



中华人民共和国国家标准

GB/T 5484—2024

代替 GB/T 5484—2012

石膏化学分析方法

Methods for chemical analysis of gypsum

2024-04-25发布

2024-11-01 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 术语和定义	1
4 试验的基本要求	1
5 试剂和材料	2
6 仪器与设备	15
7 试样的制备	17
8 膏状试样含水量的测定——干燥差减法	18
9 附着水的测定——干燥差减法	18
10 结晶水的测定——干燥差减法	19
11 三氧化硫的测定——硫酸钡称量法	19
12 二氧化硫和半水亚硫酸钙的测定——碘量法	21
13 二氧化硅的测定——氟硅酸钾容量法(基准法)	22
14 二氧化硅的测定——硅钼蓝分光光度法(代用法)	23
15 三氧化二铁的测定——邻菲罗啉分光光度法(基准法)	23
16 三氧化二铝的测定——EDTA 直接滴定铁铝含量(基准法)	24
17 氧化钙的测定——EDTA 滴定法	25
18 氧化镁的测定——EDTA 滴定差减法(代用法)	25
19 二氧化钛的测定——二安替比林甲烷分光光度法(基准法)	26
20 氧化钾和氧化钠的测定——火焰光度法(基准法)	26
21 氯离子的测定——硫氰酸铵容量法(基准法)	26
22 氟离子的测定——离子选择电极法	26
23 五氧化二磷的测定——磷钼蓝分光光度法(基准法)	26
24 二氧化碳的测定——碱石棉吸收称量法(基准法)	26
25 pH值的测定——离子选择电极法	27
26 水溶性五氧化二磷的测定——磷钼蓝分光光度法	27
27 水溶性氧化镁的测定——原子吸收光谱法	28
28 水溶性氧化钾和氧化钠的测定——火焰光度法	28
29 水溶性氯离子的测定——硝酸银滴定法	29
30 水溶性氟离子的测定——离子选择电极法	29
31 酸不溶物的测定——盐酸处理法	30
32 烧失量的测定——灼烧差减法(代用法)	31

GB/T 5484—2024

33	三氧化二铁的测定——EDTA 直接滴定法(代用法)	31
34	三氧化二铝的测定——EDTA 直接滴定法(代用法)	32
35	三氧化二铝的测定——硫酸铜返滴定法(代用法)	32
36	氧化镁的测定——原子吸收光谱法(基准法)	33
37	氯离子的测定——自动电位滴定法(代用法)	33
38	氯离子的测定——离子色谱法(代用法)	34
39	二氧化碳的测定——红外分析法(代用法)	34
40	电感耦合等离子体发射光谱法测定三氧化二铁、三氧化二铝、氧化镁、二氧化钛、氧化钾、 氧化钠、一氧化锰、五氧化二磷(代用法)	34
41	水溶性铬(VI)的测定	34
42	允许差	35
附录 A	(资料性) 电位滴定法测定氯离子时计量点的计算实例	37

前 言

本文件按照GB/T1.1—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/T5484—2012《石膏化学分析方法》，与GB/T5484—2012相比，除结构调整和编辑性改动外，主要技术变化如下：

- a) 将“其他分析结果以干燥基(见3.2)表示”修改为“其他各项分析结果的表示(收到基或干燥基)由使用者进行选择，必要时注明是收到基结果还是干燥基结果”(见4.2, 2012年版的4.2)；
- b) 删除了“将除了附着水以外的分析结果换算成干燥基结果。将测定的收到基结果X，换算成干燥基结果X按式(17)计算……”(见2012年版的7.1.2)；
- c) 删除了“氯离子的测定——磷酸蒸馏-汞盐滴定法(代用法)”(2012年版的第37章)；
- d) 增加了“氯离子的测定——离子色谱法(代用法)”(见第38章)；
- e) 删除了“二氧化碳的测定——自动光电滴定法(代用法)”(2012年版的第39章)；
- f) 增加了“二氧化碳的测定——红外分析法(代用法)”(见第39章)；
- g) 增加了“电感耦合等离子体发射光谱法测定三氧化二铁、三氧化二铝、氧化镁、二氧化钛、氧化钾、氧化钠、一氧化锰、五氧化二磷(代用法)”(见第40章)；
- h) 增加了“水溶性铬(VI)的测定”(见第41章)。

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。

本文件由全国水泥标准化技术委员会(SAC/TC 184)归口。

本文件起草单位：中国国检测试控股集团股份有限公司、安徽海螺水泥股份有限公司、北新集团建材股份有限公司、厦门艾思欧标准砂有限公司、包钢冀东水泥有限公司、聊城信源集团有限公司、绵阳职业技术学院、曲阳金隅水泥有限公司、泰山石膏有限公司、中材萍乡水泥有限公司、云南省建筑材料产品质量检验研究院、济宁中联水泥有限公司、宁夏中测计量测试检验院(有限公司)、广西都安西江鱼峰水泥有限公司、三峡公共检验检测中心、齐齐哈尔蒙西水泥有限公司、湖南润攸科技发展有限公司、北京城建建设工程有限公司、安徽美诺福科技有限公司、江苏苏盐井神股份有限公司、山西卓越水泥有限公司、东方雨虹砂粉科技集团有限公司。

本文件主要起草人：卢娟娟、李群峰、戴平、谢发权、孙志胜、崔健、白宏成、王小梅、马兆模、王瑞海、张庆华、张刚、王雅兰、王伟、余波、鹿晓泉、王琦、李春香、王业飞、符辉、高丹丹、贾春利、张军兴、任静怡、段兆辉、刘亚民、黎奉武、包巴力吉、张宇曦、雷震、李承光、邓程鸿、黄华、王欢、郭猛、霍君娣、宋世霞、杨舒华、刘江、兰文献、季少伟、刘杰、刘波、咸士刚、廖丽平、张大春、程文波、姜浩、滕朝晖、毛凯、赵伦。

