

中华人民共和国国家标准

GB/T 205—2008
代替 GB/T 205—2000

铝酸盐水泥化学分析方法

Methods for chemical analysis of aluminate cement

2008-01-21 发布

2008-07-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局 发布
中国国家标准化管理委员会

目 次

前言	I
1 范围	1
2 规范性引用文件	1
3 试验的基本要求	1
4 试剂和材料	2
5 仪器与设备	8
6 水泥试样的制备	9
7 烧失量的测定(基准法)	9
8 二氧化硅的测定(基准法)	9
9 三氧化二铁的测定(基准法)	10
10 二氧化钛的测定(基准法)	11
11 三氧化二铝的测定(基准法)	11
12 氧化钙的测定(基准法)	12
13 氧化镁的测定(基准法)	12
14 不溶物的测定(基准法)	13
15 全硫的测定(基准法)	13
16 氧化钾和氧化钠的测定(基准法)	14
17 氟离子的测定(基准法)	15
18 二氧化硅的测定(代用法)	15
19 三氧化二铁的测定(代用法)	16
20 二氧化钛的测定(代用法)	17
21 三氧化二铝的测定(代用法)	17
22 氧化钙的测定(代用法)	18
23 氧化镁的测定(代用法)	18

前 言

本标准代替 GB/T 205—2000《铝酸盐水泥化学分析方法》。

本标准与 GB/T 205—2000 相比主要变化如下：

——增加了艾士卡法测定铝酸盐水泥中的全硫测定(本版第 15 章)。

本标准由中国建筑材料联合会提出。

本标准由全国水泥标准化技术委员会(SAC/TC 184)归口。

本标准起草单位：中国建筑材料科学研究总院、中国建筑材料检验认证中心。

本标准起草人：赵鹰立、刘玉兵、游良俭。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为：

——GB/T 205—1963、GB/T 205—1981、GB/T 205—2000。

铝酸盐水泥化学分析方法

1 范围

本标准规定了铝酸盐水泥的化学分析方法。

标准中只对铝酸盐水泥的烧失量的测定、不溶物的测定、全硫的测定、氧化钾和氧化钠的测定、氟离子的测定规定了基准法。而对二氧化硅的测定、三氧化二铁的测定、二氧化钛的测定、三氧化二铝的测定、氧化钙的测定、氧化镁的测定规定了基准法和代用法。

本标准适用于铝酸盐水泥和适合采用本方法的其他铝酸盐类水泥以及指定采用本标准的其他材料。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。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标准,然而,鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可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标准。

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法(GB/T 6682—1992, neq ISO 3696:1987)

GB 12573 水泥取样方法

3 试验的基本要求

3.1 试验的次数与要求

每项测定的次数规定为两次。用两次试验平均值表示测定结果。

在进行化学分析时,除另外有说明外,必须同时做烧失量的测定;其他各项测定应同时进行空白试验,并对所测结果加以校正。

3.2 质量、体积、体积比、滴定度和结果的表示

用克(g)表示质量,精确至 0.000 1 g。滴定管体积用毫升(mL)表示,读至 0.05 mL。滴定度单位用毫克每毫升(mg/mL)表示;滴定度和体积比经修约后保留有效数字四位。各项分析结果均以质量分数计,数值以%表示至小数点后二位。

3.3 允许差

本标准所列允许差为绝对偏差。

同一实验室由同一分析人员(或两个分析人员),采用本标准方法分析同一试样时,两次分析结果应符合本标准允许差规定。如超出允许误差范围,应在短时间内进行第三次测定(或第三者的测定),测定结果与前两次或任一次分析结果之差符合标准允许差的有关规定时,则取其平均值,否则应查找原因,重新按上述规定进行分析。

不同实验室采用本标准方法对同一试样各自进行分析时,其分析结果的允许差应符合本标准中的相关规定。

3.4 灼烧

将滤纸和沉淀放入预先已灼烧并恒量的坩埚中,烘干。在氧化性气氛中慢慢灰化,不使火焰产生,灰化至无黑色炭颗粒后,放入马弗炉中,在规定的温度下灼烧。在干燥器中冷却至室温,称量。

3.5 恒量

经第一次灼烧、冷却、称量后,通过连续对每次 30 min 的灼烧,然后冷却、称量的方法来检查恒定质量,当连续两次称量之差小于 0.000 5 g 时,即达到恒量。

