入 65.0 g 样品，分散后再加入 35.0 g 样品，直至分散完全。

5.3.11.3.2.3 如在加入 65.0 g 样品时有分散不开情况出现，可向悬浮液补加 20% 聚丙烯酸钠 2 mL 搅拌并继续加样分散；如在 35.0 g 样品时有分散不开现象出现，可加 20% 聚丙烯酸钠 1 mL 继续搅拌至分散完全。

5.3.11.3.2.4 对黏度特别大的样品两次加入聚丙烯酸钠溶液后仍不能完全分散，则以每次降低 0.5% 固含量的方式逐次加水以促使分散完全。将完全分散后的悬浮液在 3 000 r/min 转速下搅拌 10 min，取下在 60 r/min 测定黏度值(不管黏度值能否测出均继续以下操作)。

5.3.11.3.2.5 将测定黏度后的悬浮液全部移入搅拌容器中，以滴定管向泥浆中每加 20% 聚丙烯酸钠 0.1 mL 搅匀测定一次黏度，直至取得最低黏度值。记录最低黏度值时加水量及所加各分散剂总量。

5.3.11.3.3 黏度浓度的测定

5.3.11.3.3.1 根据 5.3.11.3.2 试验得出的最低黏度值时的加水量及各分散剂总量加入搅拌容器中，在不断搅拌下慢慢加入 200.0 g 样品，加完样品后再 3 000 r/min 转速下搅拌 10 min，将泥浆移入 100 mL 高型烧杯中在 60 r/min 下测定黏度值 η_1 (此时固含量 S_1 可根据所加试剂及水量计算求得)。

5.3.11.3.3.2 将测定黏度后的悬浮液全部返回搅拌容器中，加水 10 mL 以电动搅拌器搅匀后再测定黏度值 η_2 ，并取部分悬浮液以烘干法测定固含量 S_2 。黏度浓度测定中，两次黏度测定均应在 24 °C ± 1 °C 条件下进行并在 20 min 内完成。操作过程中出现以下情况，分别处理：

- a) 样品完全分散后连续两次加入调节分散剂均测不出黏度，应以每次降低 0.5% 固含量的方式逐次加水直到刚可测出黏度值止，此后继续进行下步操作。
- b) 对黏度特别低的样品进行最佳分散剂用量试验时，初始分散剂 10% 六偏磷酸钠加入 1 mL ~ 2 mL，加水量按“流动固含量加 3%”进行计算，以六偏磷酸钠(25%) 或聚丙烯酸钠(10%) 进行调节。

注：未达到样品充分分散的目的，根据不同样品特性也可选用其他分散剂进行分散。

5.3.11.4 结果计算

黏度浓度含量按式(34)进行计算：

$$w_{10} = S_1 - \frac{(S_1 - S_2)(1/\sqrt{\eta_1} - 1/\sqrt{500})}{1/\sqrt{\eta_1} - 1/\sqrt{\eta_2}} \dots\dots\dots(34)$$

式中：

w_{10} ——黏度浓度含量，%；

S_1 ——测定时 η_1 的固含量(计算值)，%；

S_2 ——测定时 η_2 的固含量(计算值)，%；

η_1 ——固含量为 S_1 时测定的黏度值，单位为毫帕秒(mPa · s)；

η_2 ——固含量为 S_2 时测定的黏度值，单位为毫帕秒(mPa · s)。

取两个平行测定结果的算术平均值作为报告值。

5.3.11.5 允许差

两个平行测定结果的绝对误差应不大于 0.5%，否则，应重新测定。

5.3.12 吸油量的测定

按 GB/T 5211.15 规定进行测定。

5.3.13 遮盖力的测定

按 GB/T 5211.17 规定进行测定。

5.3.14 在有机体系中的分散性的测定

按 GB/T 1724 规定进行测定。

6 检验规则

6.1 组批与抽样

6.1.1 袋装产品以 2 000 袋为一批(不足 2 000 袋按一批计),按表 16 规定进行随机抽样。块状产品每袋取样不少于 2 kg;粉状产品每袋取样不少于 100 g。

表 16 袋装产品随机抽样表

批量/袋	<100	100~500	501~1 000	1 001~2 000
取样量/袋	5~10	15	20	30

6.1.2 散装产品以 30 t 为一批(不足 30 t 按一批计),在矿堆不同部位进行随机抽样。取样点不应少于 20 个,每点取样 2 kg。大于 30 t 时,取样点数按式(35)计算,每点取样 2 kg,将各个取样点的样品混合作为总混合样品。取样点数按式(35)进行计算:

$$n = n_1 \sqrt{Q/Q_1} \dots\dots\dots (35)$$

式中:

n ——取样点数,单位为个;

n_1 ——取样标准中规定的基本批量应取份样数(取样点 20 个);

Q ——实际批量,单位为吨(t);

Q_1 ——基本批量,单位为吨(t)。

6.2 样品加工

6.2.1 将所取样块样品全部混合,将样品破碎至最大尺寸不超过 30 mm 混匀,以四分法缩分一次(装运量 500 袋以上或散装 30 t 以上缩分两次)。将缩分后样品继续破碎至最大尺寸不超过 10 mm,混匀,再缩分至最后样品为 2 kg。取 1 kg 用于检验,其余部分封存备查。