本文件及其所代替文件的历次版本发布情况为：

——1985年首次发布，2000年第一次修订，2012年第二次修订；

——本次为第三次修订。

石膏化学分析方法

1 范围

本文件规定了天然石膏、硬石膏和工业副产石膏化学分析方法的基准法和代用法。
本文件适用于天然石膏、硬石膏和工业副产石膏。

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/T176 水泥化学分析方法

GB/T 2007.1 散装矿产品取样、制样通则 手工取样方法

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T12960 水泥组分的定量测定

GB31893 水泥中水溶性铬(VI) 的限量及测定方法

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1

收到基 received base

以收到状态的石膏为基准。

3.2

干燥基 dried base

以除去附着水的石膏为基准，即以石膏试样在 45℃ ±3 ℃干燥至恒量状态时的石膏为基准。

4 试验的基本要求

4.1 试验次数与要求

每一项测定的试验次数规定为两次，两次结果的绝对差值在同一实验室允许差(见表3)内，用两次试验结果的平均值表示测定结果。

4.2 质量、体积、滴定度和结果的表示

用“克(g)”表示质量，精确至0.0001 g。滴定管体积用“毫升(mL)”表示，读数精确至0.01 mL。滴定度单位用“毫克每毫升(mg/mL)”表示。

标准滴定溶液的浓度、滴定度和体积比经修约后保留有效数字四位。

pH 值分析结果保留至小数点后一位，水溶性铬(VI) 分析结果以毫克每千克(mg/kg) 表示至小数

点后一位，氯离子、水溶性五氧化二磷、水溶性氧化镁、水溶性氧化钾和氧化钠、水溶性氟离子、水溶性氟离子分析结果以质量分数(%)表示至小数点后三位，其他各项分析结果以质量分数(%)表示至小数点后二位。

报告中膏状试样含水量、附着水的分析结果以收到基表示；其他各项分析结果的表示(收到基或干燥基)由使用者进行选择，必要时注明是收到基结果还是干燥基结果。

4.3 空白试验

除了另有规定外，使用相同量的试剂，不加入试样，按照相同的测定步骤进行试验，对得到的测定结果进行校正。

4.4 灼烧

将滤纸和沉淀放入预先已灼烧并恒量的坩埚中，盖上坩埚盖(留有缝隙)，为避免产生火焰，在氧化性气氛中缓慢干燥、灰化至无黑色炭颗粒后，放入高温炉(见6.9)中，在规定的温度下灼烧。在干燥器(见6.7)中冷却至室温，称量。

4.5 恒量

除了膏状试样含水量的测定(见第8章)和附着水的测定(见第9章)另有规定外，其他恒量试验时经第一次灼烧或烘干、冷却、称量后，通过连续对器皿或试料每次至少15 min的灼烧或烘干，然后冷却、称量的方法来检查恒定质量，当连续两次称量之差小于0.0005 g时，即达到恒量。

4.6 检查氯离子(硝酸银检验)

按规定洗涤沉淀数次后，用少许水淋洗漏斗的下端，用数毫升水洗涤滤纸和沉淀，将滤液收集在试管中，加几滴硝酸银溶液(见5.24)，观察试管中溶液是否浑浊。如果浑浊，继续洗涤至用硝酸银检验不再浑浊为止。

4.7 检验方法的验证

本文件所列检验方法应按照国家标准样品/标准物质或不同检测方法之间进行对比检验，以验证方法的准确性。

5 试剂和材料

5.1 通则

除另有说明外，所用试剂应不低于分析纯，用于标定的试剂应为基准试剂。所用水应不低于GB/T 6682中规定的三级水的要求。本文件中无二氧化碳的水是指新煮沸并冷却至室温的水。离子色谱法、电感耦合等离子体发射光谱法所用试剂应不低于优级纯，所用水应不低于GB/T 6682中规定的二级水的要求。

本文件所列市售浓液体试剂的密度指20℃的密度(ρ)，单位为克每立方厘米(g/cm^3)。

在化学分析中，所用酸或氨水，凡未注浓度者均指市售的浓酸或浓氨水。

用体积比表示试剂稀释程度，例如：盐酸(1+5)表示1份体积的浓盐酸与5份体积的水相混合。

pH标准缓冲溶液按本文件配制，或使用袋装pH标准缓冲溶液粉剂配制。

5.2 盐酸(HCl)

1.18 g/cm³~1.19 g/cm³,质量分数为36%~38%。

5.3 硝酸(HNO₃)

1.39 g/cm³~1.41g/cm³,质量分数为65%~68%。

5.4 硫酸(H₂SO₄)

1.84 g/cm³,质量分数为95%~98%。

5.5 冰乙酸(CH₃COOH)

1.05 g/cm³,质量分数不小于99%。

5.6 磷酸(H₃PO₄)

1.68 g/cm³,质量分数不小于85%。

5.7 过氧化氢(H₂O₂)

1.11 g/cm³,质量分数为30%。

5.8 氨水(NH₃·H₂O)

0.90 g/cm³~0.91g/cm³,质量分数为25%~28%。

5.9 三乙醇胺[N(CH₂CH₂OH)₃]

1.12 g/cm³,质量分数不小于98%。

5.10 乙醇(C₂H₅OH)

体积分数为95%或无水乙醇。

5.11 乙醇胺(HOCH₂CH₂NH₂)

1.01g/cm³, 体积分数不小于99%。

5.12 盐酸溶液

5.12.1 盐酸(1+1)

将1份体积的浓盐酸与1份体积的水混合。

5.12.2 盐酸(1+5)

将1份体积的浓盐酸与5份体积的水混合。

5.12.3 盐酸(1+10)

将1份体积的浓盐酸与10份体积的水混合。

5.13 硝酸溶液

5.13.1 硝酸(1+1)

将1份体积的浓硝酸与1份体积的水混合。

5.13.2 硝酸(1+20)

将1份体积的浓硝酸与20份体积的水混合。

5.14 硫酸溶液

5.14.1 硫酸(1+1)

将1份体积的浓硫酸缓慢注入1份体积的水中，混匀。

5.14.2 硫酸(1+2)

将1份体积的浓硫酸缓慢注入2份体积的水中，混匀。

5.15 乙酸(1+1)

将1份体积的冰乙酸与1份体积的水混合。

5.16 氨水(1+1)

将1份体积的氨水与1份体积的水混合。

5.17 乙醇(1+4)

