

硅质玻璃原料化学分析方法

本标准适用于硅石、砂岩、硅砂等硅质玻璃原料的化学成分分析。标准中同一成分所列不同分析方法，可根据具体情况选用。

1 总则

1. 1 所用分析天平应精确至 0. 0001g，天平与砝码应定期进行检定。称取试样时读数应精确至 0. 0001g。“恒重”系指连续两次称重之差不大于 0. 0002g。

1. 2 所用仪器和量器应经过校正。

1. 3 分析试样应于烘箱中在 105- 110℃ 烘干 1h 以上，然后放入干燥器中，冷却至室温，进行称量。

1. 4 分析用水，应为蒸馏水或去离子水；所用试剂应为分析纯或优级纯；用于标定溶液浓度的试剂应为基准试剂。对水和试剂应做空白试验。

1. 5 标准中试剂的浓度采用下列表示法：

1. 5. 1 当直接用名称表示酸和氢氧化铵时，系指符合下列百分浓度的浓试剂：

试剂名称	试剂浓度，%
盐酸	36-38
氢氟酸	40 以上
硝酸	65-68
高氯酸	70-72
硫酸	95-98
氢氧化铵	25-28

1. 5. 2 被两释的酸和氢氧化铵浓度以如下的形式表示：如盐酸（5+95），系指 5 份体积的浓盐酸（36- 38%）加 95 份体积的水配成之溶液。

1. 5. 3 固体试剂配制的溶液浓度用重量 / 体积百分浓度表示（作标准溶液时除外）。

例如：20% 氢氧化钾是指每 20g 氢氧化钾溶于 100ml 水而制成之溶液。在没有特别指出时，均指水溶液。

1. 6 对光度测量的参比液作如下说明：

1. 6. 1 制作标准曲线时所用“试剂空白溶液”指第一只容量瓶中不含待测氧化物之溶液。

1. 6. 2 试样分析时所用“试剂空白溶液”指按试样测定操作不含试样所得之溶液。

2 试样的制备

取来的样品必须混合均匀，并应能代表平均组成，没有外来杂质混入。将此样品经过缩分，最后得到约 20g 试样。在玛瑙乳钵中研磨至全部通过孔径 75 μm 筛，然后装于称量瓶中备用。

3 烧失量的测定

称取约 1g 试样于已恒重的铂坩埚中，放入高温炉内，从室温开始升温，于 1000-1050℃ 灼烧半小时。在干燥器中冷却至室温，称重，反复灼烧，直至恒重。烧失量的百分含量 (X) 按下式计算：

$$X = \frac{G - G_1}{G} \times 100 \dots\dots\dots (1)$$

式中：G ——灼烧前试样重量，g；

G₁ ——灼烧后试样重量，g。

4 二氧化硅的测定

4. 1 盐酸一次脱水重量法——分光光度法

4. 1. 1 试剂

无水碳酸钠；

盐酸；

盐酸：1+1，1+11，5+95；

硫酸：1+1；

氢氟酸；

2%氟化钾水溶液：称取 2g 氟化钾 (KF · 2H₂O) 于塑料杯中，加 100ml 水溶解，贮存于塑料瓶中；

2%硼酸水溶液;

0.5%对硝基苯酚指示剂乙醇溶液: 称取 0.5g 对硝基苯酚, 溶于 100ml 95%乙醇中;

20%氢氧化钾水溶液: 称取 20g 氢氧化钾于塑料杯中, 加 100ml 水溶解, 贮存于塑料瓶中;

95%乙醇;

8%钼酸铵水溶液: 称取 8g 钼酸铵, 溶于 100ml 水中, 过滤, 贮存于塑料瓶中;

2%抗坏血酸溶液 (使用时配制);

二氧化硅标准溶液: 准确称取 0.1000g 预先经 1000℃ 的烧 1h 的高纯石英 (99.99%) 于坩埚中, 加 2g 无水碳酸钠, 混匀。先于低温加热, 逐渐升高温度至 1000℃, 以得到透明熔体, 冷却。用热水浸取熔块于 300ml 塑料杯中, 加入 150ml 沸水, 搅拌使其溶解 (此时溶液应是澄清的), 冷却。转入 1L 容量瓶中, 用水稀释至标线, 摇匀后立即转移到塑料瓶中贮存。此溶液每毫升含 0.1mg 二氧化硅。

4.1.2 仪器

分光光度计。

4.1.3 二氧化硅 (硅钼蓝) 比色标准曲线的绘制于一组 100ml 容量瓶中, 分别加 8ml 盐酸 (1+11) 及 10ml 水, 摇匀。用刻度移液管依次加入 0, 1.00, 2.00, 3.00, 4.00, 5.00, 6.00ml 二氧化硅标准溶液, 加 8ml 95%乙醇, 4ml 8%钼酸铵, 摇匀。室温高于 20℃ 时放置 15min, 低于 20℃ 时, 于 30-50℃ 的温水中放置 5-10min, 冷却至室温。加 15ml 盐酸 (1+1), 用水稀释至近 90ml, 加 5ml 2%抗坏血酸, 用水稀释至标线, 摇匀。1h 后, 于分光光度计上, 以试剂空白溶液作参比, 选用 0.5cm 比色皿, 在波长 700nm 处测定溶液的吸光度。按测得的吸光度与比色溶液浓度的关系绘制标准曲线。

4.1.4 分析步骤

称取约 0.5g 试样于铂皿中 (铂皿容积约 75-100ml), 加 1.5g 无水碳酸钠, 与试样混匀, 再取 0.5g 无水碳酸钠铺在表面。先于低温加热, 逐渐升高温度至 1000℃, 熔融呈透明熔体, 继续熔融约 5min, 用包有铂金头的坩埚钳夹持铂皿, 小心旋转, 使熔融物均匀地附着在皿的内壁。冷却, 盖上表皿, 加 20ml 盐酸 (1+1) 溶解熔块, 将皿置水浴上加热至碳酸盐完全分解, 不再冒气泡。取下, 用热水洗净表皿, 除去表皿, 将铂皿再置水浴上蒸发至无盐酸味。

冷却, 加 5ml 盐酸, 放置约 5min, 加约 20ml 热水搅拌使盐类溶解, 加适量滤纸浆搅拌。用中速定量滤纸过滤, 滤液及洗涤液用 250ml 容量瓶承接, 以热盐酸 (5+95) 洗涤皿壁及沉淀 10-12 次, 热水洗涤 10-12 次。

