

## 前 言

本标准是由推荐性化工行业标准 HG/T 2957.7—1984《明矾石矿石钾和钠含量的测定 四苯硼酸钾重量法和火焰发射分光光度法》修订而成。

本标准自实施之日起,同时代替 HG/T 2957.7—1984。

本标准由中国石油和化学工业协会提出。

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 4581.7—84《明矾石矿石钾和钠含量的测定 四苯硼酸钾重量法和火焰发射分光光度法》,1997 年调整为推荐性化工行业标准,原国家标准 GB 4581.7—84 废止,重新编号为 HG/T 2957.7—1984。

# 明矾石矿石中钾和钠含量的测定 四苯硼钾 重量法和火焰发射分光光度法

## 第一篇 四苯硼钾重量法

### 1 范围

本标准规定了四苯硼钾重量法测定氧化钾含量。

本标准适用于明矾石矿石产品中氧化钾含量的测定。测定范围1%~10%。

### 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

试样经氢氟酸分解，碱液浸取，在微酸性介质中，四苯硼钾沉淀钾，过滤、烘干、称量，计算氧化钾的含量。

### 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 氢氟酸。
- 4.2 硫酸溶液:1+1。
- 4.3 盐酸溶液:1+1。
- 4.4 氢氧化钠溶液:80 g/L。
- 4.5 氢氧化钠溶液:200 g/L。
- 4.6 柠檬酸溶液:100 g/L。
- 4.7 四苯硼钠溶液:10 g/L。称取 5 g 四苯硼钠于 600 mL 烧杯中，加水 500 mL 溶解，再加 0.5 g 氢氧化铝，搅拌均匀后，用氢氧化钠溶液(4.5)调节溶液 pH 7~pH 8。使用前用致密滤纸过滤。
- 4.8 四苯硼钾饱和洗涤液:在含有约 0.1 g 氯化钾的 100 mL 溶液中，加入过量的四苯硼钠溶液进行沉淀，生成的四苯硼钾沉淀用 4 号玻璃坩埚过滤，用水洗涤 10 次。将沉淀转移到 5 L 蒸馏水中，呈悬浮状态，摇动 1 h，使用前过滤。
- 4.9 甲基橙指示液:1 g/L。

### 5 仪器

玻璃坩埚:4 号过滤器，滤板孔径 7  $\mu\text{m}$ ~16  $\mu\text{m}$ 。

### 6 试样

试样通过 106  $\mu\text{m}$  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 称取 0.6 g 试样(精确至 0.000 2 g)于聚四氟乙烯坩埚(或铂坩埚)中,用少量水润湿,加入五滴硫酸溶液(4.2)、10 mL 氢氟酸(4.1),在电热板上低温加热分解试样,不时摇动,升高温度蒸发至近干。再加入 5 mL 氢氟酸(4.1),继续蒸发至冒尽白烟。取下冷却,加入氢氧化钠溶液(4.4) 10 mL,煮沸 20 min。取下冷却后,移入 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。干过滤。

7.2 吸取 25.0 mL~50.0 mL 滤液于 250 mL 烧杯中,加入 10 mL 柠檬酸溶液(4.6)。搅拌均匀,加二滴甲基橙指示液,先用盐酸溶液(4.3)中和至红色,再用氢氧化钠溶液(4.5)中和至溶液刚变黄色。在不断搅拌下滴加 20 mL 四苯硼钠溶液(4.7)。盖上表面皿,放置 10 min~15 min。用预先干燥至恒重的玻璃坩埚抽滤,先抽滤上层清液,再用洗涤液(4.8)转移至坩埚中,继续洗涤沉淀 8~10 次,最后用水洗沉淀二次(每次用量约 5 mL)。

将盛有沉淀的坩埚置于烘箱内在  $(120 \pm 5)^\circ\text{C}$  干燥 1.5 h,取出,置于干燥器中冷却至室温,称量。重复烘干至恒重。

## 8 分析结果的表述

以质量百分数表示的氧化钾( $\text{K}_2\text{O}$ )含量( $X_1$ )按式(1)计算:

$$X_1 = \frac{(m_1 - m_2) \times 0.1314}{m} \times 100 \quad \text{..... (1)}$$

式中:

$m_1$ ——干燥后的四苯硼钾和坩埚的质量,单位为克(g);

$m_2$ ——坩埚的质量,单位为克(g);

$m$ ——吸取试样溶液相当于试样的质量,单位为克(g);