将1份体积的乙醇与4份体积的水混合。

5.18 三乙醇胺(1+2)

将1份体积的三乙醇胺与2份体积的水混合。

5.19 氢氧化钠(NaOH)

固体，密封保存。

5.20 氢氧化钾(KOH)

固体，密封保存。

5.21 氢氧化钠溶液(200 g/L)

将20 g 氢氧化钠(NaOH) 溶于水中，加水稀释至100 mL, 贮存于塑料瓶中。

5.22 氢氧化钾溶液(200 g/L)

将20 g 氢氧化钾(KOH) 溶于水中，加水稀释至100 mL, 贮存于塑料瓶中。

5.23 氯化钡溶液(100 g/L)

将10 g 氯化钡($\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) 溶于水中，加水稀释至100 mL, 若溶液中出现杂质及浑浊，应过滤

后使用。

5.24 硝酸银溶液(5 g/L)

将0.5 g 硝酸银(AgNO_3) 溶于水中, 加入1 mL 硝酸, 加水稀释至100 mL, 贮存于棕色瓶中。

5.25 无水碳酸钠(Na_2CO_3)

将无水碳酸钠用玛瑙研钵研细至粉末状, 贮存于密封瓶中。

5.26 钼酸铵溶液(50 g/L)

将 5 g 钼酸铵 $[(\text{NH}_4)_2\text{MoO}_4 \cdot 4\text{H}_2\text{O}]$ 溶于热水中, 冷却后加水稀释至100 mL, 贮存于塑料瓶

中, 若溶液中出现杂质及浑浊, 应过滤后使用。此溶液宜在一周内使用。

5.27 抗坏血酸溶液(5 g/L)

将0.5 g 抗坏血酸(V.C) 溶于100 mL 水中, 必要时过滤后使用。用时现配。

5.28 抗坏血酸溶液(50 g/L)

将 5 g 抗坏血酸(V.C) 溶于100 mL 水中, 必要时过滤后使用。用时现配。

5.29 pH 3.0 的缓冲溶液

将3.2 g 无水乙酸钠(CH_3COONa) 溶于水中, 加入120 mL 冰乙酸(CH_3COOH), 加水稀释至1 L。

5.30 pH 4.3 的缓冲溶液

将42.3 g 无水乙酸钠(CH_3COONa) 溶于水中, 加入80 mL 冰乙酸(CH_3COOH), 加水稀释至1 L。

5.31 pH 10 的缓冲溶液

将67.5 g 氯化铵(NH_4Cl) 溶于水中, 加入570 mL 氨水($\text{NH}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$), 加水稀释至1 L。

5.32 酒石酸钾钠溶液(100 g/L)

将10 g 酒石酸钾钠($\text{C}_4\text{H}_4\text{KNaO}_6 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$) 溶于水中, 加水稀释至100 mL。

5.33 钼酸铵溶液(15 g/L)

将 3g 钼酸铵 $[(\text{NH}_4)_2\text{MoO}_4 \cdot 4\text{H}_2\text{O}]$ 溶于100 mL 热水中, 加入60 mL 硫酸(1+1), 混匀。

冷却

后加水稀释至200 mL, 贮存于塑料瓶中, 必要时过滤后使用。此溶液宜在一周内使用。

5.34 氯化钾(KCl)

颗粒粗大时, 应研细后使用。

5.35 氯化钾溶液(50 g/L)

将50 g 氯化钾(KCl) 溶于水中, 加水稀释至1 L。

5.36 氯化钾-乙醇溶液(50 g/L)

将 5 g 氯化钾(KCl) 溶于50 mL 水后，加入50 mL 乙醇(见5. 10), 混匀。

5.37 氟化钾溶液(20 g/L)

将20 g 氟化钾($\text{KF} \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) 溶于水中, 加水稀释至1 L, 贮存于塑料瓶中。

5.38 氟化钾溶液(150 g/L)

将150 g 氟化钾($\text{KF} \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) 于塑料杯中, 加水溶解后, 加水稀释至1 L, 贮存于塑料瓶中。

5.39 邻菲罗啉溶液(10 g/L, 乙酸溶液)

将 1 g 邻菲罗啉($\text{C}_{12}\text{H}_{10}\text{N}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) 溶于100 mL 乙酸(1+1)中, 用时现配。

5.40 乙酸铵溶液(100 g/L)

将10 g 乙酸铵($\text{CH}_3\text{COONH}_4$) 溶于100 mL 水中。

5.41 乙酸铵溶液(250 g/L)

将25 g 乙酸铵($\text{CH}_3\text{COONH}_4$) 溶于水中, 加水稀释至100 mL。

5.42 氯化锶溶液(锶50 g/L)

将152 g 氯化锶($\text{SrCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$) 溶解于水中, 加水稀释至1 L, 必要时过滤后使用。

5.43 氢氧化钠溶液(0.1 mol/L)

将0.4 g 氢氧化钠(NaOH) 溶于100 mL 水中。

5.44 硝酸溶液(0.1 mol/L)

将0.7 mL 硝酸, 加水稀释至100 mL。

5.45 pH 6.0 的总离子强度配位缓冲溶液

将294.1 g 柠檬酸钠($\text{C}_6\text{H}_5\text{Na}_3\text{O}_7 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) 溶于水中, 用盐酸(1+1)和氢氧化钠溶液(见5.21) 调节溶液的 pH 值至6.0, 加水稀释至1 L。

5.46 pH 4.00 标准缓冲溶液(25 °C)

称取2.552 g 已于105 °C~110 °C 烘过2 h 的苯二甲酸氢钾($\text{C}_8\text{H}_4\text{O}_4$, 基准试剂), 精确至 0.0001g, 置于200 mL 烧杯中, 加入约100 mL 无二氧化碳的水, 加热并搅拌使其溶解, 冷却至室温 后, 移入250 mL 容量瓶中, 用无二氧化碳的水洗净烧杯并稀释至标线, 摇匀。不同温度下的磷酸盐 pH 标准缓冲溶液的 pH 值见表1。