在沉淀上加 2 滴硫酸 (1+1)，将滤纸和沉淀一并移入铂坩埚中，放在电炉上低温烘干，升高温度使滤纸充分灰化。于 1100℃灼烧 1h，在干燥器中冷却至室温，称量，反复灼烧，直至恒重。

将沉淀用水润湿，加 3 滴硫酸 (1+1) 和 5-7ml 氢氟酸，在砂浴上加热，蒸发至干，重复处理一次，继续加热至冒尽三氧化硫白烟为止。将坩埚在 1100℃灼烧 15min，在干燥器中冷却至室温，称量。反复灼烧，直至恒重。

将上面的滤液用水稀释至标线，摇匀。吸取 25ml 滤液 100ml 塑料杯中，加 5ml 2% 氟化钾，摇匀，放置 10min。加 5ml 2% 硼酸，加 1 滴对硝基苯酚指示剂，滴加 20% 氢氧化钾至溶液变黄，加 8ml 盐酸 (1+11)，转入 100ml 容量瓶，加 8ml 95% 乙醇，4ml 8% 钼酸铵，摇匀。室温高于 20℃时，放置 15min；低于 20℃时，于 30-50℃的温水中放置 5~10min，冷却至室温。加 15ml 盐酸 (1+1)，用水稀释至近 90ml，加 5ml 2% 抗坏血酸，用水稀释至标线，摇匀。1h 后，于分光光度计上，以试剂空白溶液作参比，选用 0.5cm 比色皿，在波长 700nm 处测定溶液的肖光度。

二氧化硅的百分含量 (X1) 按下式计算：

$$X1 = \left(\frac{G1 - G2}{G} + \frac{C \times 100}{G \times 1000} \right) \times 100 \dots\dots\dots (2)$$

式中：G1——燃烧后未经氢氟酸处理的沉淀及坩埚重量，g；

G2——经氢氟酸处理并燃烧后残渣及坩埚重量，g；

G——试样重量，g；

C——在标准曲线上查得所分取滤液中二氧化硅的含量，mg。

注：回收二氧化硅，也可用硅钼黄比色法。详见 4. 2. 4。

4. 2 凝聚重量法——分光光度法

4. 2. 1 试剂

0.1% 聚环氧乙烷溶液：称取 0.1g 聚环氧乙烷于烧杯中，加少量水浸泡一段时间，搅拌使其溶解，稀释至 100ml。贮存于塑料瓶中，溶液保留至有沉淀产生弃去重配；

其余试剂同 4. 1. 1。

4. 2. 2 仪器

分光光度计。

4. 2. 3 二氧化硅（硅钼黄）比色标准曲线的绘制

于一组 100ml 容量瓶中，分别加 8ml 盐酸（1+11）及 10ml 水，摇匀。用刻度移液管依次加入 0, 1. 00, 2. 00, 3. 00, 4. 00, 5. 00, 6. 00ml 二氧化硅标准溶液，加 8ml 95%乙醇，4ml 8%钼酸铵，摇匀。室温高于 20℃时，放置 15min；低于 20℃时，于 30- 58℃的温水中放置 5- 10min，冷却至室温。用水稀释至标线，摇匀。2h 内，于分光光度计上，以试剂空白溶液作参比，选用 3cm 比色皿，在波长 420nm 处测定溶液的吸光度。按测得吸光度与比色溶液浓度的关系绘制标准曲线。

注：加钼酸铵后，应避免阳光照射。

4. 2. 4 分析步骤

称取约 0. 5g 试样于铂皿中，加 1. 5g 无水碳酸钠，与试样混匀，再取 0. 5g 无水碳酸钠铺在表面。先于低温加热，逐渐升高温度至 1000℃，熔融呈透明熔体，继续熔融约 5min，用包有铂金头的坩锅钳夹持铂皿小心旋转，使熔融物均匀地附着在皿的内壁。

冷却，盖上表皿，加 20ml 盐酸（1+1）溶解熔体，将皿置水浴上加热至碳酸盐完全分解，不再冒气泡。取下，用热水洗净表皿，除去表皿，将铂皿再置水浴上蒸发至 10ml 以下或糊状，将铂皿从水浴上取下，加适量滤纸浆搅拌，加约 5ml 聚环氧乙烷溶液，充分搅拌，放置 5min。用中速定量滤纸过滤，冲洗表皿，滤液及洗涤液用 250ml 容量瓶承接，用热盐酸（5+95）洗涤沉淀及铂皿 10- 12 次，再用热水洗涤 10- 12 次。

在沉淀上加 2 滴硫酸（1+1），以下步骤按 4. 1. 4 进行。滤液中残留二氧化硅，除了用硅钼蓝比色回收外，还可用硅钼黄比色回收。步骤如下：

吸取 25ml 滤液于 180ml 塑料杯中，加 5ml 2%氟化钾，摇匀，放置 10min。加 5ml 2%硼酸，加 1 滴对硝基苯酚指示剂，滴加 20%氢氧化钾至溶液变黄，加 8ml 盐酸（1+11），转入 100ml 容量瓶中，加 8ml 95%乙醇，4ml 8%钼酸铵，摇匀。室温高于 20℃时，放置 15min，低于 20℃时，于 30- 50℃的温水中放置 5- 10min，冷却至室温。用水稀释至标线，摇匀。2h 内，于分光光度计上，以试剂空白溶液作参比，选用 3cm 比色皿，在彼长 420nm 处测定溶液的吸光度。

二氧化硅百分含量（X2）按下式计算：

$$X1 = \left(\frac{G1 - G2}{G} + \frac{C \times 100}{G \times 1000} \right) \times 100 \dots\dots\dots (3)$$

式中: G1——灼烧后未经氢氟酸处理的沉淀及坩埚重量, g;

G2——经氢氟酸处理并灼烧后残渣及坩埚重量, g;

G——试样重量, g;

C——在标准曲线上查得所分取滤液中二氧化硅的含量, mg。

注: 试剂空白溶液中不要加聚环氧乙烷, 因其与钼酸铵形成白色沉淀。

5 三氧化二铝的测定

5.1 试剂

无水碳酸钠;

硼酸;

氢氟酸;

硫酸: 1+1;

盐酸: 1+1;

0.2%二甲酚橙指示剂水溶液;

20%氢氧化钾水溶液;

