

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

UDC 549.762:543
.21 + 543.42
:546.32/.33
GB 4581.7-84

Alunite ores—Determination of potassium and sodium
contents—Potassium tetraphenylborate gravimetric
method and flame emission spectrophotometric methods

调整为: HG/T 2957.7-1984

1 适用范围

本标准规定用如下方法测定明矾石矿石中氧化钾和氧化钠的含量:

方法 I: 四苯硼酸钾重量法测定明矾石矿石中1.00~7.00%的氧化钾含量;

方法 II: 火焰发射分光光度法测定明矾石矿石中1.00~7.00%的氧化钾含量, 0.10~2.00%的氧化钠含量。

2 有关标准

GB 4581.1-84《明矾石矿石分析方法通则》。

GB 4581.2-84《明矾石矿石分析试样采取和制备方法》。

方法 I 四苯硼酸钾重量法

3 方法提要

试样经氢氟酸分解, 碱液浸取, 在微酸性介质中, 钾离子与四苯硼钠形成四苯硼酸钾沉淀。沉淀于160℃烘干, 称重, 计算氧化钾的含量。

4 试剂和溶液

4.1 氯化钾 (GB 646-77)。

4.2 氢氧化铝。

4.3 盐酸 (GB 622-77) (比重1.19): 1 + 1。

4.4 硫酸 (GB 625-77) (比重1.84): 1 + 1。

4.5 氢氟酸 (GB 620-77) (40%)。

4.6 柠檬酸 (HG 3-1108-81): 10%。

4.7 氢氧化钠 (GB 629-81): 8%。

4.8 氢氧化钠: 20%。

4.9 甲基橙 (HGB 3089-59): 0.1%。

4.10 四苯硼钠 (HG 3-1164-78): 1%。称取5克四苯硼钠于600毫升烧杯中, 加水500毫升溶解, 再加0.5克氢氧化铝 (4.2), 搅拌均匀后, 用氢氧化钠溶液 (4.8) 调节溶液 pH 为 7~8。使用前用致密滤纸过滤。

4.11 四苯硼酸钾饱和洗液: 溶解约40毫克分析纯氯化钾 (4.1) 于水中, 滴加盐酸使溶液呈微酸性 (pH ≈ 4), 稀释体积约100毫升。在搅拌下滴加四苯硼钠溶液 (4.10) 25毫升。静置10~15分钟。过滤。用水洗涤10次。将制得的沉淀移入1000毫升水中, 并加1克氢氧化铝 (4.2), 剧烈摇动几

分钟。然后放置过夜，使用前过滤。

4.12 玻璃坩埚（4号）

5 测定手续

称取0.6克试样，于塑料坩埚中，用少量水润湿，加入10毫升氢氟酸（4.5），再加5滴硫酸溶液（4.4），在电热板上低温加热溶解试样，并须不时摇动，升高温度蒸发至干。再加入5毫升氢氟酸（4.4）继续蒸发至冒尽白烟。加入氢氧化钠溶液（4.7）10毫升，煮沸20分钟。取下冷却后，移入100毫升容量瓶内，用水稀释至刻度，摇匀。干过滤。

吸取50毫升滤液于150毫升烧杯中。加入柠檬酸溶液（4.6）10毫升。搅拌均匀，再加甲基橙指示剂溶液（4.9）2滴，先用盐酸溶液（4.3）中和至变红色，再用氢氧化钠溶液（4.8）中和至溶液刚变黄色，用水稀释至100毫升。在不断搅拌下滴加四苯硼酸钠溶液（4.10）20毫升。盖上表面皿，沉淀放置10~15分钟。用已恒重的玻璃坩埚（4.12）抽滤。用饱和的四苯硼酸钾洗液（4.11）洗涤沉淀3次，并将沉淀转移至坩埚中，再洗沉淀8次，最后用水洗沉淀2次（每次水量约5毫升）。待抽干后，置坩埚于烘箱内在160℃干燥1.5小时，取出冷却，称重，再干燥至恒重。

