

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 2574—XXXX
代替 HG/T 2574—2009

工业氧化铁

Ferric oxide for industrial use

征求意见稿

— XX — XX 发布

XXXX — XX — XX 实施

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HG/T 2574—2009《工业氧化铁》，与HG/T 2574—2009相比，除结构调整和编辑性改动外，主要技术变化如下：

- a) 修改了“范围”（见第1章，2009年版的第1章）；
- b) 修改了产品分类（见第5章，2009年版的第4章）；
- c) 修改了产品外观（见6.1，2009年版的5.1）；
- d) 增加了Ⅲ类产品指标（见6.3）；
- e) 增加了二氧化硅含量测定的电感耦合等离子体法（见7.5.2）；
- f) 修改了氯化物含量测定方法（见7.7，2009年版的6.9）；
- g) 修改了铝含量测定方法（见7.8，2009年版的6.7）；
- g) 增加了铬、镍、锰、氟含量测定方法（见7.9、7.10、7.11）。

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。

本文件由中国石油和化学工业联合会提出。

本文件由全国化学标准化技术委员会无机化工分技术委员会（SAC/TC63/SC1）归口。

本文件起草单位：中海油天津化工研究设计院有限公司。

本文件主要起草人： 。

本文件及其所代替文件的历次版本发布情况为：

——1994年首次发布为化工行业标准；2009年第一次修订；

——本次为第二次修订。

工业氧化铁

1 范围

本文件规定了工业氧化铁的产品分类、要求、试验方法、检验规则、标志和随行文件、包装、运输与贮存。

本文件适用于工业氧化铁。

注：该产品主要用作软磁铁氧体、硬磁铁氧体、宝石及金属抛光膏原料，作为催化剂、脱硫剂、陶瓷釉料以及炼铁、炼钢原料、制备其他铁盐原料等，也作为新能源电池用铁源。

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 191—2008 包装储运图示标志

GB/T 3050—2000 无机化工产品中氯化物含量测定的通用方法 电位滴定法

GB/T 6678 化工产品采样总则

GB/T 6682—2008 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

GB/T 21057 无机化工产品中氟含量测定的通用方法 离子选择性电极法

GB/T 32784 含镍生铁 铬含量的测定 过硫酸铵-硫酸亚铁铵滴定法

HG/T 3696.1 无机化工产品 化学分析用标准溶液、制剂及制品的制备 第1部分：标准滴定溶液的制备

HG/T 3696.2 无机化工产品 化学分析用标准溶液、制剂及制品的制备 第2部分：杂质标准溶液的制备

HG/T 3696.3 无机化工产品 化学分析用标准溶液、制剂及制品的制备 第3部分：制剂及制品的制备

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 分子式

分子式： Fe_2O_3

相对分子质量：159.69（按2022年国际相对原子质量）

5 产品分类

工业氧化铁按照用途分为三类：

I 类：主要用于软磁铁氧体、硬磁铁氧体；

II 类：抛光膏、脱硫剂、炼铁原料等其他工业用途；

III 类：新能源电池用铁源或炼钢原料。

6 要求

6.1 外观：棕红色或褐红色、黑色粉状或流沙状固体。

6.2 工业氧化铁 I 类、II 类产品按本文件规定的试验方法检测应符合表 1 的规定。

表 1

项 目	指 标			
	I 类			II 类
	优等品	一等品	合格品	
氧化铁 (Fe_2O_3) w/% \geq	99.8	99.5	99.0	96.0
干燥减量 w/% \leq	0.20	0.30	0.60	1.0
二氧化硅 (SiO_2) w/% \leq	0.008	0.010	0.015	--
硫酸盐 (以 SO_4 计) w/% \leq	0.10	0.15	0.20	--
氯化物 (以 Cl 计) w/% \leq	0.08	0.10	0.20	--
铝 (Al) w/% \leq	0.010	0.020	0.030	--

6.3 工业氧化铁 III 类产品按本文件规定的试验方法检测应符合表 2 的规定。

表 2

项 目	指 标
	III 类
氧化铁 (Fe_2O_3) w/% \geq	65.0
铬 (以 Cr_2O_3 计) w/%	10.0~20.0
镍 (以 NiO 计) w/% \geq	1.0
锰 (以 MnO 计) w/% \geq	1.0
氟 (以 F 计) w/% \leq	1.0
干燥减量 w/% \leq	1.0