3.6 检查氯离子(硝酸银检验)

按规定洗涤沉淀数次后,用数滴水淋洗漏斗的下端,用数毫升水洗涤滤纸和沉淀,将滤液收集在试管中,加几滴硝酸银溶液(4.18),观察试管中溶液是否浑浊。如果浑浊,继续洗涤并检查,直至用硝酸银检验不再浑浊为止。

4 试剂和材料

4.1 总则

分析过程中,所用水应符合 GB/T 6682 中规定的三级水要求。所用试剂应为分析纯和优级纯。用于标定与配制标准溶液的试剂,除另有说明为基准试剂或光谱纯。

在本标准中,所用氨水或酸,凡未注浓度者均指市售的浓酸或浓氨水。用体积比表示试剂稀释程度,例如(1+2)表示:1份体积的浓盐酸与2份体积的水混合。

除另有说明外,本标准使用的市售浓液体试剂的密度指 20℃ 的密度(ρ),单位为克每立方厘米(g/cm^3)。

4.2 盐酸(HCl)

密度 $1.18 \text{ g}/\text{cm}^3 \sim 1.19 \text{ g}/\text{cm}^3$,质量分数 36%~38%。

4.3 氢氟酸(HF)

密度 $1.13 \text{ g}/\text{cm}^3$,质量分数 40%。

4.4 硝酸(HNO_3)

密度 $1.39 \text{ g}/\text{cm}^3 \sim 1.41 \text{ g}/\text{cm}^3$,质量分数 65%~68%。

4.5 冰乙酸(CH_3COOH)

密度 $1.049 \text{ g}/\text{cm}^3$,质量分数 99.8%。

4.6 过氧化氢(H_2O_2)

密度 $1.11 \text{ g}/\text{cm}^3$,质量分数 30%。

4.7 氨水($\text{NH}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$)

密度 $0.90 \text{ g}/\text{cm}^3 \sim 0.91 \text{ g}/\text{cm}^3$ 质量分数 25%~28%。

4.8 乙醇($\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$)

体积分数 95%或无水乙醇。

4.9 硫酸

密度 $0.849 \text{ g}/\text{cm}^3$,质量分数 95%~98%。

4.10 盐酸(1+1);(1+2);(1+3);(1+11)。

4.11 硝酸(1+1);(1+6);(1+9);(1+49)。

4.12 硫酸(1+1);(1+9)。

4.13 氨水(1+1)。

4.14 乙酸(1+1)。

4.15 氢氧化钾溶液(200 g/L)

将 200 g 氢氧化钾(KOH)溶于水中,加水稀释至 1 L。贮存于塑料瓶中。

4.16 氢氧化钠溶液(150 g/L)

将 150 g 氢氧化钠(NaOH)溶于水,加水稀释至 1 L。贮存于塑料瓶中。

4.17 无水碳酸钠(Na_2CO_3)

将无水碳酸钠用玛瑙研钵研细至粉末状保存。

4.18 硝酸银溶液(5 g/L)

将 5 g 硝酸银(AgNO_3)溶于水中,加 10 mL 硝酸(HNO_3)用水稀释至 1 L。

4.19 钼酸铵溶液(50 g/L)

将 5 g 钼酸铵 $[(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24} \cdot 4\text{H}_2\text{O}]$ 溶于水,加水稀释至 100 mL,过滤后贮存于塑料瓶中。此溶液可保存约一周。

4.20 抗坏血酸溶液(10 g/L)

将 1 g 抗坏血酸(V·C)溶于 100 mL 水中,过滤后使用。用时现配。

4.21 抗坏血酸溶液(5 g/L)

将 0.5 g 抗坏血酸(V·C)溶于 100 mL 水中,过滤后使用。用时现配。

4.22 焦硫酸钾($\text{K}_2\text{S}_2\text{O}_7$)

将市售焦硫酸钾在瓷蒸发皿中加热熔化,待气泡停止发生后,冷却,砸碎,贮存于磨口瓶中。

4.23 氯化钡溶液(100 g/L)

将 100 g 二水氯化钡($\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$)溶于水中,加水稀释至 1 L。

4.24 艾士卡试剂

以 2 份质量的轻质氧化镁(MgO)与 1 份质量的无水碳酸钠(Na_2CO_3)混匀并研细至粒度小于 0.2 mm 后,保存在密闭容器中。每配制一批艾士卡试剂,应进行空白试验(除不加试样外,全部操作按 15.2 进行),空白计为 m_{13} 。