表 1 标准缓冲溶液的 pH 值

温度/°C	苯二甲酸氢钾 pH标准缓冲溶液	磷酸盐 pH标准缓冲溶液的 pH值	硼酸盐 pH标准缓冲溶液的 pH值
10	4.00	6.92	9.33

15	4.00	6.90	9.28
----	------	------	------

表 1 标准缓冲溶液的 pH 值 (续)

温度/℃	苯二甲酸氢钾 pH标准缓冲溶液	磷酸盐 pH标准缓冲溶液的pH值	硼酸盐 pH标准缓冲溶液的pH值
20	4.00	6.88	9.23
25	4.00	6.86	9.18
30	4.01	6.85	9.14
35	4.02	6.84	9.10
40	4.03	6.84	9.07
45	4.04	6.83	9.04

5.47 pH 6.86 标准缓冲溶液 (25℃)

称取2.238 g 磷酸氢二钠($\text{Na}_2\text{HPO}_4 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$) 与0.851 g 磷酸二氢钾(KH_2PO_4), 精确至0.0001g, 置于200 mL 烧杯中, 加入约100 mL 无二氧化碳的水, 加热并搅拌使其溶解, 冷却至室温后, 移入250 mL 容量瓶中, 用无二氧化碳的水洗净烧杯并稀释至标线, 摇匀。不同温度下的磷酸盐 pH 标准缓冲溶液的 pH 值见表1。

5.48 pH 9.18 标准缓冲溶液 (25℃)

称取0.953 g 四硼酸钠($\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$), 精确至0.0001 g, 置于200 mL 烧杯中, 加入约100 mL 无二氧化碳的水, 加热并搅拌使其溶解, 冷却至室温后, 移入250 mL 容量瓶中, 用无二氧化碳的水洗净烧杯并稀释至标线, 摇匀。不同温度下的硼酸盐 pH 标准缓冲溶液的 pH 值见表1。

5.49 二氧化硅(SiO_2) 标准溶液

5.49.1 二氧化硅标准溶液的配制

称取0.1000 g 已于1000℃~1100℃灼烧过1 h 的二氧化硅(SiO_2 , 光谱纯), 精确至0.0001 g, 置于铂坩埚中, 加入2 g 无水碳酸钠(见5.25), 搅拌均匀, 在950℃~1000℃高温下熔融15 min。冷却后, 将坩埚浸入于盛有约100 mL 沸水的塑料烧杯中, 待熔融物全部溶解, 冷却至室温后, 移入1000 mL 容量瓶中, 用水稀释至标线, 摇匀, 贮存于塑料瓶中。此标准溶液每毫升含0.1 mg 二氧化硅。

5.49.2 工作曲线的绘制

吸取每毫升含0.1 mg 二氧化硅的标准溶液0 mL;1.00 mL;2.00 mL;4.00 mL;6.00 mL;8.00 mL 分别放入100 mL 容量瓶中, 加水稀释至约40 mL, 依次加入5 mL 盐酸(1+10), 8 mL 乙醇(见5.10), 6 mL 钼酸铵溶液(见5.26), 摇匀。放置30 min 后, 加入20 mL 盐酸(1+1), 5 mL 抗坏血酸溶液(见5.27), 用水稀释至标线, 摇匀。放置60 min 后, 用分光光度计(见6.13), 10 mm 比色皿, 以水作参比, 于波长660 nm 处测定溶液的吸光度。用测得的吸光度作为相对应的二氧化硅含量的函数, 绘制工作曲线。

5.50 三氧化二铁(Fe_2O_3) 标准溶液

5.50.1 三氧化二铁标准溶液的配制

称取0.1000 g 已于950℃灼烧过60 min 的三氧化二铁(Fe_2O_3 , 光谱纯), 精确至0.0001 g, 置于 300 mL 烧杯中, 依次加入50 mL 水、30 mL 盐酸(1+1)、2 mL 硝酸, 低温加热至微沸, 待全部溶解, 冷却至室温后, 移入1000 mL 容量瓶中, 用水稀释至标线, 摇匀。此标准溶液每毫升含0.1 mg 三氧化二铁。

5.50.2 工作曲线的绘制

吸取每毫升含0.1 mg 三氧化二铁标准溶液0 mL;1.00 mL;2.00 mL;3.00 mL;4.00 mL;5.00 mL;6.00 mL 分别放入100 mL 容量瓶中, 加水稀释至约50 mL, 加入5 mL 抗坏血酸溶液(见5.27), 放置5 min 后, 加入5 mL 邻菲罗啉溶液(见5.39)、10 mL 乙酸铵溶液(见5.40), 用水稀释至标线, 摇匀。放置30 min 后, 用分光光度计(见6.13), 10 mm 比色皿, 以水作参比, 于波长510 nm 处测定溶液的吸光度。用测得的吸光度作为相对应的三氧化二铁含量的函数, 绘制工作曲线。

5.51 五氧化二磷(P_2O_5) 标准溶液

5.51.1 五氧化二磷标准溶液的配制

称取0.1917 g 已于105℃~110℃烘过2 h 的磷酸二氢钾(KH_2PO_4 , 基准试剂), 精确至 0.0001g, 置于300 mL 烧杯中, 加水溶解后, 移入1000 mL 容量瓶中, 用水稀释至标线, 摇匀。此标准溶液每毫升含0.1 mg 五氧化二磷。

吸取50.00 mL 上述标准溶液放入500 mL 容量瓶中, 用水稀释至标线, 摇匀。此标准溶液每毫升含0.01 mg 五氧化二磷。

5.51.2 工作曲线的绘制

吸取每毫升含0.01 mg 五氧化二磷的标准溶液0 mL;2.00 mL;4.00 mL;6.00 mL;8.00 mL;10.00 mL;15.00 mL;20.00 mL;25.00 mL 分别放入200 mL 烧杯中, 加水稀释至50 mL, 加入10 mL 钼酸铵溶液(见5.33)和2 mL 抗坏血酸溶液(见5.28), 加热煮沸并微沸(1.5±0.5) min, 冷却至室温后, 移入100 mL 容量瓶中, 用盐酸(1+10)洗涤烧杯并用盐酸(1+10)稀释至标线, 摇匀。用分光光度计(见6.13), 10 mm 比色皿, 以水作参比, 于波长730 nm 处测定溶液的吸光度。用测得的吸光度作为相对应的五氧化二磷含量的函数, 绘制工作曲线。