7 试验方法

警示：本试验方法中使用的部分试剂具有腐蚀性，操作时须小心谨慎！必要时，需在通风橱中进行。如溅到皮肤或眼睛上应立即用水冲洗，严重者应立即就医。

7.1 一般规定

本文件所用的试剂和水，在没有注明其它要求时，均指分析纯试剂和 GB/T 6682—2008 表 1 中规定的三级水。试验中所用的标准滴定溶液、杂质标准溶液、制剂和制品，在没有注明其它规定时，均按 HG/T 3696.1、HG/T 3696.2 和 HG/T 3696.3 的规定制备。

7.2 外观检验

在自然光下，于白色衬底的表面皿或白瓷板上用目视法判定外观。

7.3 氧化铁含量的测定

7.3.1 原理

样品溶解后，用氯化亚锡和三氯化钛将试验溶液中的三价铁离子还原成二价，以二苯胺磺酸钠为指示剂，用重铬酸钾标准滴定溶液滴定溶液呈稳定的紫红色即为终点。

7.3.2 试剂或材料

7.3.2.1 盐酸溶液：1+1。

7.3.2.2 氯化亚锡溶液：100 g/L。

称取 10.0 g 氯化亚锡溶于 10 mL 盐酸中，用水稀释至 100 mL。

7.3.2.3 高锰酸钾溶液：50 g/L。

7.3.2.4 三氯化钛溶液：2 %。

移取 10 mL 15% 的三氯化钛溶液，用盐酸溶液（1+1）稀释至 100 mL。

7.3.2.5 硫-磷混酸溶液。

冷却条件下，将 30 mL 硫酸缓慢加至 140 mL 水中，冷却后再加入 30 mL 磷酸混匀。

7.3.2.6 重铬酸钾溶液：5 g/L。

7.3.2.7 重铬酸钾标准滴定溶液： $c(1/6K_2Cr_2O_7) \approx 0.1 \text{ mol/L}$ 。

7.3.2.8 靛红指示液：5 g/L。

7.3.2.9 二苯胺磺酸钠指示液：5 g/L。

7.3.3 试验步骤

称取约 0.3 g~0.5 g 试样（精确至 0.000 2 g），置于 500 mL 锥形瓶中，加 30 mL 盐酸溶液，加热使试样完全溶解（若溶解不完全，必要时过滤），继续加热至近沸，边搅拌边徐徐滴加氯化亚锡溶液至溶液颜色变为无色，再过量数滴。将锥形瓶在流水中冷却至室温。摇动下滴加高锰酸钾溶液至溶液呈棕色，加水至约 100 mL，加热使溶液呈透明状，取下，边摇边滴加氯化亚锡溶液至浅黄色。加入 4 滴~5 滴靛红指示液，滴加三氯化钛溶液至溶液蓝色刚好消失，再滴加重铬酸钾溶液至亮蓝色，用水稀释至约 300 mL，冷却，加入 30 mL 硫-磷混酸溶液和 3 滴二苯胺磺酸钠指示液，用重铬酸钾标准滴定溶液滴定至溶液出现紫色即为终点。

7.3.4 试验数据处理

氧化铁含量以三氧化二铁 (Fe_2O_3) 的质量分数 w_1 计, 按公式 (1) 计算:

$$w_1 = \frac{VcM \times 10^{-3}}{m} \times 100\% \dots\dots\dots (1)$$

式中:

V ——滴定试验溶液所消耗的重铬酸钾标准滴定溶液的体积的数值, 单位为毫升 (mL);

c ——重铬酸钾标准滴定溶液的浓度的准确数值, 单位为摩尔每升 (mol/L);

m ——试料的质量的数值, 单位为克 (g);

M ——三氧化二铁 ($1/2\text{Fe}_2\text{O}_3$) 的摩尔质量的数值, 单位为克每摩尔 (g/mol) ($M=79.85$)。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果, 两次平行测定结果的绝对差值不大于 0.3 %。

7.4 干燥减量测定

7.4.1 原理

试料在 $105\text{ }^\circ\text{C} \pm 2\text{ }^\circ\text{C}$ 的电热恒温干燥箱中干燥至质量恒定, 根据试料干燥前后的质量计算干燥减量。