乙酸—乙酸钠缓冲溶液 (pH5.6): 将 250g 三水乙酸钠 (或 150.7g 无水乙酸钠) 溶于水, 加 12ml 冰乙酸, 用水稀释至 1L, 摇匀;

0.01M 乙二胺四乙酸二钠 (EDTA) 标准溶液: 称取 EDTA 3.79 于烧杯中, 加水约 200ml, 加热溶解, 用水稀释至 1L;

0.01M 乙酸锌标准溶液: 称取二水乙酸锌 2.2g 溶于少量水中, 加乙酸 (36%) 2ml, 用水稀释至 1L;

氧化钙标准溶液: 准确称取经 105–110°C 烘干 4h 的碳酸钙 1.7848g 于 300ml 烧杯中, 加水约 150ml, 盖上表皿, 滴加盐酸 (1+1) 10ml 使其溶解, 加热煮沸数分钟以驱尽溶液中的二氧化碳。冷却后移入 1L 容量瓶中, 用水稀释至标线, 摇匀。此溶液每毫升含 1mg 氧化钙;

钙黄绿素混合指示剂: 称取 0.2g 钙黄绿素, 0.2g 百里香酚酞络合剂, 与 20g 已在 105°C 烘过的硝酸钾混合研细, 贮存于磨口瓶中;

EDTA 标准溶液的标定：准确移取 10ml 氧化钙标准溶液于 300ml 烧杯中，加水约 150ml。滴加 20% 氢氧化钾调节溶液 pH 值约为 12，再过量 2ml，加适量钙黄绿素混合指示剂，用 0.01M EDTA 标准溶液滴定至绿色荧光消失并呈现淡红色。

EDTA 对三氧化二铝、氧化钙、氧化镁的滴定度按下式计算：

$$TA_{1203} = \frac{W \times 50.98}{V \times 56.08} \dots\dots\dots (4)$$

$$TCaO = \frac{W}{V} \dots\dots\dots (5)$$

$$TMgO = \frac{W \times 40.30}{V \times 56.08} \dots\dots\dots (4)$$

式中：W——所取氧化钙的毫克数；

V——滴定时消耗 EDTA 标准溶液的体积，mJ，

TA₁₂₀₃——EDTA 标准溶液对三氧化二铝的滴定度，mg / ml；

TCaO——EDTA 标准溶液对氧化钙的滴定度，mg / ml；

TMgO——EDTA 标准溶液对氧化镁的滴定度，mg / ml；

50.98——三氧化二铝分子量的一半；

56.08——氧化钙的分子量；

40.30——氧化镁的分子量。

EDTA 标准溶液与乙酸锌标准溶液体积比的测定：从滴定管放出 10.00ml 0.01M EDTA 标准溶液于 300ml 烧杯中，加水约 150ml，加 5ml pH5.6 的缓冲溶液，加二甲酚橙指示剂 4 滴，用 0.01M 乙酸锌标准溶液滴定至溶液由黄色变为红色。

EDTA 标准溶液与乙酸锌标准溶液的体积比按下式计算：

$$K = \dots\dots\dots (7)$$

V

式中: K ——每毫升乙酸锌标准溶液相当于 EDTA 标准溶液的毫升数;

V ——滴定时消耗乙酸锌标准溶液的体积, ml。

5. 2 分析步骤

根据试样中二氧化硅的含量范围, 试液制备步骤分述如下:

a. 二氧化硅含量在 95% 以上者, 称取约 1g 试样于铂皿中, 用少量水润湿, 加 1ml 硫酸 (1+1) 和 10ml 氢氟酸, 于低温电炉上蒸发至冒三氧化硫白烟, 重复处理一次, 逐渐升高温度, 驱尽三氧化硫, 冷却。加 5ml 盐酸 (1+1) 及适量水, 加热溶解, 冷却后, 转入 250ml 容量瓶中, 用水稀释至标线, 摇匀。此溶液供测定三氧化二铁、二氧化钛、三氧化二铝、氧化钙、氧化镁之用。

b. 二氧化硅含量在 95% 以下者, 称取约 1g 试样于铂皿中, 用少量水润湿, 加约 1ml 硫酸 (1+1) 和 10ml 氢氟酸, 在低温电炉上蒸发至冒三氧化硫白烟, 逐渐升高温度驱尽三氧化硫。放冷, 将 1.5g 无水碳酸钠和 1g 硼酸, 混匀后, 加于残渣上。先低温加热, 逐渐升高温度至 1000-1100℃ 熔融约 10min, 使残渣全部融解。盖上表皿, 放冷后加 10ml 盐酸 (1+1) 及适量水, 加热溶解, 冷却后移入 250ml 容量瓶中, 用水稀释至标线, 摇匀。此溶液供测定三氧化二铁、二氧化钛、三氧化二铝、氧化钙、氧化镁之用。

c. 从上述 a 或 b 制取的溶液中, 移取适量试样溶液 (含三氧化二铝在 2% 以下者移取 50ml, 在 2% 以上者移取 25ml) 于 300ml 烧杯中, 用滴定管加入 20.00ml 0.01M EDTA 标准溶液, 在电炉上加热至 50℃ 以上, 加 1 滴二甲酚橙指示剂, 在搅拌下滴加氢氧化铵 (1+1) 至溶液由黄色刚好变成紫红色, 加 5ml pH5.6 缓冲溶液, 此时溶液由紫红变黄。继续加热, 煮沸 2-3min, 冷却, 用水稀释至约 150ml。加 2-3 滴二甲酚橙指示剂, 用 0.01M 乙酸锌标准溶液滴定至溶液由黄色变为红色。

d. 三氧化二铝的百分含量 (X3) 按下式计算:

$$X_3 = \frac{TA_{1203} \cdot A(V_1 - V_2 \cdot K)}{G \times 1000} \times 100 - (0.6384 \times Fe_{203}\% + 0.6380 \times Ti_{02}\%) \dots (8)$$

G × 1000

式中: TA₁₂₀₃ ——EDTA 标准溶液对三氧化二铝的滴定度, mg / ml;

V₁ ——加入 EDTA 标准溶液的体积, ml;

V₂——滴定过量 EDTA 消耗乙酸锌标准溶液的体积, mL;

K——每毫升乙酸锌标准溶液相当于 EDTA 标准溶液的毫升数;

A——系数。

当移取 25ml 试液时, A=10;

当移取 50ml 试液时, A=5;

G——试样重量, g;

0.6384——三氧化二铁对三氧化二铝的换算系数;

