

(京)新登字 023 号

UDC 666.658 : 543.06
Q 64



GB/T 15343—94

中华人民共和国国家标准

GB/T 15343—94

滑石化学分析方法

Methods for chemical analysis of talc

中华人民共和国
国家标准
滑石化学分析方法
GB/T 15343—94

*

中国标准出版社出版
北京复兴门外三里河北街16号
邮政编码:100045
电话:8522112

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
新华书店北京发行所发行 各地新华书店经售
版权专有 不得翻印

*

开本 880×1230 1/16 印张 2 字数 58 千字
1995年8月第一版 1995年8月第一次印刷
印数 1—2 500

*

书号: 155066·1-11697 定价 16.00 元

*

标目 269—46



GB/T 15343-1994

1994-12-22 发布

1995-08-01 实施

国家技术监督局 发布

f. 氯化锶溶液(200 g/L):称取 336 g 氯化锶($\text{SrCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$)置于 1 000 mL 烧杯中,加入约 500 mL 水,温热使其溶解,冷却后移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至标线,混匀。贮存于塑料瓶中;

g. 氧化钙标准溶液(1 mL 溶液含有 0.1 mg 氧化钙):称取 0.178 5 g 已在 105~110℃干燥 2 h 的碳酸钙(光谱纯)于烧杯中,加少量水润湿后盖上表面皿,滴加盐酸(1+1)使其溶解并过量少许,用水冲洗杯壁,加热微沸以除去二氧化碳,冷却,移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至标线,混匀;

h. 氧化钾标准溶液(1 mL 溶液含有 0.1 mg 氧化钾):称取 0.158 3 g 已在 105~110℃干燥 2 h 的氯化钾(光谱纯)于烧杯中,加适量水溶解后移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至标线,混匀,贮存于塑料瓶中;

i. 氧化钠标准溶液(1 mL 溶液含有 0.1 mg 氧化钠):称取 0.188 6 g 已在 105~110℃干燥 2 h 的氯化钠(光谱纯)于烧杯中,加适量水溶解后移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至标线,混匀,贮存于塑料瓶中;

j. 三氧化二铁标准溶液(1 mL 溶液含有 0.1 mg 三氧化二铁):准确称取 0.100 0 g 已在 105~110℃干燥 2 h 的三氧化二铁(光谱纯)于 300 mL 烧杯中,加约 50 mL 水,30 mL 盐酸(1+1),5 mL 硝酸,低温加热至全部溶解,冷却后移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至标线,混匀;

k. 氧化钾、氧化钠、氧化钙、三氧化二铁混合系列标准溶液:准确分取氧化钾、氧化钠、氧化钙、三氧化二铁标准溶液(1 mL 溶液含有 0.1 mg 氧化钾,0.1 mg 氧化钠,0.1 mg 氧化钙,0.1 mg 三氧化二铁)各 0.00,0.10,0.20,0.30,0.40,0.50,0.60,0.70,0.80,0.90,1.00,2.00,3.00,4.00,5.00,6.00,7.00,8.00,9.00,10.00 mL,分别置于 100 mL 容量瓶中,加 4 mL 盐酸,5 mL 氯化锶溶液(200 g/L),用水稀释至标线,混匀。贮存于塑料瓶中,备用。该混合系列标准溶液的浓度分别为 0.000 0,0.000 1,0.000 2,0.000 3,0.000 4,0.000 5,0.000 6,0.000 7,0.000 8,0.000 9,0.001 0,0.002 0,0.003 0,0.004 0,0.005 0,0.006 0,0.007 0,0.008 0,0.009 0,0.010 0 mg/mL;

l. 原子吸收分光光度计。

5.20.3 分析步骤

5.20.3.1 试样处理

称取 0.1 g(精确至 0.000 1 g)试样置于铂皿中,用少量水润湿,加 0.5 mL 高氯酸,10 mL 氢氟酸,加热分解至白烟逸尽,取下稍冷,用少量水冲洗皿壁,加入 8 mL 盐酸(1+1),低温加热至盐类溶解。取下冷却,移入 100 mL 容量瓶中,加 5 mL 氯化锶溶液(200 g/L),用水稀释至标线,混匀。

5.20.3.2 仪器工作条件

根据使用仪器的型号,选择适当的工作参数(如空心阴极灯电流值、狭缝宽度、燃烧器高度、波长等)。通用测定条件列于表 15。

表 15

元素	波长,nm	火焰类型	火焰状态	测定特征浓度, $\mu\text{g}/\text{mL}/1\%$
K	766.5	空气-乙炔	氧化焰	0.10
Na	589.0	空气-乙炔	氧化焰	0.01
Fe	248.3	空气-乙炔	氧化焰	0.08
Ca	422.7	空气-乙炔	还原焰	0.06