7.4.2 仪器设备

7.4.2.1 称量瓶: $\Phi 50\text{ mm} \times 30\text{ mm}$ 。

7.4.2.2 电热恒温干燥箱: 温度能控制在 $105\text{ }^\circ\text{C} \pm 2\text{ }^\circ\text{C}$ 。

7.4.3 试验步骤

用已于 $105\text{ }^\circ\text{C} \pm 2\text{ }^\circ\text{C}$ 条件下干燥至质量恒定的称量瓶称取约 3 g 试样, 精确至 0.000 2 g, 置于 $105\text{ }^\circ\text{C} \pm 2\text{ }^\circ\text{C}$ 的电热恒温干燥箱中干燥至质量恒定。于干燥器中冷却至室温后, 称量。

7.4.4 试验数据处理

干燥减量以质量分数 w_2 计, 按公式 (2) 计算:

$$w_2 = \frac{m_1 - m_2}{m} \times 100\% \dots\dots\dots (2)$$

式中:

m_1 ——干燥前试料和称量瓶质量的数值, 单位为克 (g);

m_2 ——干燥后试料和称量瓶质量的数值, 单位为克 (g);

m ——试料的质量的数值, 单位为克 (g)。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果, 两次平行测定结果的绝对差值 I 类不大于 0.05 %。其他两类不大于 0.20 %。

7.5 二氧化硅含量 (SiO_2) 测定

7.5.1 限量比色法

7.5.1.1 原理

在酸性（pH为 1.1 ± 0.2 ）环境中，钼酸铵与水中二氧化硅反应，生成黄色可溶的硅钼杂多酸配合物，加1-氨基-2-萘酚-4-磺酸将其还原成硅钼蓝，所呈蓝色与二氧化硅浓度呈正比，用限量比色法测定。

7.5.1.2 试剂或材料

7.5.1.2.1 盐酸溶液：1+1。

7.5.1.2.2 草酸溶液：75 g/L。

7.5.1.2.3 钼酸铵溶液。

称取 10 g 钼酸铵 $[(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24}\cdot 4\text{H}_2\text{O}]$ ，在搅拌下微热溶解于水中，用水稀释至 100 mL（如有不溶物可过滤），用氨水调节 pH 至 7~8。

7.5.1.2.4 还原剂。

称取 0.5 g 1-氨基-2-萘酚-4-磺酸（ $\text{C}_{10}\text{H}_9\text{NO}_4\text{S}$ ）和 1g 亚硫酸钠溶于 50 mL 水中（必要时稍加热），然后将此溶液加入含有 30 g 亚硫酸钠的 150 mL 水溶液中，过滤至聚乙烯瓶中，放入冰箱中避光保存，发现溶液颜色变深不宜使用。

7.5.1.2.5 二氧化硅标准溶液：1mL 溶液含有二氧化硅（ SiO_2 ）0.01mg。

用移液管移取 1 mL 按 HG/T 3696.2 配制的二氧化硅标准溶液，置于 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。此溶液现用现配。

7.5.1.3 仪器设备

比色管：25 mL。

7.5.1.4 试验步骤

称取 5.0 g 试样，精确至 0.01 g。置于 250 mL 烧杯中，加 30 mL 水、15 mL 盐酸，盖上表面皿。在电热板上加热溶解，继续加热浓缩至溶液体积约为 30 mL。全部转移至 100 mL 容量瓶中，加水稀释至刻度，摇匀。

用移液管移取 10.00 mL 试验溶液，置于比色管中，迅速加入 1 mL 盐酸溶液（此时溶液 pH 为 1.1 ± 0.2 ）和 2 mL 钼酸铵溶液。上下倒置 6 次，使之混匀，放置 5 min~10 min，然后加入 2.0 mL 草酸溶液，再充分混匀。从加入草酸计算时间，在 2 min~15 min 内加入 2.0 mL 还原剂，充分混匀，加水稀释至刻度，摇匀。放置 5 min，与标准比色溶液相比较，所呈蓝色不得深于标准比色溶液。