6.2.2 粉状样品可直接混匀,以四分法缩分至最后样品为 0.5 kg。取 0.25 kg 用于检验时,其余部分封存备查。

6.3 检验分类

6.3.1 出厂检验

出厂检验项目应符合表 17 规定。

表 17 出厂检验项目

产品代号	出厂检验项目
ZT	白度、粒径小于 2 μm 的含量、分散沉降物、黏度浓度、三氧化二铝含量
ZT-(D)	白度、粒径小于 2 μm 的含量、45 μm 筛余量、分散沉降物、三氧化二铝含量
TT	外观、三氧化二铁含量、三氧化二铝含量、悬浮度
XT	沉降体积、125 μm 筛余量、水分含量
XT-(D)	白度、粒径小于 2 μm 的含量、45 μm 筛余量、三氧化二铝含量
TC	外观、三氧化二铁含量、二氧化钛含量、三氧化二铝含量
TC-(D)	外观、三氧化二铁含量、二氧化钛含量、三氧化二铝含量
TL	白度、水分含量、粒径小于 10 μm 的含量、45 μm 筛余量、三氧化二铝含量
TL-(D)	白度、粒径小于 2 μm 的含量、45 μm 筛余量、三氧化二铝含量

6.3.2 型式检验

型式检验项目为第 4 章规定的所有项目。有下列情况之一时，应进行型式检验：

- 正常生产情况下一年进行一次；
- 当矿源质量波动较大时；
- 加工工艺变更时；
- 长期停产后恢复生产时；
- 出厂检验结果与上次型式检验结果有较大差异时；
- 国家质量监督机构提出型式检验要求时。

6.4 判定规则

6.4.1 产品的指标全部符合标准要求时，则判定该批产品合格。

6.4.2 产品某一项指标不符合标准要求时，应加倍抽样复验，若复验结果全部符合标准要求，仍判定该批产品合格；若复验结果任何一项不符合标准要求时，则判定该批产品不合格。

7 标志、包装、运输和贮存

7.1 标志

袋装产品外包装上均应有产品名称、生产单位名称、净重等标志。产品应附“质量检验证书”，质量检验证书内容包括：

- 生产企业的名称；
- 产品名称和代号；
- 质量检验证书号码和日期；
- 批发货量；
- 产品检验和测试结果；
- 标准编号。

7.2 包装

袋装产品可以内衬塑料薄膜的塑料编结袋、以单层塑料编结袋、涂塑袋、各种类型纸袋进行包装,不能造成显著的粉尘外漏,每袋净重 $50\text{ kg}\pm 1\text{ kg}$ 或 $25\text{ kg}\pm 0.5\text{ kg}$ 。需方如有特殊要求可按协议进行。经双方协商可由需方自备包装物进行包装或散装。

7.3 运输和贮存

7.3.1 各种运输工具均有防雨设施,防止产品受潮。

7.3.2 产品贮存、中转堆放应有防雨设施,防止产品受潮。

7.3.3 装卸过程中应小心轻放,严禁抛掷和用钩子提拉。严防铁屑、煤屑、黄砂等杂质污染。



附 录 A
(规范性附录)

粒度测定沉降时间计算方法

A.1 根据 Stokes 定律由某极限 Stokes 直径颗粒沉降所需时间,按式(A.1)进行计算:

$$t = \frac{18\eta \cdot h}{(\sigma - \rho)g \cdot d^2} \times 10^8 \quad \dots\dots\dots (A.1)$$

式中:

- t ——某极限 Stokes 直径颗粒所需沉降时间,单位为秒(s);
- η ——介质黏度,单位为 0.1 帕秒(1/10 Pa·s);
- h ——沉降高度,单位为厘米(cm);
- σ ——样品密度,单位为克每立方厘米(g/cm³);
- ρ ——介质密度,单位为克每立方厘米(g/cm³);
- g ——重力加速度,单位为厘米每二次方秒(cm/s²);
- d ——所求极限 Stokes 直径,单位为微米(μ m)。

A.2 高岭土以水作分散介质时,不同温度下所需沉降时间应按式(A.2)~式(A.7)进行计算:

$$t_{15} = 13\ 000h/d^2 \quad \dots\dots\dots (A.2)$$

$$t_{18} = 12\ 100h/d^2 \quad \dots\dots\dots (A.3)$$

$$t_{20} = 11\ 500h/d^2 \quad \dots\dots\dots (A.4)$$

$$t_{22} = 10\ 800h/d^2 \quad \dots\dots\dots (A.5)$$

$$t_{25} = 10\ 200h/d^2 \quad \dots\dots\dots (A.6)$$

$$t_{30} = 9\ 200h/d^2 \quad \dots\dots\dots (A.7)$$

悬浮液每吸取一次,沉降高度下降 0.4 cm~0.5 cm,准确数值应以所用仪器反复试验确定。