0.6380——二氧化钛对三氧化二铝的换算系数。

6 三氧化二铁的测定

6.1 试剂

氢氧化铵: 1+1;

盐酸: 1+1;

对硝基苯酚指示剂: 0.5%乙醇溶液;

10%盐酸羟胺水溶液;

0.1%邻菲罗啉: 称取 0.1g 邻菲罗啉溶于 10ml 乙醇, 加 90ml 水混匀;

10%酒石酸水溶液;

三氧化二铁标准溶液: 准确称取 0.1000g 预先经 400℃灼烧半小时的三氧化二铁于烧杯中, 加 10ml 盐酸 (1+1), 加热溶解, 冷却后, 转入 1L 容量瓶中, 用水稀释至标线, 摇匀。此溶液每毫升含 0.1mg 三氧化二铁。

移取 100ml 上面配制的三氧化二铁标准溶液, 放入 500ml 容量瓶中, 用水稀释至标线, 摇匀。此溶液每毫升含 0.02mg 三氧化二铁。

6.2 仪器

分光光度计。

6.3 三氧化二铁比色标准曲线的绘制

移取 0, 1.00, 3.00, 5.00, 7.00, 10.00, 13.00, 15.00ml 三氧化二铁标准溶液(每毫升含 0.02mg 三氧化二铁), 分别放入一组 100ml 容量瓶中, 用水稀释至 40-50ml。加 4ml 10% 酒石酸, 1-2 滴对硝基苯酚指示剂, 滴加氢氧化铵 (1+1) 至溶液呈现黄色, 随即滴加盐酸 (1+1) 至溶液刚无色, 此时, 溶液 pH 值约为 5。加 2ml 10% 盐酸羟胺, 10ml 0.1% 邻菲罗啉, 用水稀释至标线, 摇匀。放置 20min 后, 于分光光度计上, 以试剂空白溶液作参比, 选用 1cm 比色皿, 在波长 510nm 处测量溶液的吸光度。按测得的吸光度与比色溶液浓度的关系绘制标准曲线。

6.4 分析步骤

从 5.2a 或 b 制取的溶液中, 吸取 25ml 移置于 100ml 容量瓶中, 用水稀释至 40-50ml。加 4ml 10% 酒石酸, 1-2 滴对硝基苯酚指示剂, 滴加氢氧化铵 (1+1) 至溶液呈现黄色, 随即滴加盐酸 (1+1) 至溶液刚无色, 此时, 溶液 pH 值约为 5。加 2ml 10% 盐酸羟胺, 10ml 0.1% 邻菲罗啉, 用水稀释至标线, 摇匀。放置 20min 后, 于分光光度计上, 以试剂空白溶液作参比, 选用 1cm 比色皿, 在波长 510nm 处测量溶液的吸光度。

三氧化二铁的百分含量 (X4) 按下式计算:

$$X4 = \frac{C \times 10}{G} \times 100 \dots\dots\dots (9)$$

$$C \times 1000$$

式中: C——在标准曲线上查得所分取试样溶液中三氧化二铁的含量, mg;

G——试样重量, g。

7 二氧化钛的测定

7.1 试剂

硫酸: 1+1;

盐酸: 1+1;

氢氧化铬: 1+1;

对硝基苯酚指示剂: 0.5% 乙醇溶液;

5% 抗坏血酸水溶液 (使用时配制);

5% 变色酸水溶液 (使用时配制);

二氧化钛标准溶液: 准确称取 0.1000g 预先经 800-950℃ 灼烧半小时的二氧化钛于铂坩埚中, 加约 3g 焦硫酸钾, 先在电炉上熔融, 再移到喷灯上熔至呈透明

状态。放冷后，用 20ml 热硫酸（1+1）浸取熔块于预先盛有 80ml 硫酸（1+1）的烧杯中，加热溶解。冷却后，转入 1L 容量瓶中，用水稀释至标线，摇匀。此溶液每毫升含 0.1mg 二氧化钛；

吸取 100ml 上面配制的二氧化钛标准溶液于 1L 容量瓶中，用水稀释至标线，摇匀。

此溶液每毫升含 0.01mg 二氧化钛。

7. 2 仪器

分光光度计。

7. 3 二氧化钛比色标准曲线的绘制

吸取 0, 1.00, 2.00, 3.00, 4.00, 5.00, 6.00, 7.00ml 二氧化钛标准溶液（每毫升含 0.01mg 二氧化钛），分别放入一组 100ml 容量瓶中，用水稀释至 40-50ml。加 5ml 抗坏血酸和 1-2 滴对硝基苯酚指示剂，滴加氢氧化铵（1+1）至溶液呈现黄色，随即滴加盐酸（1+1）至溶液刚无色，再加 3 滴，加 5ml 5% 变色酸，用水稀释至杯线，摇匀，放置 10min。于分光光度计上，以试剂空白溶液作参比，选用 3cm 比色皿，在波长 471nm 处测量溶液的吸光度，按测得的吸光度与比色溶液浓度的关系绘制标准曲线。

7. 4 分析步骤

从 5.2a 或 6 制取的溶液中，吸取 25ml 移置于 100ml 容量瓶中，用水稀释至 40-50ml。加 5ml 15% 抗坏血酸和 1~2 滴对硝基苯酚指示剂，滴加氢氧化铵（1+1）至溶液呈现黄色，随即滴加盐酸（1+1）至溶液刚无色，再加 3 滴，加 5ml 5% 变色酸，用水稀释至标线，摇匀，放置 10min。于分光光度计，以试剂空白溶液作参比，选用 3cm 比色皿，在波长 470nm 处测量溶液的吸光度。

二氧化钛的百分含量（X5）按下式计算：

$$X_4 = \frac{C \times 10}{C \times 1000} \times 100 \dots\dots\dots (10)$$

$$C \times 1000$$

式中 C——在标准曲线上查得所分取试样溶液中二氧化钛的含量，mg；

G——试样重量，g。

8 氧化钙的测定

8. 1 试剂

三乙醇胺：（1+1）；

20%氢氧化钾水溶液；

钙黄绿素混合指示剂：同 5. 1；

0. 01M EDTA 标准溶液。

8. 2 分析步骤

从 5. 2a 或 b 制取的溶液中，吸取 50ml 移置于 300ml 烧杯中，加 3ml 三乙醇胺（1+1），用水稀释至约 150ml。滴加 20%氢氧化钾调节溶液 pH 值约为 12，再过量 2ml，加适量钙黄绿素混合指示剂。用 0. 01M EDTA 标准溶液滴定至绿色荧光消失并呈现淡红色。