标准比色溶液配制：按照下述规定取一定体积的二氧化硅标准溶液，从“加入 1 mL 盐酸溶液……”开始与试样同时同样处理。

I 类优等品：4.0 mL；

I 类一等品：5.0 mL；

I 类合格品：7.5 mL。

注：为确保该步骤的 pH 为 1.1 ± 0.2 ，应预先用 pH 计检验，以确定所用盐酸溶液的用量。

7.5.2 电感耦合等离子体发射光谱法

按照 7.10 进行测定。

7.6 硫酸盐含量测定

7.6.1 原理

用盐酸溶解样品后，加锌将三价铁离子还原为二价，加氯化钡沉淀硫酸根，称量硫酸钡，求出硫酸根含量。

7.6.2 试剂或材料

7.6.2.1 锌粒。

7.6.2.2 盐酸。

7.6.2.3 盐酸溶液：1+10。

7.6.2.4 氯化钡溶液：100 g/L。

7.6.2.5 硝酸银溶液：17 g/L。

7.6.3 仪器设备

高温炉：温度能控制在 $800\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 20\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。

7.6.4 试验步骤

称取约2.0 g试样，精确至0.01 g，置于500 mL烧杯中，加30 mL盐酸，加热溶解，加水至溶液总体积约100 mL，加5 g锌粒，在沸水浴中加热，溶液的红色消失时，过滤，用温热盐酸溶液洗至滤纸无色，再用温水洗涤4次~5次，将滤液和洗涤液合并，加水至约300 mL，加热至 $60\text{ }^{\circ}\text{C}\sim 70\text{ }^{\circ}\text{C}$ ，逐滴加入10 mL热的氯化钡溶液，在沸水浴中加热30 min，陈化1 h，用慢速定量滤纸过滤。用水洗涤至洗液中无氯离子（用硝酸银溶液检验），将滤纸和沉淀一起移入已经在 $800\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 20\text{ }^{\circ}\text{C}$ 下灼烧至质量恒定的瓷坩埚中，在 $800\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 20\text{ }^{\circ}\text{C}$ 下灼烧至质量恒定。

7.6.5 试验数据处理

硫酸盐含量以硫酸根（ SO_4 ）的质量分数 w_3 计，按公式（3）计算：

$$w_3 = \frac{(m_1 - m_2) \times 0.4116}{m} \times 100\% \dots\dots\dots (3)$$

式中：

m_1 ——灼烧后瓷坩埚和残渣的质量的数值，单位为克（g）；

m_2 ——瓷坩埚的质量的数值，单位为克（g）；

m ——试料的质量的数值，单位为克（g）；

0.411 6——硫酸钡换算为硫酸盐的系数。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果，两次平行测定结果的绝对差值不大于 0.02 %。

7.7 氯化物含量的测定

7.7.1 原理

酸性溶液中，在自动电位滴定仪上用硝酸银溶液滴定，由仪器判断滴定终点，计算氯化物含量。

7.7.2 试剂或材料

7.7.2.1 硝酸溶液：2+3。

7.7.2.2 氢氧化钠溶液：200g/L。

7.7.2.3 硝酸银标准滴定溶液： $c(\text{AgNO}_3) \approx 0.02 \text{ mol/L}$ 。

按照 HG/T 3696.1 配置并准确稀释 5 倍。

7.7.2.4 溴酚蓝指示液：0.1 % 乙醇溶液。

7.7.3 试验步骤

称取试样约 5.0 g，精确至 0.000 2 g，置于 250 mL 烧杯中，加适量水后，充分搅拌，加 1 滴溴酚蓝指示液，用氢氧化钠溶液或硝酸溶液调节溶液颜色恰呈黄色，移入 250 mL 容量瓶中，加水至刻度，摇匀。

准确移取 50 mL 上述试验溶液，置于电磁搅拌器上搅拌后按 GB/T 3050—2000 中第 6 章的规定进行试验，并计算消耗的硝酸银标准滴定溶液的体积。

7.7.4 试验数据处理

氯化物含量以氯（Cl）的质量分数 w_4 计，按公式（4）计算：

$$w_4 = \frac{VcM \times 10^{-3}}{m} \times 100\% \dots\dots\dots (4)$$

式中：

V ——滴定试验溶液消耗的硝酸银标准滴定溶液的体积的数值，单位为毫升（mL）；

c ——硝酸银标准滴定溶液浓度的准确数值，单位为摩尔每升（mol/L）；

M ——氯的摩尔质量的数值，单位为克每摩尔（g/mol） [$M(\text{Cl}) = 35.45$]；

m ——试料的质量的数值，单位为克（g）。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果。两次平行测定结果的绝对差值不大于 0.01 %。