4.25 二安替比林甲烷溶液(30 g/L 盐酸溶液)

将 15 g 二安替比林甲烷($\text{C}_{23}\text{H}_{24}\text{N}_4\text{O}_2$)溶于 500 mL 盐酸(1+11)中,过滤后使用。

4.26 邻菲罗啉溶液(10 g/L)

将 1 g 邻菲罗啉($\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$)溶于 100 mL 乙酸(1+1)中,用时现配。

4.27 乙酸铵溶液(100 g/L)

将 10 g 乙酸铵溶于 100 mL 水中。

4.28 碳酸钾-硼砂混合溶剂

将 1 份质量的无水碳酸钾(K_2CO_3)与 1 份质量的无水硼砂($\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7$)用玛瑙研钵混匀研细,贮存于磨口瓶中。

4.29 碳酸铵溶液(100 g/L)

将 10 g 碳酸铵 $[(\text{NH}_4)_2\text{CO}_3]$ 溶解于 100 mL 水中。用时现配。

4.30 pH 值为 4.3 的缓冲溶液

将 42.3 g 无水乙酸钠(CH_3COONa)溶于水中,加 80 mL 冰乙酸(CH_3COOH)用水稀释至 1 L,摇匀。

4.31 pH 值为 5.5 的缓冲溶液

将 172 g 无水乙酸钠(CH_3COONa)溶于水中,加 20 mL 冰乙酸(CH_3COOH),用水稀释至 1 L,摇匀。

4.32 pH 值为 6.0 总离子强度配位缓冲溶液

将 294.1 g 柠檬酸钠($\text{C}_6\text{H}_5\text{Na}_3\text{O}_7 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$)溶于水中,用盐酸(1+1)和氢氧化钠(4.16)调整溶液 pH 至 6.0,然后加水稀释至 1 L。

4.33 pH 值为 10 的缓冲溶液

将 67.5 g 的氯化铵(NH_4Cl)溶于水中,加 570 mL 氨水,加水稀释至 1 L。

4.34 氟化钾溶液(150 g/L)

称取 150 g 氟化钾($\text{KF} \cdot 2\text{H}_2\text{O}$)于塑料杯中,加水溶解后,用水稀释至 1 L,贮存于塑料瓶中。

4.35 氟化钾溶液(20 g/L)

称取 20 g 氟化钾($\text{KF} \cdot 2\text{H}_2\text{O}$)于塑料杯中,加水溶解后,用水稀释至 1 L,贮存于塑料瓶中。

4.36 氯化钾溶液(50 g/L)

将 50 g 氯化钾(KCl)溶于水,用水稀释至 1 L。

4.37 氯化钾-乙醇溶液(50 g/L)

将 5 g 氯化钾(KCl)溶于 50 mL 水中,加入 50 mL95%(体积分数)乙醇(CH₃CH₂OH),混匀。

4.38 三乙醇胺[N(CH₂CH₂OH)₃](1+2)。

4.39 酒石酸钾钠溶液(100 g/L)

将 100 g 酒石酸钾钠(C₄H₄KNaO₆·4H₂O)溶于水中,稀释至 1 L。

4.40 二氧化硅(SiO₂)标准溶液

4.40.1 标准溶液的配制

称取 0.200 0 g 经 1 000℃~1 100℃灼烧过 30 min 以上的二氧化硅(SiO₂),精确至 0.000 1 g,置于铂坩埚中,加入 2 g 无水碳酸钠(4.17),搅拌均匀,在 1 000℃~1 100℃高温下熔融 15 min。冷却,用水将熔块浸出于盛有热水的 300 mL 塑料杯中,待全部溶解后冷却至室温,移入 1 000mL 容量瓶中,用水稀释至标线,摇匀,移入塑料瓶中保存。此标准溶液每毫升含有 0.2 mg 二氧化硅。

吸取 10.00 mL 上述标准溶液于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至标线,摇匀。移入塑料瓶中保存。此标准溶液每毫升含有 0.02 mg 二氧化钛。

