

ICS 71.100.40  
G72



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 19421—××××

代替GB/T 19421—2008

## 层状结晶二硅酸钠试验方法

Test methods of crystalline layered sodium disilicate

(征求意见稿)

202\*\_\*\_\*\_\*发布

202\*\_\*\_\*\_\*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 录

前言.....	II
1 范围.....	(1)
2 规范性引用文件.....	(1)
3 术语和定义.....	(1)
4 $\delta$ 相层状结晶二硅酸钠定性分析 X 射线衍射仪法.....	(1)
5 白度的测定.....	(2)
6 pH 的测定.....	(4)
7 EDTA 容量法测定钙交换能力.....	(5)
8 EDTA 容量法测定镁交换能力.....	(6)
9 重量法测定灼烧失重.....	(7)
10 重量法测定湿存水量.....	(8)
11 邻菲罗啉比色法测定三氧化二铁含量.....	(8)
12 容量法测定氧化钠含量.....	(9)
13 氟硅酸钾容量法测定二氧化硅含量.....	(10)
14 原子吸收分光光度法测定氧化钙含量.....	(11)
15 原子吸收分光光度法测定氧化镁含量.....	(12)
16 试验结果报告要求 .....	(13)
附录 A(资料性附录).....	(14)

## 前 言

本文件按照GB/T 1.1—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/T 19421—2008《层状结晶二硅酸钠试验方法》，与GB/T 19421—2008相比，除结构调整和编辑性改动外，主要变化如下：

- 增加了规范性引用文件（见第2章，2008版第2章）；
- 修改了湿存水量的定义（见3.6，2008版3.6）；
- 删除了原子吸收分光光度计型号（见14.3.1，2008版14.3.1）；
- 删除了附录B（见2008版附录B）；
- 删除了附录C，将内容移入相关章节（见14.3.1、15.3.1，2008版14.3.1、15.3.1、附录C）；
- 按GB/T 1.1—2020要求对文件重新进行编辑性修改。

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。

本文件由中国轻工业联合会提出。

本文件由全国表面活性剂和洗涤用品标准化技术委员会（SAC/TC272）归口。

本文件起草单位：

本文件主要起草人：

本文件所代替文件的历次版本发布情况为：

- 2003年首次发布为GB/T 19421.1～19421.12—2003；2008年第一次修订为GB/T 19421—2008；
- 本次为第二次修订。

# 层状结晶二硅酸钠试验方法

## 1 范围

本文件规定了洗涤剂助剂层状结晶二硅酸钠的 $\delta$ 相X射线衍射仪法定性分析及其白度、pH值、钙交换能力、镁交换能力、灼烧失量、湿存水量、三氧化二铁、氧化钠、二氧化硅、氧化钙、氧化镁等指标的测试方法。

本文件适用于洗涤剂用层状结晶二硅酸钠产品的指标测定，同时也适用于洗涤剂用其它类型硅酸盐产品的部分指标测定。

## 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/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法
- GB/T 9086 用于色度和光度测量的标准白板
- GB/T 13173 表面活性剂 洗涤剂试验方法
- JJG 512 白度计检定规程
- QB/T 2739—2005 洗涤用品常用试验方法 滴定分析（容量分析）用试验溶液的制备

## 3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

- 3.1  $\delta$ 相X射线衍射仪法 **delta-crystalline layered sodium disilicate—Method of X-ray diffractometer**  
 $\delta$ 相晶体在给定波长的X射线辐射下，呈现出层状结晶二硅酸钠的 $\delta$ 相晶体的特征衍射谱图，以此与待测物质的该数据对比。
- 3.2 白度 **whiteness**  
 物质的表面在可见光区域内，相对完全物体漫反射（标准白）辐射能的大小的比值，用百分数表示。
- 3.3 钙交换能力 **calciumion exchange capacity**  
 在一定温度和碱性等条件下，产品中钠离子可被溶液中钙离子所交换的容量。
- 3.4 镁交换能力 **magnesium exchange capacity content**  
 在一定温度和碱性等条件下，产品中钠离子可被溶液中镁离子所交换的容量。
- 3.5 灼烧失量 **the loss on ignition**  
 试样在高温下灼烧质量减少的百分数。
- 3.6 湿存水量 **hygroscopic moisture**  
 试样在一定温度的烘箱烘干前后重量的差值占烘干前试样的质量分数。

## 4 $\delta$ 相层状结晶二硅酸钠定性分析 X射线衍射仪法

### 4.1 原理

任何一种晶体物质，都具有特定的结构参数，在给定波长的X射线辐射下，呈现出该物质特有的多晶体衍射谱图。各相的衍射谱图表明了该相中各元素的化学结合状态，根据多晶体衍射谱图与晶体物

质这种独有的对应关系，便可将待测物质的衍射数据与各种已知物质的衍射数据对比，借以对物相做定性分析。

#### 4.2 仪器和设备

##### 4.2.1 X 射线衍射仪；

##### 4.2.2 玛瑙研钵；

##### 4.2.3 制样装置。

#### 4.3 程序

##### 4.3.1 试样制备

称取约 2 g 试样，于洁净干燥的玛瑙研钵中研磨至粒度在 5 μm 以下，即用洗净干燥的手指捻搓时无颗粒感即可。将研磨好的样品放入样品架内，填实后轻压制片，压力以压后样片竖起不塌落为宜。

##### 4.3.2 测定

打开设备冷却系统，开启 X 射线衍射仪，预热 30 min。启动 X 射线衍射仪测控系统，对衍射仪进行基准校正。在 CuK<sub>α</sub> 辐射下，对试样（4.3.1）在 2θ 为 10° ~ 50° 的范围内进行扫描测量。

##### 4.3.3 数据处理

使用数据处理程序，得出样品的 X 射线衍射谱图（参见附录 A），在衍射峰位上标明晶面间距（d 值）。将得到的 d 值与表 1 中的 d 值对比，凡符合表 1 中数据的衍射线即为 δ 相层状结晶二硅酸钠的衍射线，否则为其它杂相。当样品中 δ 相层状结晶二硅酸钠含量较低时，强度较弱谱线可能不显示，由三条主强线即可确定有无 δ 相层状结晶二硅酸钠的存在。