5.20.3.3 测定

按表 15 所列仪器工作条件,比较测定试样溶液,空白试验溶液及与试样溶液浓度相近的混合系列标准溶液的氧化钾、氧化钠、氧化钙、三氧化二铁的吸光度值。

5.20.4 结果计算

试样溶液中待测元素氧化物的浓度 c_x (mg/mL)按式(30)计算:

中华人民共和国国家标准

GB/T 15343—94

滑石化学分析方法

Methods for chemical analysis of talc

1 主题内容与适用范围

本标准规定了滑石化学组成的分析方法。

本标准适用于测定滑石块及滑石粉的化学组成。

2 引用标准

GB 15341 滑石
GB 15342 滑石粉

3 总则

3.1 除水分测定外,试样应在 105~110℃干燥 2 h,并置干燥器中冷却至室温后,方可称样。

3.2 试样称量除有特殊规定外,应精确至 0.1 mg。本方法中所指恒重,系指两次称量之差不大于 0.3 mg。

3.3 本方法中所指水,系指蒸馏水或以其他方法处理的无离子水。所用溶液除特殊指明外,均系水溶液。

3.4 溶液的浓度为摩尔浓度或 1 L 溶液中含溶质的质量(g/L)。如(1+1)、(1+2)、(m+n)等系指溶质体积与水体积之比。

3.5 本方法所用试剂,应为分析纯或优级纯试剂;用于标定的试剂,除另有说明外,应为基准试剂。所用的酸或氨水,凡未注浓度者,均为浓酸或浓氨水。

3.6 除烧失量的测定外,其他各项测定应同时进行空白试验,并对所测结果加以校正。

3.7 除特殊规定外,分析结果(%)的数值,修约至第二位小数。

4 试样

4.1 试样的采取

4.1.1 滑石块试样的采取按 GB 15341 进行。

4.1.2 滑石粉试样的采取按 GB 15342 进行。

4.2 试样的制备

按 GB 15341、GB 15342 采制、送往实验室的样品(过 180 μm 筛)不得少于 1 kg,用四分法或缩分器缩减至 100 g,研磨至样品通过 75 μm 筛时,筛余量不超过 5%。再用四分法或缩分器缩减至 25 g,然后研磨至全部通过 75 μm 筛,以磁铁吸除破碎样品时带入的铁屑,充分拌匀,备用。

5 分析方法

5.1 烧失量的测定

国家技术监督局 1994-12-22 批准

1995-08-01 实施

5.1.1 方法提要

试样中所含的结晶水、碳酸盐、有机物及其他易挥发性物质,经高温灼烧分解逸出,根据试样灼烧前后质量差,计算烧失量的百分含量。

5.1.2 分析步骤

称取约 1 g 试样,精确至 0.0001 g,放入已恒重的瓷坩埚中,将盖斜置于坩埚上。将坩埚放入高温炉,自低温逐渐升至 1 000℃并保温 1 h,取出坩埚,置于干燥器中冷却至室温,称量,反复灼烧直至恒重。

5.1.3 结果计算

烧失量的百分含量(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 ——灼烧前坩埚及试样的质量, g;

m_2 ——灼烧后坩埚及试样的质量, g;

m ——试样的质量, g。

5.1.4 允许差

平行测定结果的允许差见表 1。

表 1

烧失量, %	允许差, %
<8.00	0.25
≥8.00	0.30

若平行测定结果之差在允许范围内,取其算术平均值为测定结果。否则,应重新测定。

5.2 二氧化硅的测定

5.2.1 动物胶凝聚重量法——滤液钼蓝比色法(A法)

5.2.1.1 方法提要

试样经碳酸钠熔融,在盐酸介质中用动物胶溶液使硅酸凝聚析出,经过滤、灼烧,氢氟酸处理,硅以四氟化硅形式逸出。然后以钼蓝比色法测定滤液中残余的二氧化硅。

5.2.1.2 试剂与仪器

- 无水碳酸钠;
- 盐酸;
- 盐酸(1+1;2+98);
- 硝酸银溶液(10 g/L):将 1 g 硝酸银溶于 50 mL 水中,加 15 滴硝酸(1+1),用水稀释至 100 mL;
- 动物胶溶液(10 g/L):将 1 g 明胶溶于 100 mL 约 70℃的水中(用时配制);
- 氢氟酸;
- 硫酸(1+1):将 1 体积的硫酸缓缓加于同体积的水中,混匀;
- 硫酸(1+4);
- 过硫酸铵溶液(100 g/L):称取 10 g 过硫酸铵于塑料杯中,加适量水溶解后稀释至 100 mL;
- 钼酸铵溶液(50 g/L):称取 5 g 钼酸铵于塑料杯中,加适量水溶解后,用水稀释至 100 mL;
- 焦硫酸钾;
- 抗坏血酸溶液(50 g/L):用时配制;
- 二氧化硅标准溶液(甲)(1 mL 溶液含有 0.2 mg 二氧化硅):准确称取 0.100 0 g 已在 1 000℃灼烧 1 h 的二氧化硅(基准或光谱纯试剂)于铂坩埚中,加 2 g 无水碳酸钠,混匀。再覆盖 1 g 无水碳酸钠,盖好坩埚盖,高温熔融 5~10 min,冷却后用热水将熔块浸出于盛有约 300 mL 热水的烧杯中,待全