4.40.2 工作曲线的绘制

吸取每毫升含有 0.02 mg 二氧化硅标准溶液 0 mL、4.00 mL、6.00 mL、8.00 mL、10.00 mL、12.00 mL、15.00 mL 分别放入 100 mL 容量瓶中,加水稀释约 40 mL,依次加入 5 mL 盐酸(1+11)、8 mL95%(体积分数)乙醇、6 mL 钼酸铵溶液(4.19)。放置 30 min,加入 20 mL 盐酸(1+1)、5 mL 抗坏血酸(4.21),用水稀释至标线,摇匀。放置 1 h 后,使用分光光度计,10 mm 比色皿,以水作参比,于 660 nm 处测定溶液的吸光度。用测得的吸光度作为相应的二氧化硅含量的函数,绘制工作曲线。

4.41 二氧化钛(TiO₂)标准溶液

4.41.1 标准溶液的配制

称取 0.100 0 g 经 950℃灼烧过 10 min 以上的二氧化钛(TiO₂),精确至 0.000 1 g,置于铂(或瓷)坩埚中,加入 2 g 焦硫酸钾(4.22),在 500℃~600℃下熔融至透明。熔块用硫酸(1+9)浸出,加热至 50℃~60℃使熔块完全溶解,冷却后移入 100 mL 容量瓶中。用硫酸(1+9)稀释至标线,摇匀。此标准溶液每毫升含有 0.1 mg 二氧化钛。

4.41.2 工作曲线的绘制

吸取二氧化钛标准溶液 0 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL、5.00 mL、6.00 mL 分别放入 100 mL 容量瓶中,依次加入 10 mL(1+2)盐酸、10 mL 抗坏血酸(4.20)、5 mL95%(体积分数)乙醇、20 mL 二安替比林甲烷溶液(4.25)用水稀释至标线,摇匀。放置 40 min 后,使用分光光度计,10 mm 比色皿,以水作参比,于 420 nm 处测定溶液的吸光度。用测得的吸光度作为相应的二氧化钛含量的函数,绘制工作曲线。

4.42 三氧化二铁(Fe₂O₃)标准溶液

4.42.1 标准溶液的配制

称取 0.100 0 g 三氧化二铁(光谱纯,已于 950℃灼烧 1 h)置于 300 mL 烧杯中,加 30 mL 盐酸(1+1),低温加热至全部溶解,冷却后移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至标线,摇匀。此标准溶液每毫升含有 0.1 mg 三氧化二铁。

4.42.2 工作曲线的绘制

吸取每毫升含有 0.1 mg 三氧化二铁标准溶液 0 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL 分别放入 100 mL 容量瓶中,用水稀释至约 50 mL,加入 5 mL 抗坏血酸溶液(4.20)放置 5 min,再加入 5 mL 邻菲罗啉溶液(4.26)、2 mL 乙酸铵溶液(4.27),在不低于 20℃下放置 30 min,之后加水稀释至标线,摇匀。使用分光光度计、10 mm 比色皿,以水作参比,于 510 nm 处测定溶液的吸光度。用测得的吸光度作为相应的三氧化二铁含量的函数,绘制工作曲线。

4.43 氧化钾(K₂O)、氧化钠(Na₂O)标准溶液

4.43.1 氧化钾标准溶液的配制

称取 0.792 g 已于 130℃~150℃ 烘过 2 h 的氯化钾(KCl),精确至 0.000 1 g,置于烧杯中,加水溶解后,移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至标线,摇匀。贮存于塑料瓶中。此标准溶液每毫升含有 0.5 mg 氧化钾。

4.43.2 氧化钠标准溶液的配制

称取 0.943 g 已于 130℃~150℃ 烘过 2 h 的氯化钠(NaCl),精确至 0.000 1 g,置于烧杯中,加水溶解后,移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至标线,摇匀。贮存于塑料瓶中。此标准溶液每毫升含有 0.5 mg 氧化钠。

4.43.3 工作曲线的绘制

吸取按 4.43.1 要求配制每毫升含有 0.5 mg 氧化钾标准溶液 0 mL、1.00 mL、2.00 mL、4.00 mL、6.00 mL、8.00 mL、10.00 mL、12.00 mL 和按 4.43.2 要求配制的每毫升含有 0.5 mg 氧化钠标准溶液 0 mL、1.00 mL、2.00 mL、4.00 mL、6.00 mL、8.00 mL、10.00 mL、12.00 mL 以一一对应的顺序,分别放入 100 mL 容量瓶中,用水稀释至标线,摇匀。使用火焰光度计,按仪器使用规则进行测定测得的吸光度作为相应的氧化钾或氧化钠含量的函数,绘制工作曲线。