表 1 δ 相层状结晶二硅酸钠 X 射线衍射数据

编号	d (Å)	相对强度	编号	d (Å)	相对强度	编号	d (Å)	相对强度
1	6.88 ± 0.10	非常弱	11	2.90 ± 0.05	非常弱	21	3.01 ± 0.05	弱
2	6.02 ± 0.10	弱	12	2.84 ± 0.05	弱	22	2.09 ± 0.03	弱
3	4.89 ± 0.10	弱	13	2.72 ± 0.05	非常弱	23	2.06 ± 0.03	非常弱
4	4.49 ± 0.10	非常弱	14	2.56 ± 0.05	非常弱	24	2.01 ± 0.03	非常弱
5	4.19 ± 0.10	弱	15	2.54 ± 0.05	非常弱	25	1.98 ± 0.02	非常弱
6	3.95 ± 0.08	强	16	2.49 ± 0.03	弱	26	1.92 ± 0.02	非常弱
7	3.78 ± 0.08	中	17	2.42 ± 0.03	中	27	1.89 ± 0.02	非常弱
8	3.62 ± 0.07	弱	18	2.37 ± 0.03	非常弱	28	1.86 ± 0.02	非常弱
9	3.44 ± 0.07	非常弱	19	2.29 ± 0.03	非常弱	29	1.83 ± 0.02	非常弱
10	3.09 ± 0.05	非常弱	20	2.25 ± 0.03	非常弱			

注：强（80%~100%的相对强度），中（30%~80%的相对强度），弱（10%~30%的相对强度），非常弱（低于 10% 的相对强度）

## 5 白度的测定

### 5.1 仪器和设备

#### 5.1.1 标准白板

符合 GB/T 9086 的标准白板，用于校准白度计。

#### 5.1.2 工作白板

为了测定方便，可用表面平整、无刻痕、无裂纹的白色陶瓷板作为日常测定白度的工作白板，工作白板应每月用标准白板自行标定。工作白板应置于干燥器中在避光处保存，如有污染，须用绒布或脱脂

棉蘸无水乙醇擦拭。然后置于干燥箱中在105℃～110℃间烘30 min，取出，置于干燥器中冷至室温，用标准白板标定。

### 5.1.3 白度计

仪器的光学几何条件可以是垂直/漫射 (o/d)、漫射/垂直 (d/o)、45°/垂直 (45°/o) 和垂直/45° (o/45°) 中的任何一种，仪器的光源可以是D<sub>65</sub>或C光源，仪器的读数精度要求达到小数点后一位。仪器应符合JJG 512《白度计检定规程》中二级或二级以上的要求。

## 5.2 程序

### 5.2.1 取样

按GB/T 13173规定的分样方法将待测样品缩分至一定的量（不少于200 g）供测定使用。

### 5.2.2 制样

根据试样的密度及压样器的容积选择合适试样量，按GB/T 9086规定的步骤压制成表面平整、无裂纹和无污点的试样板，每个样品同时压制两块。

### 5.2.3 仪器的校准

按照使用说明书开启、预热和调整仪器。用标准白板或工作白板校准仪器至显示稳定的标称值。

### 5.2.4 白度的测量

仪器经校准并稳定后，分别测定并记录每个试样板的三刺激值 X、Y、Z 和 R<sub>457</sub> 值。对于连续测试，应随时用标准白板或工作白板校准仪器，以消除仪器测量值漂移的影响。

## 5.3 结果计算

5.3.1 本文件采用国际照明委员会（CIE）1986年公布推荐的中性白度公式为计算白度的公式，并必须与淡色调公式并用，需要时，也可采用蓝光白度公式计算。

白度公式：

$$W = Y + 800(x_n - x) + 1700(y_n - y) \dots\dots\dots (1)$$

$$W_{10} = Y_{10} + 800(x_{n,10} - x_{10}) + 1700(y_{n,10} - y_{10}) \dots\dots\dots (2)$$

淡色调公式：

$$T_w = 1000(x_n - x) - 650(y_n - y) \dots\dots\dots (3)$$

$$T_{w,10} = 900(x_{n,10} - x_{10}) - 650(y_{n,10} - y_{10}) \dots\dots\dots (4)$$

蓝光白度公式：

$$W_B = R_{457} \dots\dots\dots (5)$$

式中：

W、W<sub>10</sub> 或 W<sub>B</sub>——被测试样的白度；

T<sub>w</sub> 或 T<sub>w,10</sub>——被测试样的淡色调系数；

Y、Y<sub>10</sub>——试样的三刺激值实测数据之一；

x<sub>n</sub>、y<sub>n</sub> 或 x<sub>n,10</sub>、y<sub>n,10</sub>——完全反射漫射体分别对 2° 或 10° 标准观察者的色品坐标值；

x、y 或 x<sub>10</sub>、y<sub>10</sub>——被测样品分别对 2° 或 10° 标准观察者实测结果计算得到的色品坐标值；

R<sub>457</sub>——试样的 R<sub>457</sub> 值实测数据。

$$x = \frac{X}{X + Y + Z} \qquad y = \frac{Y}{X + Y + Z}$$

$$x_{10} = \frac{X_{10}}{X_{10} + Y_{10} + Z_{10}} \qquad y_{10} = \frac{Y_{10}}{X_{10} + Y_{10} + Z_{10}}$$