仿溶液萃取一次,纯化后用水稀释至 100 mL。经纯化的氰化钾溶液易变为黄褐色,应在临用前进行纯化处理。必须注意,氰化钾剧毒,应安全使用;

j. 铅标准溶液(甲)(1 mL 溶液含有 0.1 mg 铅):配制方法同本标准 5.18.2;

k. 铅标准溶液(乙)(1 mL 溶液含有 0.001 mg 铅):配制方法同本标准 5.18.2。

5.19.3 分析步骤

5.19.3.1 分光光度法(A法)

5.19.3.1.1 工作曲线的绘制:

准确分取 0.00, 1.00, 3.00, 5.00, 10.00 mL 铅标准溶液(乙)(分别含有 0.000, 0.001, 0.003, 0.005, 0.010 mg 铅),分别放入 125 mL 分液漏斗中,各用水稀释至 25 mL。依次加入 2 mL 柠檬酸铵溶液(500 g/L), 1 mL 盐酸羟胺溶液(100 g/L), 3 滴百里酚蓝指示剂溶液(1 g/L), 摇匀。滴加氨水调节溶液呈绿色,加 1.0 mL 氰化钾溶液(100 g/L), 摇匀,再加 10.0 mL 吸光度为 0.15 的双硫脲氯仿溶液,振摇 2 min,静置分层。然后,使用分光光度计,10 mm 比色皿,以氯仿作参比,在波长 510 nm 处测定氯仿层的吸光度。以测得的吸光度为纵坐标,氯仿层比色溶液中铅的浓度为横坐标,绘制工作曲线。

5.19.3.1.2 试样的测定

分取 5.00~25.00 mL(视铅含量而定)按本标准 5.17.1.4 制备的试样溶液(D),放入 125 mL 分液漏斗中,用水稀释至 25 mL。以下操作步骤同工作曲线的绘制。

铅的百分含量(X_{21})按式(29)计算,计算结果的数值修约至四位小数。

$$X_{21} = \frac{c \times n}{m \times 10^6} \times 100 \quad \dots\dots\dots(29)$$

式中: c ——从工作曲线上查得的所分取试样溶液中铅的含量, mg;

n ——试样溶液(D)的总体积与所分取试样溶液的体积之比;

m ——试样的质量, g。

5.19.3.1.3 允许差

平行测定结果之间的允许差为 0.000 2%。

如果两个平行测定结果之差在允许范围内,取其算术平均值为测定结果。否则,应重新测定。

5.19.3.2 目视比色法(B法)

取两支 125 mL 分液漏斗,在一支中放入 5.00 mL 按本标准 5.17.1.4 制备的试样溶液(D),在另一支放入 5.00 mL(或 10.00 mL)铅标准溶液(乙)(1 mL 溶液含有 0.001 mg 铅)。各用水稀释至 25 mL。依次加入 2 mL 柠檬酸铵溶液(500 g/L), 1 mL 盐酸羟胺溶液(100 g/L), 3 滴百里酚蓝指示剂溶液(1 g/L), 摇匀。滴加氨水至溶液呈绿色,再加 1.0 mL 氰化钾溶液(100 g/L), 摇匀。加 10.00 mL 吸光度为 0.15 的双硫脲氯仿溶液,振摇 2 min,静置分层。

比较两分液漏斗中氯仿层的颜色,其试样氯仿层的紫红色程度深于标准铅氯仿层的颜色,此时试样中铅的含量大于 0.001 0%(或 0.002 0%)。反之,试样中铅的含量小于 0.001 0%(或 0.002 0%)。

5.20 氧化钾、氧化钠、氧化钙和三氧化二铁的测定(原子吸收光谱法)。

5.20.1 方法提要

试样用高氯酸-氢氟酸分解后,制成盐酸溶液,加铈盐做释放剂,使用原子吸收分光光度计测定试样溶液中钾、钠、钙、铁的吸光度,计算其含量。

5.20.2 试剂与仪器

- 盐酸:优级纯;
- 盐酸(1+1);
- 硝酸:优级纯;
- 氯化铈:优级纯;
- 高氯酸:优级纯;