5.52 氧化镁(MgO) 标准溶液

5.52.1 氧化镁标准溶液的配制

称取1.0000 g 已于950℃±25℃灼烧过1 h 的氧化镁(MgO , 基准试剂或光谱纯), 精确至 0.0001g, 置于250 mL 烧杯中, 加入50 mL 水, 再缓缓加入20 mL 盐酸(1+1), 低温加热至完全溶解, 冷却至室温后, 移入1000 mL 容量瓶中, 用水稀释至标线, 摇匀。此标准溶液每毫升含1 mg 氧化镁。

吸取25.00 mL 上述标准溶液放入500 mL 容量瓶中, 用水稀释至标线, 摇匀。此标准溶液每毫升

含0.05 mg 氧化镁。

5.52.2 工作曲线的绘制

吸取每毫升含0.05 mg 氧化镁的标准溶液0 mL;2.00 mL;4.00 mL;6.00 mL;8.00 mL;10.00 mL;12.00 mL分别放入500 mL 容量瓶中,加入30 mL 盐酸和15 mL 氯化锶溶液(见5.42),用水稀释至标线,摇匀。此系列标准溶液分别每毫升含0.0002 mg;0.0004 mg;0.0006mg;0.0008mg;0.0010 mg;0.0012 mg氧化镁。将原子吸收分光光度计(见6.15)调节至最佳工作状态,在空气-乙炔火焰中,用镁元素空心阴极灯,于波长285.2 nm 处,以水校零测定溶液的吸光度。用测得的吸光度作为相对应的氧化镁浓度的函数,绘制工作曲线。

5.53 氧化钾(K₂O)、氧化钠(Na₂O) 标准溶液

5.53.1 氧化钾、氧化钠标准溶液的配制

称取1.5829 g 已于105℃~110℃烘过2 h 的氯化钾(KCl, 基准试剂或光谱纯)及1.8859 g 已于105℃~110℃烘过2 h 的氯化钠(NaCl, 基准试剂或光谱纯),精确至0.0001 g,置于烧杯中,加水溶解后,移入1000 mL 容量瓶中,用水稀释至标线,摇匀,贮存于塑料瓶中。此标准溶液每毫升含1 mg 氧化钾及1 mg 氧化钠。

5.53.2 工作曲线的绘制

吸取每毫升含1 mg 氧化钾及1 mg 氧化钠的标准溶液0 mL;2.50 mL;5.00 mL;10.00 mL;15.00 mL;20.00 mL分别放入500 mL 容量瓶中,用水稀释至标线,摇匀,贮存于塑料瓶中。此系列标准溶液分别每毫升含0.005 mg;0.010 mg;0.020 mg;0.030 mg;0.040 mg 氧化钾和氧化钠。将火焰光度计(见6.14)调节至最佳工作状态,按仪器使用规程进行测定。用测得的检流计读数作为相对应的氧化钾和氧化钠浓度的函数,绘制工作曲线。

5.54 氟离子(F⁻) 标准溶液

5.54.1 氟离子标准溶液的配制

称取0.2763 g 已于105℃~110℃烘过2 h 的氟化钠(NaF, 优级纯),精确至0.0001 g,置于塑料烧杯中,加水溶解后,移入500 mL 容量瓶中,用水稀释至标线,摇匀,贮存于塑料瓶中。此标准溶液每毫升含0.25 mg 氟离子。

吸取每毫升含0.25 mg 氟离子的标准溶液2.00 mL;10.00 mL;20.00 mL;40.00 mL;60.00 mL分别放入500 mL 容量瓶中,用水稀释至标线,摇匀,贮存于塑料瓶中。此系列标准溶液分别每毫升含0.001 mg;0.005 mg;0.010 mg;0.020 mg;0.030 mg氟离子。

5.54.2 工作曲线的绘制

吸取每毫升含0.001 mg;0.005mg;0.010 mg;0.020 mg;0.030 mg氟离子标准溶液各10.00 mL,分别放入50 mL 干的烧杯中,分别准确加入10.00 mL pH6.0 的总离子强度配位缓冲液(见5.45),放入一根磁力搅拌棒。将烧杯放在磁力搅拌器(见6.12)上,用离子计或酸度计(见6.18)测量溶液的平衡电位,在溶液中插入氟离子选择电极和饱和氯化钾甘汞电极,搅拌2 min,待数值稳定后读取电位值。用单对数坐标纸,以对数坐标为氟离子的浓度,常数坐标为电位值,绘制工作曲线。

5.55 碳酸钙标准溶液[c(CaCO₃)=0.024 mol/L]

称取0.6 g(m₁) 已于105℃~110℃烘过2 h 的碳酸钙(CaCO₃, 基准试剂),精确至0.0001 g,置于

400 mL 烧杯中, 加入约100 mL 水, 盖上表面皿, 沿杯口慢慢加入6 mL 盐酸(1+1), 搅拌至碳酸钙全部溶解, 加热煮沸并煮沸1 min~2 min。冷却至室温后, 移入250 mL 容量瓶中, 用水稀释至标线, 摇匀。

5.56 EDTA 标准滴定溶液 [c(EDTA)=0.015 mol/L]

5.56.1 EDTA 标准滴定溶液的配制

称取5.6 g EDTA(乙二胺四乙酸二钠, $\text{C}_{10}\text{H}_{16}\text{N}_2\text{O}_8\text{Na}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) 置于烧杯中, 加入约200 mL

水, 加热溶解, 过滤, 加水稀释至1 L, 摇匀。

5.56.2 EDTA 标准滴定溶液浓度的标定

吸取25.00 mL 碳酸钙标准溶液(见5.55)放入300 mL 烧杯中, 加水稀释至约200 mL 水, 加入少许的 CMP 混合指示剂(见5.64), 在搅拌下加入氢氧化钾溶液(见5.22)至出现绿色荧光后再过量2 mL~3 mL, 用 EDTA 标准滴定溶液滴定至绿色荧光消失并呈现红色(V_1)。