5.3.2 若仪器为 D<sub>65</sub> 光源，完全反射漫射体对 2° 或 10° 标准观察者的色品坐标值分别为：

$$2^\circ: x_n = 0.3127 \qquad y_n = 0.3291$$

$$10^\circ: x_{n,10} = 0.3138 \qquad y_{n,10} = 0.3310$$

根据仪器设计条件，将此值代入公式(1)至(4)相应的公式中计算白度或淡色调。

5.3.3 如果仪器为 C 光源，则由测出的 C 光源条件的三刺激值  $X_c$ 、 $Y_c$ 、 $Z_c$  先按下式转换计算求出相当于  $D_{65}$  光源条件的三刺激值  $X$ 、 $Y$ 、 $Z$ 。

$$X=1.0046X_c-0.0137Y_c-0.0184Z_c \dots\dots\dots(6)$$

$$Y=Y_c \dots\dots\dots(7)$$

$$Z=0.9210Z_c \dots\dots\dots(8)$$

则： $x_n$ 、 $y_n$ 、 $x_{n,10}$ 、 $y_{n,10}$  亦可用  $D_{65}$  光源时的值。

然后根据仪器的设计条件，将  $X$ 、 $Y$ 、 $Z$  值代入 5.3.1 条公式(1)至(4)中计算白度或淡色调。

5.3.4 以两次平行测得的白度(误差不超过 1.0 %，若大于 1.0 %需重测)的算术平均值(保留至个位)作为测定结果。

## 5.4 报告

白度报告单应有以下内容：

- a) 仪器型号
- b) 光源及几何条件
- c) 标准白板或工作白板量值
- d) 白度  $W$  或  $W_{10}$ 、 $W_B$
- e)  $T_w$  或  $T_{w, 10}$
- f) 本文件未包括或任选的操作细节

注：5.3.1所列中性白度（又称甘茨白度）公式只可应用于下列极限范围值之内的被测试样： $W$ 或 $W_{10}$ 大于40和小于5Y-280或5Y<sub>10</sub>-280； $T_w$ 或 $T_{w, 10}$ 大于-3和小于+3；对于带明显颜色的被测试样，使用5.3.1所列甘茨白度公式评价白度是没有意义的。

## 6 pH 的测定

### 6.1 原理

测量 1 g/L 浆液的电位差，以 pH 值表示。

### 6.2 试剂

6.2.1 除非另有说明，在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和符合 GB/T 6682 三级或以上的水。

注：适用于本文件的所有试验。

#### 6.2.2 混合磷酸盐缓冲剂，pH=6.86（25 °C）

将市售袋装的混合磷酸盐倒入 150 mL 烧杯中，加入煮沸并冷却至室温的水，溶解后，转入 250 mL 容量瓶中，以水冲洗塑料袋，合并，定容，摇匀。

#### 6.2.3 四硼酸钠缓冲剂，pH=9.18（25 °C）

将市售袋装的四硼酸钠倒入 150 mL 烧杯中，加入煮沸并冷却至室温的水，溶解后，转入 250 mL 容量瓶中，以水冲洗塑料袋，合并，定容，摇匀。

### 6.3 仪器

6.3.1 磁力搅拌器；

6.3.2 pH 计：精度± 0.02 pH；

6.3.3 玻璃甘汞电极或复合电极，使用前在水中浸泡 24 h。

### 6.4 程序

#### 6.4.1 试样制备

试样预先于 105 °C ± 2 °C 烘箱中烘干 2 h，取出置于干燥器中，冷却至室温，称样备用。

#### 6.4.2 测定

开启 pH 计（6.3.2）预热 30 min。按仪器使用方法调零位及满度，然后依次用混合磷酸盐（6.2.2）和四硼酸（6.2.3）缓冲溶液校准。

称取 0.1 g 试样（6.4.1）（称准至 0.001 g）于 150 mL 烧杯中，加入煮沸并冷却至室温的水 100 mL，置于磁力搅拌器（6.3.1）搅拌 10 min 后停止，立即插入电极，待仪器稳定 1 min 后读数。

## 6.5 试验结果

以两次平行测定的算术平均值表示到小数点后一位为测定结果。

## 6.6 精密度

在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不大于 0.1 pH，以大于 0.1 pH 的情况不超过 5% 为前提。

## 7 EDTA 容量法测定钙交换能力

### 7.1 原理

产品中钠离子可被溶液中钙离子交换，将定量的产品放入过量的氯化钙标准溶液中，二者反应生成硅酸钙沉淀，剩余钙离子用 EDTA 标准滴定溶液滴定，计算钙交换能力。

### 7.2 试剂

#### 7.2.1 乙二胺四乙酸二钠 (EDTA)， $c(\text{EDTA}) = 0.01 \text{ mol/L}$ 标准滴定溶液

按 QB/T 2739-2005 中 4.16 配制并标定 0.1 mol/L 标准滴定溶液，临用前再稀释 10 倍得  $c(\text{EDTA}) = 0.01 \text{ mol/L}$  标准滴定溶液（必要时重新标定）。

#### 7.2.2 氯化钙， $c(\text{CaCl}_2) = 0.05 \text{ mol/L}$ 标准溶液

按 QB/T 2739-2005 中 4.8 配制并标定。

#### 7.2.3 氢氧化钠， $c(\text{NaOH}) = 2.5 \text{ mol/L}$ 溶液

称取 10g 氢氧化钠于 250 ml 烧杯中，加水溶解后定容至 100 mL 容量瓶中。

#### 7.2.4 氢氧化钠， $c(\text{NaOH}) = 0.5 \text{ mol/L}$ 溶液

称取 2 g 氢氧化钠 250 ml 烧杯中，加水溶解并后容至 100 mL 容量瓶中。

#### 7.2.5 钙指示剂

取 1 份 2-羟基-1-(2-羟基-4-磺基-1-萘基偶氮)-3-萘甲酸钠盐（钙试剂羧酸钠），与 100 份氯化钠在研钵中研磨混匀。

### 7.3 仪器

#### 7.3.1 超级恒温器。

#### 7.3.2 无级调速电动搅拌机。

### 7.4 程序

#### 7.4.1 试样制备

试样预先于  $105 \text{ }^\circ\text{C} \pm 2 \text{ }^\circ\text{C}$  烘箱中烘干 2 h，取出置于干燥器中，冷却至室温，称样备用。