氧化钙的百分含量（X6）按下式计算：

$$X6 = \frac{TCaO \cdot V1 \times 5}{G \times 100} \times 100 \dots\dots\dots (11)$$

式中：TCaO——EDTA 标准溶液对氧化钙的滴定度，mg/ml；

V1——滴定时消耗 EDTA 标准溶液的体积，ml；

G——试样重量，g。

9 氧化镁的测定

9. 1 试剂

三乙醇胺：1+1；

氢氧化胺：1+1；

氢氧化胺—氯化铵缓冲溶液（pH=10）：称取 67. 5g 氯化铵溶于水中，加 570ml 氢氧化胺，用水稀释至 1L；

酸性铬蓝 K-萘酚绿 B（1：3）混合指示剂：将混合指示剂与硝酸钾按 1：50 的比在玛瑙乳钵中研细混匀，贮存于带磨口塞的棕色瓶中；0. 01M EDTA 标准溶液。

9. 2 分析步骤

从 5. 2a 或 b 制取的溶液中，吸取 50ml 移置于 300ml 烧杯中，加 3ml 三乙醇胺（1+1）用水稀释至约 150ml，滴加氢氧化胺（1+1）调节溶液 pH 值约为 10，

再加 10ml pH 值为 10 的氢氧化铵—氯化铵缓冲溶液及适量酸性铬蓝 K—萘酚绿 B 混合指示剂。用 0.01M EDTA 标准溶液滴定至试液由紫红色变为蓝绿色。

氧化镁的百分含量 (X7) 按下式计算:

$$X7 = \frac{TMgO(V2 - V1) \times 5}{G \times 100} \times 100 \dots\dots\dots (12)$$

式中: TMgO——EDTA 标准溶液对氧化镁的滴定度, mg/ml;

V1——滴定氧化钙时消耗 EDTA 标准溶液的体积, ml;

V2——滴定钙、镁含量时消耗 EDTA 标准溶液的体积, ml;

G——试样重量, g。

10 氧化钾和氧化钠的测定

10.1 试剂

氢氟酸:

硫酸, 1+1=;

盐酸: 1+11;

氧化钾标准溶液: 准确称取预先在 130- 150°C 烘干 2h 的氯化钾 1.5830g 于烧杯中, 加水溶解, 移入 1L 容量瓶中, 用水稀释至标线, 摇匀。此溶液每毫升含 1mg 氧化钾;

氧化钠标准溶液: 准确称取预先在 130- 150°C 烘干 2h 的氯化钠 1.8859g 于烧杯中。

加水溶解, 移入 1L 容量瓶中, 用水稀释至标线, 摇匀。此溶液每毫升含 1mg 氧化钠。

氧化钾、氧化钠混合标准系列的配制: 从滴定管向 10 个 1L 容量瓶依次加入 1.00, 2.00, 3.00, 4.00, 5.00, 6.00, 7.00, 8.00, 9.00, 10.00ml 氧化钾标准溶液, 从另一滴定管向上述容量瓶中依次加入同样数量的氧化钠标准溶液。各加 100ml 盐酸 (1+11), 用水稀释至标线, 摇匀。贮存于塑料瓶中。此系列含氧比钾和氧化钠均为 1- 10 μ g/ml。

注: 上述混合标准系列中, 氧化钾、氧化钠的浓度比为 1:1; 在实际工作中, 应注意使其尽可能接近试样溶液中氧化钾、氧化钠的浓度比。

10. 2 仪器

火焰光度计。

10. 3 分析步骤

依样品中氧化钾和氧化钠的含量准确称取试样 0.1—0.5g(通常含量大于 0.5%者称取 0.1—0.2g, 小于 0.5%者称取 0.2—0.5g)于铂皿中, 用少量水润湿, 加 10—15 滴硫酸 (1+1) 和 10ml 氢氟酸, 置于低温电炉上蒸发至冒三氧化硫白烟, 放冷后, 加 3—5ml 氢氟酸, 继续蒸发至三氧化硫白烟冒尽。取下, 放冷, 加 25ml 盐酸 (1+1) 加热溶解, 放冷, 移入 250ml 容量瓶中, 用水稀释至标线, 摇匀。

将火焰光度计按仪器使用规程调整到工作状态, 按如下操作, 分别使用钾滤光片 (波长 767nm) 测定氧化钾、钠滤光片 (波长 589nm) 测定氧化钠。

喷雾试样溶液, 读取检流计读数 (D)。

从氧化钾、氧化钠混合标准系列中, 选取比试样溶液浓度略小的标准溶液进行喷雾, 读取检流计读激 (D1)。再选取比试样溶液浓度略大的标准溶液进行喷雾, 读取检流计读数 (D2)。

氧化钾和氧化钠的百分含量 (X8 或 X9) 按下式计算:

$$X8 \text{ 或 } X9 = \frac{D - D1}{(C1 + (C2 - C1) \frac{D2 - D1}{D - D1}) \times 250 \times 10^{-6}} \times 100 \dots\dots\dots (13)$$

式中: C1——比试样溶液浓度略小的标准溶液浓度, $\mu\text{g/ml}$;

C2——比试样溶液浓度略大的标准溶液浓度, $\mu\text{g/ml}$;

G——试样重量, g。

11 三氧化二铬的测定

11. 1 试剂

氢氟酸;

硫酸: 1+1, 1+8;

0. 3%高锰酸钾水溶液;

1%迭氮化钠水溶液;

多磷酸盐溶液: 称取 6.04 ± 0.02 g 磷酸氢二钠 (或 15.22 g 十二水磷酸氢二钠) 及 5.87 ± 0.02 g 一水磷酸二氢钠 (或 6.64 g 二水磷酸二氢钠) 于 100ml 铂皿中 (如皿不够大, 可少制备些) 混匀。于低温电炉上熔化, 赶走水分, 然后移到喷灯上加热, 逐渐升温熔融, 待熔体呈樱桃红色, 将皿从火焰上移开, 旋转熔体使液层变薄, 至熔体红色刚消失立即将铂皿放入冷水中冷却, 所得熔块应是透明或微带乳白色。冷却后将熔块溶于 100ml 冷水中贮存;