0.1314——四苯硼钾质量换算为氧化钾质量的系数。

## 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

氧化钾( $\text{K}_2\text{O}$ )含量, %	允许差, %
1.00~5.00	0.15
>5.00	0.20

## 第二篇 火焰发射分光光度法

## 10 范围

本标准规定了火焰发射分光光度法测定氧化钾和氧化钠含量。

本标准适用于明矾石矿石产品中氧化钾和氧化钠含量的测定。测定范围:氧化钾 1%~10%;氧化钠 0.1%~2%。

## 11 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 分析试验室用水规格和试验方法(neq ISO 3692:1987)

## 12 方法提要

试样经氢氟酸、硫酸分解,稀硝酸浸取,在火焰光度计上测定氧化钾和氧化钠含量。

## 13 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。

### 13.1 氢氟酸。

### 13.2 硫酸溶液:1+1。

### 13.3 硝酸溶液:1+1。

### 13.4 氧化钾、氧化钠混合标准溶液:每毫升含氧化钾 1.0 mg、含氧化钠 0.2 mg。

称取预先在 400℃ 干燥至恒重的基准试剂氧化钾 1.5829 g 和氯化钠 0.3772 g 于烧杯中,加水溶解后移入 1000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

## 14 仪器

火焰光度计。

## 15 试样

试样通过 106  $\mu\text{m}$  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。

## 16 分析步骤

16.1 称取 0.1 g~0.2 g 试样(精确至 0.0002 g)于聚四氟乙烯坩埚(或铂坩埚)中,用少量水润湿,加入五滴硫酸溶液(13.2),10 mL 氢氟酸(13.1),在电热板上低温加热分解试样,不时摇动,升高温度,加热至冒尽白烟。取下冷却,加入 1 mL 硝酸溶液(13.3)、10 mL 水,加热溶解可溶性盐类。冷却后移入 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。干过滤。

16.2 当试样中氧化钾大于 5%、氧化钠大于 1%时,分取 50 mL 滤液于 100 mL 容量瓶中,补加 0.5 mL 硝酸溶液(13.3),用水稀释至刻度,摇匀。

16.3 取 16.1 条的部分滤液或 16.2 条的试液,在火焰光度计上,用钾滤光片和钠滤光片,分别测量其辐射强度。在工作曲线上查出相应的氧化钾和氧化钠质量浓度。

## 17 工作曲线的绘制

分别量取 10.0 mL、20.0 mL、30.0 mL、40.0 mL、50.0 mL 氧化钾、氧化钠混合标准溶液(13.4),置于一组 1000 mL 容量瓶中,各加入 10 mL 硝酸溶液(13.3),用水稀释至刻度,摇匀。此标准系列氧化钾质量浓度为 10  $\mu\text{g/mL}$ 、20  $\mu\text{g/mL}$ 、30  $\mu\text{g/mL}$ 、40  $\mu\text{g/mL}$ 、50  $\mu\text{g/mL}$ ;氧化钠质量浓度为 2  $\mu\text{g/mL}$ 、4  $\mu\text{g/mL}$ 、6  $\mu\text{g/mL}$ 、8  $\mu\text{g/mL}$ 、10  $\mu\text{g/mL}$ 。

取出少量溶液,在火焰光度计上,以下按 16.3 进行,在此标准系列与试样溶液测定相同条件下测量其辐射强度。以氧化钾和氧化钠质量浓度为横坐标,相应的读数为纵坐标,分别绘制氧化钾和氧化钠的工作曲线。

注 1:可以根据不同的仪器、不同的试样配制不同钾、钠比例的工作曲线。

注 2:根据仪器的功能,可以直接读取钾、钠的浓度。

18 分析结果的表述

以质量百分数表示的氧化钾(K<sub>2</sub>O)或氧化钠(Na<sub>2</sub>O)含量(X<sub>2</sub>)按式(2)计算:

$$X_2 = \frac{\rho \times 100 \times 10^{-6}}{m} \times 100 \dots\dots\dots (2)$$

式中:

ρ——从工作曲线上查得的氧化钾或氧化钠的质量浓度,单位为微克每毫升(μg/mL);

m——分取试样溶液相当于试样的质量,单位为克(g)。

19 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 和表 2 所列允许差。

表 2 氧化钾允许差

氧化钾(K <sub>2</sub> O)含量, %	允许差, %
1. 00~5. 00	0. 15
>5. 00	0. 20

表 3 氧化钠允许差

氧化钠(Na <sub>2</sub> O)含量, %	允许差, %
0. 10~0. 50	0. 04
>0. 50~1. 00	0. 05
>1. 00~2. 00	0. 06