#### 7.4.2 试验份

称取 0.5 g 试样（称准至 0.001 g）。

#### 7.4.3 测定

用移液管吸取 0.05 mol/L 氯化钙标准溶液（7.2.2）50.0 mL 于 500 mL 容量瓶中，加水稀释至刻度，混匀，全部转移至干燥的 1 000 mL 烧杯中，加几滴氢氧化钠溶液（7.2.4）调节溶液的 pH 值为 10.5（在搅拌状态下用 pH 计测得），加热至  $35 \text{ }^\circ\text{C} \pm 1 \text{ }^\circ\text{C}$ ，加入试验份（7.4.2），立即把烧杯置于已恒温至  $35 \text{ }^\circ\text{C} \pm 1 \text{ }^\circ\text{C}$  的水浴中，在 500 r/min 转速下搅拌 20 min。取下用干燥的慢速定性滤纸过滤，将最初的 5 mL 滤液弃去，滤液达到一定体积后，立即用移液管移取 50.0 mL 于 250 mL 锥形瓶中，加入 2.5 mol/L 氢氧化钠溶液（7.2.3）2 mL 和 0.06 g 钙指示剂（7.2.5），用 EDTA 标准滴定溶液（7.2.1）滴定，由酒红色变为蓝色为终点。

### 7.5 结果计算

钙离子交换能力  $H_{\text{Ca}}$ ，按公式（9）计算：

$$H_{\text{Ca}} = \frac{1000.8 \times (5 \times c_{\text{CaCl}_2} - V_{\text{EDTA}} \times c_{\text{EDTA}})}{m} \dots\dots\dots (9)$$

式中：

$H_{\text{Ca}}$ ——钙离子交换能力，单位为毫克每克（mg/g）；

$c_{\text{CaCl}_2}$ ——氯化钙标准溶液的浓度，单位为摩尔每升（mol/L）；

$V_{\text{EDTA}}$ ——滴定所消耗 EDTA 标准滴定溶液的体积，单位为毫升（mL）；

$c_{\text{EDTA}}$ ——EDTA 标准滴定溶液的浓度，单位为摩尔每升（mol/L）；

$m$ ——试验份质量，单位为克（g）。

以两次平行测定的算术平均值表示到整数个位为测定结果。



7.6 精密度

在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不大于 2 mg/g，以大于 2 mg/g 的情况不超过 5%为前提。

8 EDTA 容量法测定镁交换能力

8.1 原理

产品中钠离子可被溶液中镁离子交换，将定量的产品加入到过量的氯化镁标准溶液中，二者反应生成硅酸镁沉淀，剩余镁离子用 EDTA 标准滴定溶液滴定，计算镁交换能力。

8.2 试剂

8.2.1 乙二胺四乙酸二钠 (EDTA)，c (EDTA) = 0.01 mol/L 标准滴定溶液

按 QB/T 2739-2005 中 4.16 配制并标定 0.1 mol/L 标准滴定溶液，临用前再稀释 10 倍得 c (EDTA) = 0.01 mol/L 标准滴定溶液 (必要时重新标定)。

8.2.2 氯化镁，c (MgCl<sub>2</sub>) = 0.05mol/L 标准溶液

按QB/T 2739-2005中4.9配制并标定。

8.2.3 氨-氯化铵缓冲溶液 (pH=10)

按 QB/T 2739-2005 中 6.1 配制。

8.2.4 氢氧化钠，c (NaOH) = 0.5 mol/L 溶液

称取 2 g 氢氧化钠于 250 ml 烧杯中，加水溶解后定容至 100 mL 容量瓶中。

8.2.5 酸性铬兰 K 指示剂

取 0.3 g 铬兰 K、0.75 g 萘酚绿 B 及 50 g 硝酸钾[预先于 110 °C ± 2 °C 烘 1 h，冷却至室温]研磨混匀。

8.3 仪器

8.3.1 超级恒温器；

8.3.2 无级调速电动搅拌机。

8.4 程序

8.4.1 试样制备

试样预先于 105 °C ± 2 °C 烘箱中烘干 2 h，取出置于干燥器中，冷却至室温，备称样用。

8.4.2 试验份

取 0.5 g 试样，称准至 0.001 g。

8.4.3 测定

用移液管吸取 0.05 mol/L 氯化镁标准溶液 (8.2.2) 50.0 mL 于 500 mL 容量瓶中，加水稀释至刻度，混匀，全部转移至干燥的 1 000 mL 烧杯中，加几滴氢氧化钠溶液 (8.2.4) 调节溶液的 pH 值为 10.5 (在搅拌状态下用 pH 计测得)，加热至 35 °C ± 1 °C，加入试验份 (8.4.2)，立即把烧杯置于已恒温至 35 °C ± 1 °C 的水浴中，在 500 r/min 转速下搅拌 20 min。取下用干燥的慢速定性滤纸过滤，将最初的 5 mL 滤液弃去，滤液达到一定体积后，立即用移液管移取 50.0 mL 于 250 mL 锥形瓶中，加入氨-氯化铵缓冲溶液 (8.2.3) 15 mL 和酸性铬兰 K 指示剂 (8.2.5) 0.03 g，用 EDTA 标准滴定溶液 (8.2.1) 滴定，由紫红色变为蓝色为终点。

8.5 结果计算

镁离子交换能力 H<sub>Mg</sub>，按公式 (10) 计算：

$$H_{Mg} = \frac{843.2 \times (5 \times C_{MgCl_2} - V_{EDTA} \times C_{EDTA})}{m} \dots\dots\dots (10)$$

式中：

H<sub>Mg</sub>——镁离子交换能力，单位为毫克每克 (mg/g)；

C<sub>MgCl<sub>2</sub></sub>——氯化镁标准溶液的浓度，单位为摩尔每升 (mol/L)；

V<sub>EDTA</sub>——滴定所消耗 EDTA 标准滴定溶液的体积，单位为毫升 (mL)；

C<sub>EDTA</sub>——EDTA 标准滴定溶液的浓度，单位为摩尔每升 (mol/L)；

m——试验份质量，单位为克 (g)。

以两次平行测定的算术平均值表示到整数个位为测定结果。

8.6 精密度

在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不大于 2 mg/g，以大于 2 mg/g 的情况不超过 5% 为前提。