0. 25%二苯基碳酰二肼溶液: 将 0. 25g 二苯基碳酰二肼溶于 100ml 丙酮, 贮于棕色瓶中, 置于阴凉处 (存放不宜超过一周)。

三氧化二铬标准溶液: 准确称取于 $150-170^{\circ}\text{C}$ 烘干 1h 的重铬酸钾 0. 1936g 于烧杯中。用水溶解, 移入 1L 容量瓶中, 用水稀释至标线, 摇匀。此溶液每毫升含 0. 1mg 三氧化二铬; 吸取 10ml 上面配制的二氧化铬标准溶液, 放入 1L 容量瓶中, 用水稀释至标线, 摇匀。此溶液每毫升含 $1\mu\text{g}$ 三氧化二铬。

11. 2 仪器

分光光度计。

11. 3 三氧化二铬比色标准曲线的绘制

吸取 0, 1.00, 2.00, 3.00, 5.00, 7.00, 9.00ml 三氧化铬标准溶液 (每毫升含 $1\mu\text{g}$ 三氧化二铬), 分别放入一组 100ml 容量瓶中, 用水稀释至约 4ml。加 5ml 硫酸 (1+8), 1ml 多磷酸盐溶液, 摇匀。加 2ml 二苯基碳酰二肼溶液, 用水稀释至标线, 摇匀。10-30min 内, 于分光光度计上, 以试剂空白溶液作参比, 选用 3cm 比色皿, 在波长 540nm 处测量溶液的吸光度。按测得的吸光度与比色溶液浓度的关系绘制标准曲线。

11. 4 分析步骤

称取约 1g 试样于铂皿中, 用少量水润湿, 加 1ml 硫酸 (1+1), 10ml 氢氟酸。于低温电炉上蒸发至近干, 再加 3-5ml 氢氟酸, 继续蒸发至干, 逐渐升高温度, 驱尽三氧化硫白烟。冷却, 加 5ml 硫酸 (1+8) 及适量水, 加热溶解。若有沉淀则用慢速滤纸过滤, 并用热水充分洗涤。将试液移入 100ml 容量瓶中, 加 5 滴高锰酸钾溶液, 在沸水浴上煮 5min, 如必要, 再补加高锰酸钾至红色不消失, 将容量瓶从水浴上取下, 立即在剧烈摇动下逐滴加入迭氮化钠溶液, 至高锰酸钾红色消失 (过量 2~3 滴)。继续在浴上加热 2-3min, 除去过量的迭氮化钠, 立即在冷水浴中冷却至室温。加 1ml 多磷酸盐溶液, 摇匀, 加 2ml 二苯基碳酰二肼溶液, 用水稀释至标线, 摇匀。10-30min 内, 于分光光度计上, 以试剂空白溶液作参比, 选用 3cm 比色皿, 在波长 540nm 处测量溶液的吸光度。

三氧化二铬的百分含量 (X10) 按下式计算:

$$X10 = \frac{C \times 10^{-6}}{G} \times 100 \dots\dots\dots (14)$$

式中: C —— 在标准曲线上查得试样溶液中三氧化二铬的含量, μg ;

G —— 试样重量, g。

12 对分析结果的要求

分析结果的允许误差范围如下表:

测定项目 室内允许误差, % 室间允许误差, %

烧失量 0.06 0.06

SiO₂ 盐酸一次脱水重量法 0.20 0.25

凝聚重量法 0.20 0.25

Fe₂O₃ 0.01 0.02

TiO₂ 0.01 0.01

≤2% 0.06 ≤2% 0.08

Al₂O₃ >2% 0.10 >2% 0.12

CaO 0.04 0.05

MgO 0.04 0.05

<0.5% 0.03 <0.5% 0.05

K₂O 0.5- 1% 0.05 0.5- 1% 0.10

>1% 0.10 >1% 0.15

<0.5% 0.03 <0.5% 0.05

Na₂O 0.5- 1% 0.05 0.5- 1% 0.10

>1% 0.10 >1% 0.15

注：建材地质部门，允许差可参照国家有关规定。

附录 A

原子吸收分光光度法测定三氧化二铁、氧化钙、氧化镁、氧化钾和氧化钠（补充件）

A. 1 试剂

去离子水：电阻率 $>1.0\text{m}\Omega\cdot\text{cm}$ ，本方法中均使用去离子水；

氢氟酸；

过氯酸；

盐酸：1+1；

氯化锶溶液（ $50\text{mgSr}/\text{ml}$ ）：称取 152g 优级纯六水氯化锶（ $\text{SrCl}_2\cdot 6\text{H}_2\text{O}$ ）溶于水，移入 1L 容量瓶中，用水稀释至标线，摇匀。贮存于塑料瓶中备用；

三氧化二铁标准溶液：准确称取 1.000g 预先经 400°C 灼烧半小时的三氧化二铁于烧杯中，加 20ml 盐酸（1+1）加热溶解。冷却后，移入 1L 容量瓶中，用水稀释至标线，摇匀。此溶液每毫升含 1mg 三氧化二铁；

氧化钙标准溶液：见本标准 5. 1；

氧化镁标准溶液：将金属镁先放在稀盐酸中洗涤除去表面的氧化层，然后用水，最后用乙醇（或乙醚）洗净。擦干。准确称取此处理过的金属镁 0.6032g 于 300ml 烧杯中，加 10ml 盐酸（1+1）溶解，移入 1L 容量瓶中，用水稀释至标线，摇匀。此溶液每毫升含 1mg 氧化镁；

氧化钾标准溶液：见本标准 10. 1；

氧化钠标准溶液：见本标准 10. 1；

混合标准溶液：移取上述五种标准溶液各 100ml 于 1L 容量瓶中，用水稀释至标线，摇匀。此溶液每毫升含三氧化铁、氧化钙、氧化镁、氧化钾和氧化钠各 0.1mg；

混合标准系列的配制：从滴定管向 11 只 1L 容量瓶依次加入 5.00, 10.00, 20.00, 30.00, 40.00, 50.00, 60.00, 70.00, 80.00, 90.00, 100.00ml 混合标准溶液。各加 100ml 氯化锶溶液和 40ml 盐酸（1+1），用水稀释至标线，摇匀。分别贮存于容积为 1L 的塑料瓶中，用小塑料瓶分出部分溶液使用。此混合标准系列含各元素氧化物 $0.5\text{--}10\mu\text{g}/\text{ml}$ 。