EDTA 标准滴定溶液的浓度按式(1)计算:

$$c(\text{EDTA}) = \frac{m_1 \times 1000}{(V_1 - V_m) \times 10 \times 100.09} = \frac{m_1}{(V_1 - V_m) \times 1.0009} \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

- c(EDTA)——EDTA 标准滴定溶液的浓度, 单位为摩尔每升(mol/L);
- m_1 —— 按5.55配制碳酸钙标准溶液的碳酸钙的质量, 单位为克(g);
- V_1 —— 滴定时消耗 EDTA 标准滴定溶液的体积, 单位为毫升(mL);
- V_m —— 空白试验滴定时消耗 EDTA 标准滴定溶液的体积, 单位为毫升(mL);
- 10 —— 全部碳酸钙标准溶液与所分取溶液的体积比;
- 100.09 —— CaCO_3 的摩尔质量, 单位为克每摩尔(g/mol)。

5.56.3 EDTA 标准滴定溶液对各氧化物的滴定度的计算

EDTA 标准滴定溶液对三氧化二铁、三氧化二铝、氧化钙、氧化镁的滴定度分别按式(2)、式(3)、式(4)、式(5)计算:

$$T_{\text{Fe}_2\text{O}_3} = c(\text{EDTA}) \times 79.84 \quad \dots\dots\dots (2)$$

$$T_{\text{Al}_2\text{O}_3} = c(\text{EDTA}) \times 50.98 \quad \dots\dots\dots (3)$$

$$T_{\text{CaO}} = c(\text{EDTA}) \times 56.08 \quad \dots\dots\dots (4)$$

$$T_{\text{MgO}} = c(\text{EDTA}) \times 40.31 \quad \dots\dots\dots (5)$$

式中:

- $T_{\text{Fe}_2\text{O}_3}$ —— EDTA 标准滴定溶液对三氧化二铁的滴定度, 单位为毫克每毫升(mg/mL);
- c(EDTA)——EDTA 标准滴定溶液的浓度, 单位为摩尔每升(mol/L);
- 79.84 —— Fe_2O_3 的1/2摩尔质量, 单位为克每摩尔(g/mol);
- $T_{\text{Al}_2\text{O}_3}$ —— EDTA 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);
- 50.98 —— Al_2O_3 的1/2摩尔质量, 单位为克每摩尔(g/mol);
- T_{CaO} —— EDTA 标准滴定溶液对氧化钙的滴定度, 单位为毫克每毫升(mg/mL);
- 56.08 —— CaO 的摩尔质量, 单位为克每摩尔(g/mol);
- T_{MgO} —— EDTA 标准滴定溶液对氧化镁的滴定度, 单位为毫克每毫升(mg/mL);

40.31 ——MgO 的摩尔质量，单位为克每摩尔(g/mol)。

5.57 硫酸铜标准滴定溶液 [$c(\text{CuSO}_4)=0.015 \text{ mol/L}$]

5.57.1 硫酸铜标准滴定溶液的配制

称取3.7 g 硫酸铜($\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$) 溶于约200 mL 水, 加入4滴~5滴硫酸(1+1), 加水稀释至

1 L, 摇匀

5.57.2 EDTA 标准滴定溶液与硫酸铜标准滴定溶液体积比的标定

从滴定管中缓慢放出10.00 mL~15.00 mL EDTA 标准滴定溶液(见5.56) (V_2) 于300 mL 烧杯中, 加水稀释至约150 mL, 加入15 mL pH4.3 的缓冲溶液(见5.30), 加热至沸, 取下稍冷, 加入4滴~5滴PAN 指示剂溶液(见5.68), 用硫酸铜标准滴定溶液滴定至亮紫色(V_3)。

EDTA 标准滴定溶液与硫酸铜标准滴定溶液的体积比按式(6)计算:

$$K_1 = \frac{V_2}{V_3} \quad \dots\dots\dots (6)$$

式中:

K_1 —— EDTA 标准滴定溶液与硫酸铜标准滴定溶液的体积比;

V_2 —— 加入 EDTA 标准滴定溶液的体积, 单位为毫升(mL);

V_3 —— 滴定时消耗硫酸铜标准滴定溶液的体积, 单位为毫升(mL)。

5.58 氢氧化钠标准滴定溶液 [$c(\text{NaOH})=0.15 \text{ mol/L}$]

5.58.1 氢氧化钠标准滴定溶液的配制

称取30 g 氢氧化钠(NaOH) 溶于水后, 加水稀释至5 L, 充分摇匀, 贮存于塑料瓶中, 宜采用装有钠石灰干燥管的胶塞。

5.58.2 氢氧化钠标准滴定溶液浓度的标定

称取0.8 g (m_2) 已于105 °C~110 °C 烘过2 h 的苯二甲酸氢钾($\text{C}_8\text{H}_6\text{O}_4$, 基准试剂), 精确至 0.0001g, 置于300 mL 烧杯中, 加入约200 mL 预先新煮沸过并冷却后用氢氧化钠溶液中和至酚酞呈微红色的冷水, 搅拌使其溶解, 加入6滴~7滴酚酞指示剂溶液(见5.66), 用氢氧化钠标准滴定溶液滴定至微红色(V_4)。

氢氧化钠标准滴定溶液的浓度按式(7)计算:

$$c(\text{NaOH}) = \frac{m_2 \times 1000}{V_4 \times 204.2} \quad \dots\dots\dots (7)$$

式中:

$c(\text{NaOH})$ —— 氢氧化钠标准滴定溶液的浓度, 单位为摩尔每升(mol/L);

m_2 —— 苯二甲酸氢钾的质量, 单位为克(g);

V_4 —— 滴定时消耗氢氧化钠标准滴定溶液的体积, 单位为毫升(mL);