## 9 重量法测定灼烧失量

### 9.1 原理

将试样于 800 °C ± 10 °C 灼烧 1 h，以灼烧前后重量差值计算灼烧失量。

### 9.2 仪器

普通实验室仪器和

9.2.1 高温炉，控温 800 °C ± 10 °C；

9.2.2 瓷坩埚，容量 30 mL；

9.2.3 干燥器，内装蓝色硅胶。

### 9.3 程序

#### 9.3.1 试样制备

试样预先于 105 °C ± 2 °C 烘箱中烘干 2 h，取出置于干燥器中，冷却至室温，备称样用。

#### 9.3.2 测定

将空瓷坩埚（9.2.2）置 800 °C ± 10 °C 高温炉（9.2.1）内灼烧 1 h，取出，放入干燥器（9.2.3）中，冷却至室温后称重，重复以上步骤直至瓷坩埚（9.2.2）恒重。称取约 1 g 试样（9.3.1）（称准至 0.001 g）于已经灼烧至恒重的瓷坩埚（9.2.2）内，置 800 °C ± 10 °C 高温炉内灼烧 1 h，取出，先放入 105 °C ± 2 °C 烘箱内冷却约 10 min 后，再放入干燥器中，冷却 30 min 后称重。

### 9.4 结果计算

灼烧失量的质量分数  $X$ ，按公式（11）计算：

$$X = \frac{m_1 - m_2}{m} \times 100\% \dots \dots \dots (11)$$

式中：

$X$ ——灼烧失量的质量分数，单位为质量分数（%）；

$m_1$ ——灼烧前瓷坩埚加试样重，单位为克（g）；

$m_2$ ——灼烧后瓷坩埚加试样重，单位为克（g）；

$m$ ——试验份质量，单位为克（g）。

以两次平行测定的算术平均值表示到小数点后二位为测定结果。

### 9.5 精密度

在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不大于 0.01 %，以大于 0.01 % 的情况不超过 5% 为前提。

## 10 重量法测定湿存水量

### 10.1 原理

试样于 105 °C ± 2 °C 的烘箱中干燥 2 h，以烘干前后重量的差值计算湿存水量。

### 10.2 仪器

10.2.1 烘箱，控温 105 °C ± 2 °C；

10.2.2 称量瓶，Φ40 mm × 25 mm；

10.2.3 内装蓝色硅胶干燥器。

### 10.3 程序

#### 10.3.1 测定

将空称量瓶及盖（10.2.2），置于 105 °C ± 2 °C 的烘箱（10.2.1）内，烘干 2 h，取出，置于干燥器（10.2.3）中，冷却 30 min 后称重。称取 1 g 试样（称准至 0.001 g）于已知重量的称量瓶中，盖上瓶盖称量。将瓶盖部分打开，置于 105 °C ± 2 °C 的烘箱内，烘干 2 h，取出，置于干燥器中，冷却 30 min，盖严瓶盖称量。

#### 10.3.2 结果计算

湿存水量的质量分数  $W$ ，按公式（12）计算：

$$W = \frac{m_3 - m_4}{m} \times 100\% \dots \dots \dots (12)$$

式中：

GB/T 19421—××××

$W$ ——湿存水量的质量分数，单位为质量分数（%）；

$m_3$ ——烘前称量瓶加试样重，单位为克（g）；

$m_4$ ——烘后称量瓶加试样重，单位为克（g）；

$m$ ——试验份质量，单位为克（g）。

以两次平行测定的算术平均值表示到小数点后二位为测定结果。

#### 10.4 精密度

在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不大于 0.01%，以大于 0.01% 的情况不超过 5% 为前提。

### 11 邻菲罗啉比色法测定三氧化二铁含量

#### 11.1 原理

在 0.12 mol/L 盐酸介质中，加盐酸羟胺还原  $Fe^{3+}$  为  $Fe^{2+}$ ，在 pH 值 4~6 范围内， $Fe^{2+}$  与邻菲罗啉形成橙红色络合物，用分光光度计测量吸光度。

#### 11.2 试剂

11.2.1 盐酸，1:3（体积比）溶液；

11.2.2 盐酸，1:1（体积比）溶液；

11.2.3 氯化铵，100g/L 溶液；

11.2.4 硼酸，优级纯，饱和溶液；

11.2.5 邻菲罗啉；

11.2.6 冰醋酸，密度 1.05 g/mL；

11.2.7 盐酸羟胺；

11.2.8 乙酸钠；

11.2.9 混合显色剂

称取邻菲罗啉（11.2.5）0.5 g，加入冰醋酸（11.2.6）2 mL，溶解后加入水 500 mL，盐酸羟胺（11.2.7）5 g，乙酸钠（11.2.8）100 g，溶解后以快速定性滤纸过滤，稀释至 1 000 mL。

11.2.10 三氧化二铁，含量 99.99%；

11.2.11 氧化铁标准储存液

准确称取经 800 °C ± 10 °C 高温炉灼烧 1 h 后的三氧化二铁（11.2.10）1.000 g 于 250 mL 烧杯中，加入盐酸（11.2.2）60 mL，盖上表面皿，低温加热至完全溶解后，冷却至室温，移入 1 000 mL 容量瓶中，稀释至刻度，摇匀。此溶液 1 mL 含 1 mg 三氧化二铁。