A. 2 仪器

原子吸收分光光度计。

A3 分析步骤

称取试样的数量通常可按试样中氧化铝的含量来决定，一般含氧化铝 1% 以上者称取 0.1- 0.2g；含 1% 以下者称取 0.2- 0.5g。称取试样于铂皿中，用少量水润湿，加 1ml 高氯酸和 10ml 氢氟酸，置低温电炉上蒸发至冒高氯酸白烟，取下放冷。加 3- 5ml 氢氟酸，继续蒸发至高氯酸白烟冒尽，取下放冷。加 4ml 盐酸（1+1）和约 20ml 水，加热溶解，放冷。移入 100ml 容量瓶中，加 10ml 氯化锶溶液，用水稀释至标线，摇匀。

将原子吸收分光光度计按所用仪器的使用规程调整到工作状态。使用各元素的空心阴极灯，以空气-乙炔火焰，用下表中所列波长：

各元素测定波长

元素 Fe Ca Mg K Na

测定波长, A 2483 4227 2852 7665 5890

选择适当的仪器参数（狭缝宽度、灯电流、燃烧器高度、火焰状态、放大增益、对数转换、曲线校直、标尺扩展等），按如下操作分别测定三氧化二铁、氧化钙、氧化镁、氧化钾和氧化钠。

喷雾试样溶液，读取吸光度（D）；

从混合标准系列中，选取比试样溶液浓度略小的标准溶液进行喷雾，读取吸光度（D1）。再选取比试样溶液浓度略大的标准溶液进行喷雾，读取吸光度（D2）。

三氧化二铁、氧化钙、氧化镁、氧化钾和氧化钠的百分含量（X）按下式计算：

$$X = \frac{D - D1}{D2 - D1} \times \frac{C1 + (C2 - C1) \frac{D - D1}{D2 - D1}}{G} \times V \times 10^{-6} \times 100$$

式中：C1——比试样溶液浓度略小的标准溶液浓度， $\mu\text{g/ml}$ ；

C2——比试样溶液浓度略大的标准溶液浓度， $\mu\text{g/ml}$ ；

V——试样溶液的体积，ml；

G——试样重量，g。

附录 B

挥散法、容量法测定二氧化硅（参考件）

在日常分析工作中，可选用挥散法或容量法测定试样中的二氧化硅。

B. 1 挥散法

B. 1. 1 试剂

硫酸：1+1；

氢氟酸。

B. 1. 2 分析步骤

将测定烧失量后的试样加数滴水润湿，加 10 滴硫酸（1+1），10ml 氢氟酸，于低温电炉上蒸发至近干。取下坩埚，冷却后用水冲洗坩埚内壁，加 3- 5ml 氢氟酸，再蒸发至干，逐渐升高温度除尽三氧化硫。冷却后用干净的湿滤纸擦净坩埚外壁。置高温炉内，于 1000- 1050℃灼烧 15min，在干燥器中冷却至室温，称重。反复灼烧，直至恒重。

二氧化硅百分含量按下式计算：

$$\text{SiO}_2\% = \frac{G_1 - G_2}{G} \times 100 \dots\dots\dots (B1)$$

式中：G₁——测定烧失量后试样与坩埚重，g；

G₂——氢氟酸处理后残渣与坩埚重，g；

G——试样重量，g。

注：①本法适用于砂岩、硅石等含二氧化硅高的试样。

②灼烧应在高温电炉中进行，应严格控制灼烧温度。

B. 2 氟硅酸钾容量法

B. 2. 1 试剂

氢氧化钾；

硝酸;

盐酸: 1+1;

氯化钾;

5%氯化钾水溶液;

5%氯化钾—乙醇溶液: 称取 5g 氯化钾溶于 50ml 水中, 加 50ml 95%乙醇, 摇匀;

15%氟化钾溶液: 称取 15g 氟化钾 ($KF \cdot 2H_2O$) 于塑料烧杯中, 加 80ml 水及 20ml 硝酸使其溶解, 加氯化钾至饱和。放置过夜, 过滤到塑料瓶中;

1%酚酞指示剂乙醇溶液;

0. 15N 氢氧化钠标准溶液: 称取 30g 氢氧化钠, 溶于 5L 经煮沸过的冷水中, 贮存于装有钠石灰干燥管的塑料桶中, 充分摇匀。

氢氧化钠溶液的标定: 精确称取约 0. 7g 苯二甲酸氢钾于 300ml 烧杯中, 加入约 150ml 经煮沸, 冷却, 中和过的水, 搅拌使其溶解。加 15 滴酚酞指示剂, 用氢氧化钠标准溶液滴定至微红色。

氢氧化钠标准溶液对二氧化硅的滴定度按下式计算:

$$TSiO_2 = \frac{W \times 0.01502 \times 1000}{V \times 0.2042} \dots\dots\dots (B2)$$

$$V \times 0.2042$$

式中: $TSiO_2$ ——氢氧化钠标准溶液对二氧化硅的滴定度, mg / ml;

W ——称取苯二甲酸氢钾的重量, g;

V ——滴定时消耗氢氧化钠标准溶液的体积, ml;

0. 01502——二氧化硅的毫克当量;

0. 2042——苯二甲酸氢钾的毫克当量。

B. 2. 2 分析步骤

称取约 0. 08g 试样于镍坩埚中, 加 2g 左右氢氧化钾, 置低温电炉上熔融, 经常摇动坩埚, 在 600—650℃继续熔融 15- 20min, 旋转坩埚, 使熔触物均匀地附着在坩埚内壁, 冷却。用热水浸取熔融物于 30ml 塑料杯中。盖上表面皿, 一次加入 15ml; 硝酸, 再用少量盐酸 (1+1) 及水洗净坩埚, 控制体积在 60ml 左右。

冷却至室温,在搅拌下加入固体氯化钾至过饱和(过饱和量控制在 0.5-1.0g),加 10ml15%氯化钾,用塑料棒搅拌,放置 7min。用塑料漏斗或涂蜡的玻璃漏斗及快速定性滤纸过滤,用 5%氯化钾水溶液洗涤塑料杯 2~3 次,再洗涤滤纸一次。将滤纸及沉淀放回到原塑料杯中,沿杯壁加入 10ml15%氯化钾,乙醇溶液及 1ml 酚酞指示剂。用 0.15N 氢氧化钠标准溶液中和未洗净的残余酸,仔细搅拌滤纸,并擦洗杯壁,直至试液呈微红色不消失。加入 200-250ml 中和过的沸水,立即以 0.15N 氢氧化钠标准溶液滴定至微红色。