204.2 —— 苯二甲酸氢钾的摩尔质量, 单位为克每摩尔(g/mol)。

5.58.3 氢氧化钠标准滴定溶液对二氧化硅的滴定度的计算

氢氧化钠标准滴定溶液对二氧化硅的滴定度按式(8)计算:

$$T_{\text{sog}} = c(\text{NaOH}) \times 15.02 \dots\dots\dots (8)$$

式中：

- T_{SO_2} —— 氢氧化钠标准滴定溶液对二氧化硅的滴定度, 单位为毫克每毫升(mg/mL);
 $c(NaOH)$ —— 氢氧化钠标准滴定溶液的浓度, 单位为摩尔每升(mol/L);
 15.02 —— SiO_2 的1/4摩尔质量, 单位为克每摩尔(g/mol)。

5.59 硫代硫酸钠标准滴定溶液 [$c(Na_2S_2O_3)=0.1 \text{ mol/L}$]

5.59.1 硫代硫酸钠标准滴定溶液的配制

称取25g 硫代硫酸钠($Na_2 S_2 O_3 \cdot 5H_2 O$) 及0.2 g 无水碳酸钠($Na_2 CO_3$) 溶于约200 mL 无二氧化碳的水中, 再用无二氧化碳的水稀释至1000 mL, 摇匀, 贮存于棕色瓶中。

由于硫代硫酸钠标准溶液不稳定, 建议在每批试验之前重新标定。

5.59.2 硫代硫酸钠标准滴定溶液浓度的标定

称取0.10 g~0.12 g(m_3)已于120℃烘过2 h 的碘酸钾(KIO_3 , 基准试剂), 精确至0.0001 g, 置于250 mL锥形瓶中, 加入2 g 碘化钾(KI) 和50 mL 水, 摇动溶解后, 加入20 mL 盐酸(1+1), 用硫代硫酸钠标准滴定溶液滴定至浅黄色后, 加入约2 mL 淀粉溶液(见5.72), 再继续滴定至蓝色消失(V_4)。

硫代硫酸钠标准滴定溶液的浓度按式(9)计算:

$$c(Na_2S_2O_3) = \frac{m_3 \times 1000}{(V_4 - V_{os}) \times 35.67}$$

…(9)

式中:

- $c(Na_2S_2O_3)$ —— 硫代硫酸钠标准滴定溶液的浓度, 单位为摩尔每升(mol/L);
 m_3 —— 碘酸钾的质量, 单位为克(g);
 V_4 —— 滴定时消耗硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积, 单位为毫升(mL);
 V_{os} —— 空白试验滴定时消耗硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积, 单位为毫升(mL);
 35.67 —— KIO_3 的1/6摩尔质量, 单位为克每摩尔(g/mol)。

5.60 碘标准滴定溶液 [$c(1/2I_2)=0.1 \text{ mol/L}$]

5.60.1 碘标准滴定溶液的配制

称取40 g 碘化钾(KI) 溶于200 mL 水中, 再加入13 g 碘(I_2), 搅拌完全溶解后, 加入1 mL 盐酸(1+1), 搅匀后用快速滤纸过滤, 并用水稀释至1000 mL, 摇匀, 贮存于棕色瓶中。

5.60.2 碘标准滴定溶液与硫代硫酸钠标准滴定溶液体积比的标定

移取20.00 mL 碘标准滴定溶液于250 mL 锥形瓶中, 加入50 mL 水, 用硫代硫酸钠标准滴定溶液(见5.59)滴定至浅黄色后, 加入约2 mL 淀粉溶液(见5.72), 再继续滴定至蓝色消失(V_6)。

碘标准滴定溶液与硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积比按式(10)计算:

$$K_2 = \frac{20.00}{V_6}$$

式中:

- K_2 —— 碘标准滴定溶液与硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积比;
 V_6 —— 滴定时消耗硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积, 单位为毫升(mL);
 20.00 —— 加入碘标准滴定溶液的体积, 单位为毫升(mL)。

碘标准滴定溶液对二氧化硫的滴定度按式(11)计算:

5.60.3 碘标准滴定溶液对二氧化硫的滴定度的计算

.....

...
... (10)

$$T_{\text{SO}_2} = \frac{c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) \times V_1 \times 32.03}{20.00} \dots\dots\dots (11)$$

式中:

- T_{SO_2} ——碘标准滴定溶液对二氧化硫的滴定度,单位为毫克每毫升(mg/mL);
 $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3)$ ——硫代硫酸钠标准滴定溶液的浓度,单位为摩尔每升(mol/L);
 V_1 ——标定体积比 K_1 时消耗硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);
 20.00 ——标定体积比 K_2 时加入碘标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);
 32.03 —— SO_2 的1/2摩尔质量,单位为克每摩尔(g/mol)。

5.61 氯离子标准溶液 [$c(\text{NaCl})=0.05 \text{ mol/L}$]

称取2.9222 g 已于105 °C~110 °C烘过2 h 的氯化钠(NaCl, 基准试剂或光谱纯),精确至0.0001g, 置于200 mL 烧杯中,加水溶解后,移入1000 mL 容量瓶中,用水稀释至标线,摇匀。

5.62 硝酸银标准滴定溶液 [$c(\text{AgNO}_3)=0.05 \text{ mol/L}$]

5.62.1 硝酸银标准滴定溶液的配制

称取4.25 g 硝酸银(AgNO_3), 加水溶解后,移入500 mL 容量瓶中,用水稀释至标线,摇匀,贮存于棕色瓶中,避光保存。

5.62.2 硝酸银标准滴定溶液浓度的标定

5.62.2.1 用于硝酸银滴定法的浓度的标定

吸取25.00 mL 氯离子标准溶液(见5.61)放入250 mL 锥形瓶中,加入10 滴铬酸钾溶液(见5.73),用硝酸银标准滴定溶液滴定至浅桔黄色(V)。

硝酸银标准滴定溶液浓度按式(12)计算:

$$c(\text{AgNO}_3) = \frac{0.05 \times 25.00}{V_1 - V_{c1}} = \frac{1.25}{V_1 - V_{c1}} \dots\dots\dots (12)$$

式中:

- $c(\text{AgNO}_3)$ ——硝酸银标准滴定溶液的浓度,单位为摩尔每升(mol/L);
 V_1 ——滴定时消耗硝酸银标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);
 V_{c1} ——滴定空白时消耗硝酸银标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);
 0.05 ——氯化钠标准溶液的浓度,单位为摩尔每升(mol/L);
 25.00 ——加入氯化钠标准溶液的体积,单位为毫升(mL)。