11.2.12 氧化铁标准溶液

移取氧化铁标准储存液（11.2.11）5.0 mL 于 100 mL 容量瓶中，稀释至刻度，摇匀。

#### 11.3 仪器

11.3.1 高温炉，可控温 800 °C ± 10 °C；

11.3.2 分光光度计，附有 1 cm 比色皿。

#### 11.4 试验程序

##### 11.4.1 标准曲线的绘制

在一组 100 mL 容量瓶中加入氧化铁标准溶液（11.2.12），其体积分别为 0.00 mL、0.50 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL、5.00 mL，加入盐酸溶液（11.2.1）1 mL，混合显色剂（11.2.9）10 mL，加水至刻度，摇匀，放置 10 min。用 1 cm 比色池，以水作参比，于波长 510 nm 处测量吸光度，以氧化铁的浓度为横坐标，以净吸光度（扣除零浓度的吸光度）为纵坐标绘制标准曲线。

##### 11.4.2 试样制备

试样预先于 105 °C ± 2 °C 烘箱中烘干 2 h，取出置于干燥器中，冷却至室温，以备称样。

##### 11.4.3 测定

随试样同时做空白试验。

称取 0.1 g 试样（11.4.2）（称准至 0.001 g）于 150 mL 烧杯中，加入 5 mL 水，加热煮沸 1 min，加入盐酸（11.2.1）4 mL，加热溶解 1 min。冷却后加入氯化铵（11.2.3）4 mL，饱和硼酸（11.2.4）5 mL，移入 100 mL 容量瓶中，加入混合显色剂（11.2.9）10 mL，加水至刻度，摇匀，放置 10 min。用 1 cm 比色池，以水作参比，于波长 510 nm 处测量吸光度。将所测吸光度减去空白溶液的吸光度后，从标准曲线上查出三氧化二铁含量。

##### 11.5 结果计算

三氧化二铁质量分数  $F$ ，按公式（13）计算：

$$F = \frac{m_5}{m \times 1000} \times 100\% \dots \dots \dots (13)$$

式中：

$F$ ——三氧化二铁质量分数，单位为质量分数（%）；

$m_5$ ——由校准曲线上查得三氧化二铁的质量，单位为毫克（mg）；

$m$ ——试验份质量，单位为克（g）。

以两次平行测定的算术平均值表示到小数点后三位为测定结果。

### 11.6 精密度

在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不大于 0.005 %，以大于 0.005 % 的情况不超过 5 % 为前提。

## 12 容量法测定氧化钠含量

### 12.1 原理

以甲基红为指示剂，用盐酸标准滴定溶液滴定试样溶液的碱度，以此计算氧化钠含量。

### 12.2 试剂

#### 12.2.1 盐酸， $c(\text{HCl}) = 0.2 \text{ mol/L}$ 标准滴定溶液

参照 QB/T 2739-2005 中 4.3 配制和标定。

#### 12.2.2 甲基红指示液，1 g/L 溶液

按 QB/T 2739-2005 中 5.14 配制。

### 12.3 程序

#### 12.3.1 试样制备

试样预先于  $105 \text{ }^\circ\text{C} \pm 2 \text{ }^\circ\text{C}$  烘箱中烘干 2 h，取出置于干燥器中，冷却至室温，以备称样。

#### 12.3.2 测定

称取 0.1 g 试样（12.3.1）（称准至 0.001 g）于 250 mL 三角瓶中，加入 100 mL 沸水，加热溶解。加入 3 滴甲基红指示液（12.2.2），用盐酸标准滴定溶液（12.2.1）滴定至溶液由黄色变为红色，30 s 不褪为终点。

### 12.4 结果计算

氧化钠质量分数  $G$ ，按公式（14）计算：

$$G = \frac{c_{\text{HCl}} V_{\text{HCl}} \times 0.03099}{m} \times 100\% \dots \dots \dots (14)$$

式中：

$G$ ——氧化钠质量分数，单位为质量分数（%）

$c_{\text{HCl}}$ ——盐酸标准滴定溶液的浓度，单位为摩尔每升（mol/L）；

$V_{\text{HCl}}$ ——耗用的盐酸标准滴定溶液的体积，单位为毫升（mL）；

$m$ ——试验份质量，单位为克（g）；

0.03099——氧化钠的毫摩尔质量，单位为克每摩尔（g/mmol）。

以两次平行测定的算术平均值表示到小数点后一位为测定结果。

### 12.5 精密度

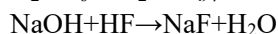
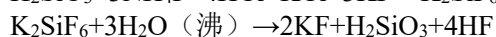
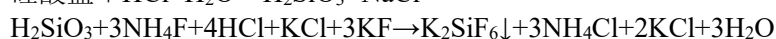
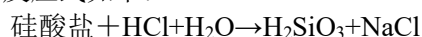
在重现性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不大于 0.3 %，以大于 0.3 % 的情况不超过 5 % 为前提。

## 13 氟硅酸钾容量法测定二氧化硅含量

### 13.1 原理

试样在酸性溶液里加热溶解，冷却，加入氟化铵解聚。依次加入浓盐酸、氟化钾、氯化钾，充分搅拌、静置，使氟硅酸铵转化成微溶于水的氟硅酸钾。过滤，洗涤沉淀至中性，加入沸水使之水解，立即用氢氧化钠标准滴定溶液滴定生成的氢氟酸，计算二氧化硅含量。

反应式如下：



### 13.2 试剂

#### 13.2.1 氯化钾；

13.2.2 盐酸，1:3（体积比）溶液；

13.2.3 盐酸，1:1（体积比）溶液；

13.2.4 氯化钾，100 g/L 溶液；

13.2.5 氯化铵，100 g/L 溶液；

13.2.6 氯化钾，饱和乙醇溶液

称取 50 g 氯化钾（13.2.1）于 500 mL 烧杯中，加水溶解后，加入 95 %乙醇 500 mL，混匀，装瓶。

13.2.7 氢氧化钠， $c(\text{NaOH}) = 0.5 \text{ mol/L}$  标准溶液

按 QB/T 2739-2005 中 4.1 配制和标定。

13.2.8 酚酞指示液，10 g/L 乙醇溶液

按 QB/T 2739-2005 中 5.1 配制。

### 13.3 仪器

13.3.1 塑料烧杯，250 mL；

13.3.2 塑料漏斗， $\Phi 8 \text{ cm} \sim 10 \text{ cm}$ ；

13.3.3 塑料棒；

13.3.4 快速定性滤纸， $\Phi 12.5 \text{ cm}$ ；

13.3.5 不锈钢镊子。

### 13.4 试验程序

#### 13.4.1 试样制备

试样预先于  $105 \text{ }^\circ\text{C} \pm 2 \text{ }^\circ\text{C}$  烘箱中烘干 2 h，取出置于干燥器中，冷却至室温，以备称样。