7.8 铝含量的测定

按照 7.10 进行测定。

7.9 铬含量的测定

准确称取 0.5 g 试样（精确至 0.0002 g），按照 GB/T 32784 进行产品中铬含量测定。铬含量以三氧化二铬（ Cr_2O_3 ）的质量分数 w_6 计，按公式（6）计算：

$$w_6 = w_{c_r} \times 2.9231 \times 100\% \dots\dots\dots (6)$$

式中：

w_{c_r} ——按照 GB/T 32784 进行产品中铬含量测定得到的铬含量的数值，单位为百分比（%）；

2.9231——铬换算为三氧化二铬的系数。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果，两次测定结果的绝对差值不大于 0.3 %。

7.10 二氧化硅、铝、镍和锰含量的测定

7.10.1 原理

试样采用电感耦合等离子体发射光谱仪测定待测元素特征谱线的强度，以工作曲线法定量。

7.10.2 试剂或材料

7.10.2.1 盐酸溶液：1+1。优级纯试剂配制。

7.10.2.2 硅（Si）、铝（Al）：1 mL 溶液含（Si 或 Al）0.01 mg。

选用有证系列标准物质（或标准样品）的混合溶液或单标溶液（1000 µg/mL）准确稀释，此溶液现用现配。

7.10.2.3 镍（Ni）、锰（Mn）标准溶液：1 mL 溶液含（Ni 或 Mn）0.1 mg。

选用有证系列标准物质（或标准样品）的混合溶液或单标溶液（1000 µg/mL），此溶液现用现配。

7.10.2.4 水：符合 GB/T 6682—2008 中二级水的规定。

7.10.3 仪器设备

电感耦合等离子体发射光谱仪。

7.10.4 试验步骤

7.10.4.1 工作曲线的绘制

移取0 mL、1.00 mL、2.00 mL、4.00 mL、8.00 mL、10.00 mL、20.00 mL标准溶液（见7.10.2.2，7.10.2.3）分别置于7个100 mL容量瓶中，分别加入4 mL盐酸溶液，用水稀释至刻度，摇匀。导入电感耦合等离子体发射光谱仪进行测定，推荐分析谱线波长见表3。以标准溶液的质量浓度（µg/mL）为横坐标，对应的发射强度值为纵坐标，绘制工作曲线。

表 3

元素名称	波长（nm）
Si	251.611
Al	309.271、308.215、396.152
Ni	231.604
Mn	257.610

7.10.4.2 试验

准确移取25 mL试验溶液（见附录A）。全部转移至100 mL容量瓶中，以水稀释至刻度，摇匀。导入电感耦合等离子体发射光谱仪，按照7.10.4.1相同条件测定相应待测元素的光谱强度值。若测定试验溶液的光谱强度超出工作曲线的范围，则应对试验溶液进行适当稀释，并保持酸度与稀释前一致。在标准曲线上查出试验溶液中待测元素的质量浓度。

同时同样做空白试验，空白试验溶液除不加试样外，其他加入试剂的种类和量与试验溶液相同。

7.10.5 试验数据处理

待测元素的含量以质量分数 w_i 计，按公式（7）计算：

$$w_i = \frac{(\rho_i - \rho_0)f_i \times 100 \times 10^{-6}}{m (20/250)} \times k \times 100\% \dots\dots\dots (7)$$

式中：

ρ_i ——从工作曲线上查出的试验溶液中待测元素的质量浓度的数值，单位为微克每毫升（ $\mu\text{g/mL}$ ）；

ρ_0 ——从工作曲线上查出的空白试验溶液中待测元素的质量浓度的数值，单位为微克每毫升（ $\mu\text{g/mL}$ ）；

f_i ——待测元素铝（Al）含量计算中 $f_{\text{Al}}=1$ ，其他待测元素换算为其氧化物的系数（ $f_{\text{SiO}_2}=2.1393$ ； $f_{\text{NiO}}=1.3578$ ； $f_{\text{MnO}}=1.2912$ ）；

m ——试料的质量的数值，单位为克（g）；

k ——试验溶液的稀释倍数。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果，两次平行测定结果的绝对差值不大于算术平均值的 20 %。