5.62.2.2 用于自动电位滴定法的浓度的标定

吸取5.00 mL 氯离子标准溶液(见5.61)放入200 mL 烧杯中,加入5 mL 硝酸(1+1),用水稀释至150 mL,放入一根磁力搅拌棒。将烧杯放在磁力搅拌器(见6.12)上,用氯离子电位滴定装置(见6.16)测量溶液的电位,在溶液中插入氯离子选择电极和饱和氯化钾甘汞电极,开始搅拌。用硝酸银标准滴定溶液逐渐滴定,化学计量点前后,每次滴加0.10 mL 硝酸银标准滴定溶液,记录滴定管读数和对应的毫伏计读数。计量点前,毫伏计读数变化越来越大;过计量点后,每滴加一次溶液,变化又将减小。继续滴定至毫伏计读数变化不大时为止。用二次微商法计算或氯离子电位滴定装置(见6.16)计算出消耗的硝酸银标准滴定溶液的体积(V_g)。

二次微商法的计算见附录 A。计算各次加入标准滴定溶液之间毫伏读数差,并将该数值填入附录

表格的第3列中。再进一步计算第3列相邻数值之差，并将结果填入第4列中。滴定的计量点位于第3列中最大 ΔmV 间隔之内。精确的计量点由第4列中的数据，用内插法求得硝酸银标准滴定溶液的体积(V_g)。

硝酸银标准滴定溶液的浓度按式(13)计算：

$$c(\text{AgNO}_3) = \frac{0,05 \times 5,00}{V_3} = \frac{0,25}{V_3} \quad \dots\dots\dots (13)$$

式中：

- $c(\text{AgNO}_3)$ —— 硝酸银标准滴定溶液的浓度，单位为摩尔每升(mol/L)；
- V_3 —— 滴定时消耗硝酸银标准滴定溶液的体积，单位为毫升(mL)；
- 0.05 —— 氯化钠标准溶液的浓度，单位为摩尔每升(mol/L)；
- 5.00 —— 加入氯化钠标准溶液的体积，单位为毫升(mL)。

5.62.3 硝酸银标准滴定溶液对氯离子的滴定度的计算

硝酸银标准滴定溶液对氯离子的滴定度按式(14)计算：

$$T_{\text{Cr}} = c(\text{AgNO}_3) \times 35,45 \quad \dots\dots\dots (14)$$

式中：

- T_{Cr} —— 硝酸银标准滴定溶液对氯离子的滴定度，单位为毫克每毫升(mg/mL)；
- $c(\text{AgNO}_3)$ —— 硝酸银标准滴定溶液的浓度，单位为摩尔每升(mol/L)；
- 35.45 —— Cl 的摩尔质量，单位为克每摩尔(g/mol)。

5.63 EDTA- 铜溶液

按 EDTA 标准滴定溶液(见5.56)与硫酸铜标准滴定溶液的体积比(见5.57.2), 准确配制成等物质的量浓度的混合溶液。

5.64 钙黄绿素-甲基百里香酚蓝-酚酞混合指示剂(简称 CMP 混合指示剂)

将1.000 g 钙黄绿素、1.000 g 甲基百里香酚蓝、0.200 g 酚酞与50 g 已在105℃~110℃烘干过的硝酸钾(KNO₃)，混合研细，保存在磨口瓶中。

5.65 酸性铬蓝 K-萘酚绿 B 混合指示剂(简称 KB 混合指示剂)

将1.000 g 酸性铬蓝 K、2.500g 萘酚绿 B 与50 g 已在105℃~110℃烘干过的硝酸钾(KNO₃)，混合研细，保存在磨口瓶中。

滴定终点颜色不正确时，可调节酸性铬蓝 K 与萘酚绿 B 的配制比例，并通过国家标准样品/标准物质进行对比确认。

5.66 酚酞指示剂溶液(10 g/L)

将 1 g 酚酞溶于100 mL 乙醇(见5.10)中。

5.67 磺基水杨酸钠指示剂溶液(10 g/L)

将10 g 磺基水杨酸钠(C₆H₅O₂Na·2H₂O) 溶于水中，加水稀释至100 mL。

5.68 1-(2-吡啶偶氮)-2萘酚指示剂溶液(简称 PAN 指示剂溶液)(2 g/L)

将0.2 g 1-(2-吡啶偶氮)-2萘酚溶于100 mL 乙醇(见5.10)中。

5.69 甲基红指示剂溶液(2 g/L)

将0.2 g 甲基红溶于100 mL 乙醇(见5.10)中。

5.70 溴酚蓝指示剂溶液(2 g/L)

将0.2 g 溴酚蓝溶于100 mL 乙醇(1+4)中。

5.71 对硝基酚指示剂溶液(2 g/L)

将0.2 g 对硝基酚溶于100 mL 水中。

5.72 淀粉溶液(10 g/L)

将1 g 可溶性淀粉置于烧杯中,加水调成糊状后,在搅拌下加入100 mL 沸水,煮沸约1 min,冷却后使用。

5.73 铬酸钾溶液(50 g/L)

将5 g 铬酸钾(K_2CrO_4)溶于少量水中,滴加硝酸银标准滴定溶液(见5.62)至有红色沉淀生成,静置12 h后,过滤后加水稀释至100 mL。

5.74 滤纸浆

将定量滤纸撕成小块,放入烧杯中,加水浸没,加热煮沸并微沸10 min 以上,冷却后放入广口瓶中备用。

6 仪器与设备**6.1 天平**

量程不小于200 g,分度值为0.0001 g。

6.2 天平

量程不小于200 g,分度值为0.1 g。

6.3 瓷坩埚

带盖,容量为18 mL~25 mL。

6.4 铂坩埚

带盖,容量为25 mL~30 mL。

6.5 银坩埚

带盖,容量为30 mL。

6.6 镍坩埚

带盖,容量为50 mL。

以上内容仅为本文档的试下载部分，为可阅读页数的一半内容。如要下载或阅读全文，请访问：<https://d.book118.com/176222152053010134>