#### 13.4.2 测定

称取 0.1 g 试样（13.4.1）（称准至 0.001 g）于 150 mL 烧杯中，加入少量水，加热 1 min，使其溶解，加入 4 mL 盐酸溶液（13.2.2），再加热 1 min，用约 15 mL 热水转移至塑料烧杯（13.3.1）中，冷却至室温。

接着加入 3 mL 氯化铵溶液（13.2.5），10 mL 盐酸溶液（13.2.3），5 mL 氯化钾溶液（13.2.4），3 g 氯化钾（13.2.1），用塑料棒（13.3.3）充分搅拌，静置 10 min，有白色沉淀生成。

用快速定性滤纸（13.3.4）和塑料漏斗（13.3.2）过滤，再用氯化钾饱和乙醇溶液（13.2.6）洗涤杯壁及沉淀 5 次，每次用量约 3 mL。

用镊子（13.3.5）将滤纸连同沉淀夹回原塑料烧杯中，捣碎沉淀，沿杯壁一周加入 10 mL 氯化钾饱和乙醇溶液（13.2.6），加 3 滴酚酞指示液（13.2.8）。在搅拌下，用氢氧化钠标准滴定溶液（13.2.7）中和游离酸至粉红色，30 s 不褪色为终点。

将塑料烧杯置于沸水浴上，加入预先用酚酞指示液中和过的沸水 100 mL，使沉淀水解，搅拌并立即加入 3 滴酚酞指示液，用氢氧化钠标准滴定溶液（13.2.7）滴定至微红色，30 s 不褪色为终点，记录滴定毫升数。

### 13.5 结果计算

二氧化硅质量分数  $S$ ，按公式（15）计算：

$$S = \frac{c_{\text{NaOH}} \times V_{\text{NaOH}} \times 0.01502}{m} \times 100\% \dots \dots \dots (15)$$

式中：

$S$ ——二氧化硅质量分数，单位为质量分数（%）；

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

$V_{\text{NaOH}}$ ——试样耗用氢氧化钠标准滴定溶液的体积，单位为毫升 mL；

$m$ ——试验份质量，单位为克（g）；

0.01502——试样中二氧化硅的毫摩尔质量（1/4） $\text{SiO}_2$ ，单位为克每毫摩尔（g/mmol）。

以两次平行测定的算术平均值表示到小数点后一位为测定结果。

### 13.6 精密度

在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不大于 0.5%，以大于 0.5% 的情况不超过 5% 为前提。

## 14 原子吸收分光光度法测定氧化钙含量

## 14.1 原理

试样用硝酸、高氯酸、氢氟酸加热解除硅后，在盐酸介质中，直接引入原子吸收火焰中测定，铝、硅、铁等元素对测定的干扰，用氯化锶消除。

## 14.2 试剂

14.2.1 盐酸，1:1（体积比）溶液；

14.2.2 盐酸，1:3（体积比）溶液；

14.2.3 硝酸，优级纯；

14.2.4 高氯酸，优级纯；

14.2.5 氢氟酸，400g/L 溶液；

14.2.6 氯化锶，优级纯，150 g/L 溶液；

14.2.7 氧化钙标准储存溶液

准确称取 1.7857 g 基准碳酸钙（预先在 105 °C ± 2 °C 烘箱中烘 1 h，并置于干燥器中冷却至室温）于 250 mL 烧杯中，加 20 mL 水，滴加盐酸（14.2.1）至完全溶解，再加盐酸（14.2.1）10 mL，煮沸 3 min 以驱除二氧化碳后，冷却至室温，移入 1 000 mL 容量瓶中，稀释至刻度，摇匀。此溶液 1 mL 含 1 mg 氧化钙。

14.2.8 氧化钙标准溶液

移取 50.0 mL 氧化钙标准储存溶液（14.2.7）于 1 000 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀，此溶液 1 mL 含 50 μg 氧化钙。

## 14.3 仪器

14.3.1 原子吸收分光光度计，附有空气-乙炔燃烧器，钙空心阴极灯

原子吸收分光光度计参考工作参数见表 2。

表 2 原子吸收分光光度计工作参数

元素	波长/ (nm)	灯电流/ (mA)	光谱带宽/ (nm)	空气流量/ (L/min)	乙炔流量/ (L/min)	燃烧器高度/ (mm)
钙	422.7	3	0.2	6.6	1.2	6

14.3.2 黄金皿，50 mL。

## 14.4 程序

### 14.4.1 标准曲线的绘制

分别移取 0.0 mL、1.0 mL、2.0 mL、3.0 mL、4.0 mL、5.0 mL 氧化钙标准溶液（14.2.8）于一组 50 mL 容量瓶中，依次加入盐酸（14.2.1）4 mL，氯化锶溶液（14.2.6）5 mL，用水稀释至刻度，摇匀。在原子吸收分光光度计上，于波长 422.7 nm 处，以空气-乙炔火焰测量吸光度。

以氧化钙浓度为横坐标，吸光度（减去零浓度的吸光度）为纵坐标，绘制标准曲线。

### 14.4.2 试样制备

试样预先于 105 °C ± 2 °C 烘箱中烘干 2 h，取出置于干燥器中，冷却至室温，以备称样。

### 14.4.3 测定

称取试样（14.4.2）0.5 g（称准至 0.001 g）于黄金皿（14.3.2）中，加入硝酸（14.2.3）2 mL，高氯酸（14.2.4）2 mL，氢氟酸（14.2.5）10 mL，置于电热板上加热，冒尽白烟，再加入氢氟酸（14.2.5）10 mL，冒尽白烟。取下黄金皿（14.2.2），加入盐酸（14.2.1）10 mL，再加热溶解残渣。移入 100 mL 容量瓶中，加水至刻度，摇匀。分取 20 mL 于 50 mL 容量瓶中，加入盐酸（14.2.2）5 mL、氯化锶（14.2.6）5 mL，加水至刻度，摇匀。在原子吸收分光光度计上，于波长 422.7 nm 处，以空气-乙炔火焰测定吸光度，从标准曲线上查出氧化钙的浓度。