6 结果的表示和计算

氧化钾（ K_2O ）的百分含量（ X_6 ）按式（1）计算：

$$X_6 = \frac{\frac{V_1}{V_2} \times G \times 0.1314}{W} \times 100 \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中： V_1 ——测定溶液的总体积，毫升；

V_2 ——分取溶液的体积，毫升；

G ——四苯硼酸钾沉淀的重量，克；

W ——试样重量，克；

0.1314——四苯硼酸钾换算成氧化钾的因数。

7 容许差

氧化钾含量，%	容许差（绝对值），%
1.00~5.00	0.15
>5.00	0.20

方法 II 火焰发射分光光度法

8 方法提要

试样经氢氟酸、硫酸分解，稀硝酸浸取。在火焰光度计上用钾滤光片和钠滤光片分别测量其辐射强度。用标准曲线法分析氧化钾和氧化钠的含量。

9 仪器

火焰光度计：钾滤光片（波长766纳米或K·77J）

钠滤光片（波长589纳米或Na·59J）

10 试剂和溶液

10.1 氯化钾 (GB 646—77)。

10.2 氯化钠 (GB 1266—77)。

10.3 硝酸 (GB 626—78) (比重1.42): 1 + 1。

10.4 硫酸 (GB 625—77) (比重1.84): 1 + 1。

10.5 氢氟酸 (GB 620—77) (40%)。

10.6 氧化钾、氧化钠混合标准液: 每毫升含氧化钾1.000毫克、氧化钠0.200毫克。

称取在105~110℃烘至恒重的1.5829克氯化钾(10.1)和0.3772克氯化钠(10.2)于烧杯中,加水溶解后移入1000毫升容量瓶内,用水稀释至刻度,摇匀。

11 测定手续

11.1 标准曲线的绘制

用滴定管分别放取氧化钾、氧化钠混合标准溶液(10.6) 10.00、20.00、30.00、40.00、50.00毫升于1000毫升容量瓶内,各加入硝酸溶液(10.3) 10毫升,用水稀释至刻度,摇匀。取出少量溶液在火焰光度计上,用钾滤光片和钠滤光片,分别测量其辐射强度。以氧化钾和氧化钠的浓度为横坐标,检流计读数为纵坐标,分别绘制氧化钾和氧化钠的标准曲线。

11.2 试样分析

称取0.1~0.2克试样于塑料坩埚中,用少量水润湿,加硫酸溶液(10.4) 5滴、氢氟酸(10.5) 10毫升。置电热板上低温加热分解,并须不时摇动,升高温度,加热至冒尽硫酸白烟。取下冷却,加入硝酸溶液(10.3) 1毫升、水10毫升。加热使可溶性盐类溶解。冷却后移入100毫升容量瓶内,用水稀释至刻度,摇匀,干过滤。

取部分滤液在火焰光度计上,用钾滤光片和钠滤光片,分别测量其辐射强度。与标准曲线比较,求其含量。

注:① 如果含量较高或测定值落在标准曲线弯曲部位,可用减少称样量,或者稀释溶液使其测定值落在直线部位上。

② 采用国产的火焰光度计,需按照试样中钾与钠的比例配制标准溶液。

12 结果的表示和计算

氧化钾(K_2O)或氧化钠(Na_2O)的百分含量(X_7)按式(2)计算:

$$X_7 = \frac{G_1 \times 10^{-3} \times n}{W} \times 100 \quad (2)$$

式中: G_1 ——从标准曲线上查得的测定溶液中氧化钾或氧化钠的重量,毫克;

W ——试样重量,克;

n ——测定溶液总体积与100毫升体积之比。

13 容许差

氧化钾含量, %	容许差 (绝对值), %
1.00 ~ 5.00	0.15
>5.00	0.20
氧化钠含量, %	容许差 (绝对值), %
0.10 ~ 0.50	0.04
0.51 ~ 1.00	0.05
1.01 ~ 2.00	0.06

附加说明:

本标准由中华人民共和国化学工业部提出, 化学工业部化工矿山设计研究院归口。

本标准由化学工业部化工矿山设计研究院负责起草。

本标准主要起草人程懋梅。

自本标准实施之日起, 原化学工业部部标准HG 1—353—66《明矾石统一分析方法》作废。