7.11 氟含量的测定

称取 0.5 g 试样（精确至 0.000 2 g），溶解后置于 100 mL 容量瓶中，以水稀释至刻度，摇匀。按照 GB/T 21057 中的方法进行样品中氟含量测定。

氟含量以氟（F）的质量分数 w_7 计，按公式（8）计算：

$$w_7 = \frac{(\rho_1 - \rho_0) \times V \times 10^{-6}}{m} \times 100\% \dots\dots\dots (8)$$

式中：

ρ_1 ——从工作曲线上查得的试验溶液中氟的质量浓度，单位为微克每毫升（ $\mu\text{g/mL}$ ）；

ρ_0 ——从工作曲线上查得的空白试验溶液中氟的质量浓度，单位为微克每毫升（ $\mu\text{g/mL}$ ）；

V ——试验溶液定容体积，单位为毫升（mL）；

m ——试料的质量的数值，单位为克（g）。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果，两次平行测定结果的绝对差值不大于 0.05%。

8 检验规则

8.1 本文件要求中规定的所有指标项目为出厂检验项目，应逐批检验。

8.2 生产企业用相同材料，基本相同的生产条件，连续生产或同一班组生产的同一类型、同一等级的工业氧化铁为一批。每批产品不超过 50 t。

8.3 按 GB/T 6678 的规定确定采样单元数。采样时，将采样器自包装袋的中心垂直插入至料层深度的 3/4 处采样。将采出的样品混匀，用四分法缩分至不少于 500 g。将样品分装于两个清洁、干燥的容器中，

密封。并粘贴标签，注明生产厂名、产品名称、类型、等级、批号、采样日期和采样者姓名。一份供检验用，另一份保存备查，保存时间由生产企业根据需要确定。

8.4 采用 GB/T 8170 规定修约值比较法判断检验结果是否符合本标准。

8.5 检验结果如有指标不符合本标准要求，应重新自两倍量的包装中采样进行复验，复验结果即使只有一项指标不符合本标准的要求时，则整批产品为不合格。

9 标志和随行文件

9.1 工业氧化铁包装袋上应有牢固清晰的标志，内容包括：生产厂名、厂址、产品名称、类型、等级、净含量、批号或生产日期、本标准编号及 GB 191—2008 中规定的“怕雨”、“怕晒”标志。

9.2 每批出厂的工业氧化铁产品都应附有质量证明书，内容包括：生产厂名、厂址、产品名称、类型、等级、净含量、批号或生产日期和本标准编号。

10 包装、运输、贮存

10.1 工业氧化铁采用双层包装，内包装采用聚乙烯塑料薄膜袋，外包装采用塑料编织袋。包装内袋严密封口，外袋采用缝包机缝合，每袋净含量为 25 kg、1000 kg。也可根据用户要求的规格进行包装。

10.2 工业氧化铁在运输过程中，防止雨淋、受热、受潮。

10.3 工业氧化铁应贮存在通风、阴凉、干燥的库房内，防止雨淋、受潮。

附 录 A
(资料性附录)
样品处理

A.1 试剂或材料

A.1.1 无水碳酸钠。

A.1.2 无水四硼酸钠。

A.1.3 硝酸溶液：1+1。

A.2 仪器设备

A.2.1 高温炉：温度能控制在 $800\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 20\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。

A.2.2 坩埚：镍坩埚或银坩埚。

A.3 试验溶液的制备

称取约1 g试样，精确至0.000 2 g，置于坩埚中，加入约2.0 g无水碳酸钠、1.0 g无水四硼酸钠，混匀后置于高温炉内，于 $800\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 20\text{ }^{\circ}\text{C}$ 下熔融30 min后，取出稍冷，将坩埚放入已盛有100 mL近沸水的烧杯中，盖上表面皿，在电炉（或电热板）上加热，待熔块完全浸出后，取出坩埚，用少量硝酸溶液洗净坩埚和盖后用水冲洗。在搅拌下加入20 mL~30 mL硝酸溶液，将溶液加热至沸。稍冷后全部中速定性滤纸过滤至250 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

同时同样制备空白试验溶液。