## 14.5 结果计算

氧化钙质量分数含量  $Q$  表示，按公式（16）计算：

$$Q = \frac{c_{\text{CaO}} \times V_{\text{CaO}}}{m_6 \times 10^6} \times 100\% \dots \dots \dots (16)$$

式中：

$Q$ —氧化钙质量分数，单位为质量分数（%）；

$c_{\text{CaO}}$ ——自标准曲线上查得的氧化钙浓度，单位为微克每毫升（μg/mL）；

$V_{\text{CaO}}$ ——被测溶液的体积，单位为毫升（mL）；

$m_6$ ——移取溶液相当试样量，单位为克（g）。

以两次平行测定的算术平均值表示到小数点后三位为测定结果。

14.6 精密度

在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不大于 0.005 %，以大于 0.005 %的情况不超过 5 %为前提。

15 原子吸收分光光度法测定氧化镁含量

15.1 原理

试样用硝酸、高氯酸、氢氟酸加热解除硅后，在盐酸介质中，直接引入原子吸收火焰中测定，铝、硅、铁等元素对测定的干扰，用氯化锶消除。

15.2 试剂

15.2.1 氧化镁 (GB/T 9857) 标准储存溶液

准确称取 1.000 g 氧化镁 (99.99%，预先经 800 °C ± 10 °C 灼烧至恒重，在干燥器中冷至室温) 于 150 mL 烧杯中，加少量水，加入盐酸 (14.2.2) 30 mL 溶解，转移至 1 000 mL 容量瓶中，稀释至刻度，摇匀。此溶液 1 mL 含 1 mg 氧化镁。

15.2.2 氧化镁标准溶液

移取 5.0 mL 氧化镁标准储存溶液(15.2.1)于 1 000 mL 容量瓶中，加入盐酸 (14.2.1) 4.5 mL，用水稀释至刻度，摇匀，此溶液 1 mL 含 5 μg 氧化镁。

15.3 仪器

15.3.1 原子吸收分光光度计，附有空气-乙炔燃烧器，镁空心阴极灯

原子吸收分光光度计参考工作参数见表 3。

表 3 原子吸收分光光度计工作参数

元素	波长/ (nm)	灯电流/ (mA)	光谱带宽/ (nm)	空气流量/ (L/min)	乙炔流量/ (L/min)	燃烧器高度/ (mm)
镁	285.2	5	0.4	6.6	1.2	4

15.3.2 黄金皿，50 mL。

15.4 程序

15.4.1 标准曲线的绘制

分别移取 0.0 mL、1.0 mL、2.0 mL、3.0 mL、4.0 mL、5.0 mL 氧化镁标准溶液 (15.2.2) 于一组 50 mL 容量瓶中，依次加入盐酸 (14.2.1) 4 mL，氯化锶溶液 (14.2.6) 5 mL，用水稀释至刻度，摇匀。在原子吸收分光光度计上，于波长 285.2 nm 处，以空气-乙炔火焰测量吸光度。

以氧化镁浓度为横坐标，净吸光度 (减去零浓度的吸光度) 为纵坐标，绘制标准曲线。

15.4.2 试样制备

试样预先于 105 °C ± 2 °C 烘箱中烘干 2 h，取出置于干燥器中，冷却至室温，以备称样。

15.4.3 测定

称取试样 (15.4.2) 0.5 g (称准至 0.001 g) 于黄金皿 (14.3.2) 中，加入硝酸 (14.2.3) 2 mL，高氯酸 (14.2.4) 2 mL，氢氟酸 (14.2.5) 10 mL，置于电热板上加热，待白烟消失后，再加入氢氟酸 (14.2.5) 10 mL，让白烟再次消失。取下黄金皿(14.3.2)，加入盐酸 (14.2.1) 10 mL，加热使残渣溶解。再全部转移至 100 mL 容量瓶中，加水至刻度，摇匀。从中移取 5.0 mL 溶液至 50mL 容量瓶中，加入盐酸(14.2.2) 5 mL、氯化锶 (14.2.6) 5 mL，加水至刻度，摇匀。在原子吸收分光光度计上，于波长 285.2 nm 处，以空气-乙炔火焰测定吸光度，从标准曲线上查出氧化镁的浓度。

15.5 结果计算

氧化镁质量分数  $R$ ，按公式 (17) 计算：

$$R = \frac{c_{MgO} \times V_{MgO}}{m_7 \times 10^6} \times 100\% \dots \dots \dots (17)$$

式中：

- $R$ ——氧化镁质量分数，单位为质量分数 (%)；
- $c_{MgO}$ ——自标准曲线上查得的氧化镁浓度，单位为微克每毫升 (μg/mL)；
- $V_{MgO}$ ——被测溶液的体积，单位为毫升 (mL)；
- $m_7$ ——移取溶液相当试样量，单位为克 (g)。

以两次平行测定的算术平均值表示到小数点后三位为测定结果。

15.6 精密度

在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不大于 0.005 %，以大于 0.005 %的情况不超过 5%为前提。

## 16 试验结果报告要求

试验结果报告应包括以下内容：

- a) 所用的测定方法（本文件编号的引用）；
- b) 结果和所用的表示方法；
- c) 测定过程中出现的任何异常现象；
- d) 本文件未包括的任何操作或自选操作；
- e) 试验日期及环境条件。



附录 A  
(资料性附录)  
δ相层状结晶二硅酸钠 X 射线衍射谱图