二氧化硅百分含量按下式计算:

$$\text{SiO}_2\% = \frac{\text{TSiO}_2 \cdot V}{G \times 1000} \times 100 \dots\dots\dots (\text{B3})$$

式中: V ——滴定时消耗氢氧化钠标准溶液的体积, ml;

G ——试样重量, g;

TSiO ——氢氧化钠标准溶液对二氧化硅的滴定度, mg / ml。

注: 本法可用于含二氧化硅 95%以下硅砂试样的日常分析。

附录 C

离子选择性电极法测定氧化钾和氧化钠(参考件)

在日常分析工作中,可使用离子选择性电极法测定氧化钾和氧化钠。

C. 1 试剂

去离子水: 电阻率 > 1.0 mΩ · cm, 本方法中均使用去离子水;

高氯酸;

盐酸;

盐酸: 1+1;

氯化钾;

氯化钠;

三乙醇胺;

总离子强度调节缓冲溶液（简称 TISAB 溶液）：将 300ml 三乙醇胺溶于水，加入 83.3ml 盐酸，冷却后，移入 1L 容量瓶中，用水稀释至标线，摇匀。贮存于塑料瓶中。

此溶液 pH 值为 8.5，离子强度（ μ ）为 1.0M。

钾离子标准溶液：准确称取预先在 130C 烘干过 2h 的氯化钾 7.456g 于 300ml 烧杯中，加少量水溶解，移入 1L 容量瓶。用水稀释至标线，摇匀。贮存于塑料瓶中。此溶液的钾离子浓度为 10^{-1} M。

钠离子标准溶液：准确称取预先在 130C 烘干过 2h 的氯化钠 5.844g 于 300ml 烧杯中，加少量水溶解，移入 1L 容量瓶中，用水稀释至标线，摇匀。贮存于塑料瓶中。此溶液的钠离子浓度为 10^{-1} M。

C. 2 仪器

离子计。

C. 3 氧化钾、氧化钠标准曲线的绘制（供初测用）分别向 3 个 1L 容量瓶中移入 100.00, 10.00, 1.00ml 钾离子标准溶液（浓度为 10^{-1} M），各加入 200ml TISAB 溶液，用水稀释至标线，摇匀。此三份溶液的钾离子浓度分别为 10^{-2} 、 10^{-3} 、 10^{-4} M 并含 20%M TISAB 溶液。此为钾离子标准系列溶液。

将离子计按所用仪器的使用规程调整到工作状态。装上钾电极。并取以上配制之系列溶液约 25ml 分别倒入 50ml 干烧杯中。放入磁子，依次于磁力搅拌器上搅拌 1min，停止 2min，读取相应的毫伏值。在半对数坐标纸上，将钾离子的浓度（M）标在对数轴上，相应的毫伏值标在等分轴上，绘制钾离子的标准曲线。

按如上操作绘制钠离子的标准曲线。

C. 4 分析步骤

称取试样于铂皿中（一般高铝砂称取约 0.5g，低铝砂称取 1-2g），用水润湿，加 2ml 高氯酸，7-10ml 氢氟酸，置低温电炉上蒸发至冒高氯酸烟雾，冷却。加 3-5ml 氢氟酸，继续蒸发至干。冷却后加 1ml 盐酸（1+1）和适量水，于低温电炉上加热溶解。

冷却后移入 100ml 容量瓶中，加 20ml TESAB 溶液，用水稀释至标线，摇匀。此溶液即为测钾和钠的待测液（待测液的体积，应根据试样中钾、钠离子的含量决定）。

按绘制标准曲线的测试操作，分别测定待测液中钾、钠离子的相应毫伏值，并在标准曲线上，查得钾、钠离子的初测浓度（M）。

依据初测时待测液中钾、钠离子的浓度和钾、钠离子的摩尔浓度比,配制钾、钠混合标准溶液系列(或内插标准溶液)。在离子计上,用内插法或 Px 直接测定法(或其它方法),分别进行氧化钾和氧化钠的测定。

氧化钾及氧化钠的百分含量按下式计算:

$$K20\% = \frac{C1 \cdot V}{G \times 1000} \times \frac{94.2}{2} \times 100$$

$$Na20\% = \frac{C2 \cdot V}{G \times 1000} \times \frac{62.0}{2} \times 100$$

式中: C1——最后测得的待测液中钾离子的浓度, M;

C2——最后测得的待测液中钠离子的浓度, M;

V——待测液的体积, ml;

94. 2——氧化钾的分子量;

62. 0——氧化钠的分子量;

G——试样重量, g。

附录 D

关于允许误差的几点说明(参考件)

D. 1 本方法所列允许误差,均为绝对误差。

D. 2 在同一试验室内,采用本方法分析同一试样时,每一项目须独立地进行两次测定,取其平均值作为报告值。如两次分析结果超出室内允许误差范围,则应进行第三次测定,所得分析结果与前两次或任何一次分析结果之差符合室内允许误差规定时,则取其平均值作为报告值。否则,应查找原因,重新按上述规定进行分析。

D. 3 两个试验室,采用本方法对同一试样各自进行分析时,每一项目分析结果平均值之差应符合室间允许误差的规定。如有争议,应商定另一单位按本标准进行仲裁分析。

以仲裁单位报出的结果为准,与原分析结果比较,若两个测定结果之差值符合室间允许误差的规定,则认为原分析结果无误,若超差则认为不准确。

附录 E

标准砂（参考件）

在起草和验证本标准所列的分析方法时，根据我国硅质玻璃原料的使用情况，秦皇岛玻璃研究所制备了两个标准砂样：811—砂岩、812—硅砂。标准砂的分析结果列于下表：

标准砂样分析结果

测定项目	811—砂岩		812—硅砂	
	平均值，%	标准偏差	平均值，%	标准偏差
烧失量	0.18	0.031	0.47	0.050
盐酸一次	98.22	0.052	89.87	0.094
SiO ₂ 脱水重量法				
凝聚重量法	98.24	0.054	89.88	0.052
	0.15	0.008	0.31	0.011
	0.04	0.005	0.06	0.005
	0.94	0.024	5.36	0.045
	0.13	0.028	0.31	0.017
	0.05	0.017	0.09	0.012
	0.28	0.018	2.46	0.066
	0.03	0.015	1.04	0.055
	0.0004		0.0007	