4.44 碳酸钙标准溶液 [$c(\text{CaCO}_3)=0.024 \text{ mol/L}$]

称取 0.6 g (m_1) 已于 105℃~110℃ 烘过 2 h 的碳酸钙(CaCO_3),精确至 0.000 1 g,置于 400 mL 烧杯中,加入约 100 mL 水,盖上表面皿,沿杯口滴加盐酸(1+1),至碳酸钙完全溶解,加热煮沸数分钟。将溶液冷却至室温,移入 250 mL 容量瓶,用水稀释至标线,摇匀。

4.45 EDTA 标准滴定溶液 [$c(\text{EDTA})=0.015 \text{ mol/L}$]

4.45.1 标准溶液的配制

称取 5.6 g EDTA(乙二胺四乙酸二钠盐)置于烧杯中,加入约 200 mL 水,加热溶解,过滤,用水稀释至 1 L。

4.45.2 EDTA 标准滴定溶液浓度的标定

吸取 25.00 mL 碳酸钙标准溶液(4.44)于 400 mL 烧杯中,加水稀释至约 200 mL,加入适量的 CMP 混合指示剂(4.55),在搅拌下加入氢氧化钾溶液(4.15)至出现绿色荧光再过量 2 mL~3 mL,以 EDTA 标准滴定溶液滴定至绿色荧光消失并呈现红色。

EDTA 标准滴定溶液的浓度按式(1)计算:

$$c(\text{EDTA}) = \frac{m_1 \times 25 \times 1\,000}{250 \times V_1 \times 100.09} = \frac{m_1}{V_1} \times \frac{1}{1.000\,9} \dots\dots\dots(1)$$

式中:

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

m_1 ——按 4.44 配制碳酸钙标准溶液的碳酸钙质量,单位为克(g);

V_1 ——滴定时消耗 EDTA 标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

100.09—— CaCO_3 摩尔质量,单位为克每摩尔(g/mol)。

4.46 EDTA 标准滴定溶液对各氧化物滴定度的计算

EDTA 标准滴定溶液对三氧化二铁、三氧化二铝、二氧化钛、氧化钙、氧化镁的滴定度分别按式(2)、式(3)、式(4)、式(5)、式(6)计算:

$$T_{\text{Fe}_2\text{O}_3} = c(\text{EDTA}) \times 79.84 \dots\dots\dots(2)$$

$$T_{\text{Al}_2\text{O}_3} = c(\text{EDTA}) \times 50.98 \dots\dots\dots(3)$$

$$T_{\text{TiO}_2} = c(\text{EDTA}) \times 79.90 \dots\dots\dots(4)$$

$$T_{\text{CaO}} = c(\text{EDTA}) \times 56.08 \dots\dots\dots(5)$$

$$T_{\text{MgO}} = c(\text{EDTA}) \times 40.31 \dots\dots\dots(6)$$

式中:

$T_{\text{Fe}_2\text{O}_3}$ ——每毫升 EDTA 标准滴定溶液相当于三氧化二铁的质量(mg),单位为毫克每毫升(mg/mL);

$T_{\text{Al}_2\text{O}_3}$ ——每毫升 EDTA 标准滴定溶液相当于三氧化二铝的质量(mg),单位为毫克每毫升(mg/mL);

T_{TiO_2} ——每毫升 EDTA 标准滴定溶液相当于二氧化钛的质量(mg),单位为毫克每毫升(mg/mL);

T_{CaO} ——每毫升 EDTA 标准滴定溶液相当于氧化钙的质量(mg),单位为毫克每毫升(mg/mL);

T_{MgO} ——每毫升 EDTA 标准滴定溶液相当于氧化镁的质量(mg),单位为毫克每毫升(mg/mL);

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

79.84—— $\left(\frac{1}{2}\text{Fe}_2\text{O}_3\right)$ 的摩尔质量,单位为克每摩尔(g/mol);

50.98—— $\left(\frac{1}{2}\text{Al}_2\text{O}_3\right)$ 的摩尔质量,单位为克每摩尔(g/mol);

79.90—— TiO_2 的摩尔质量,单位为克每摩尔(g/mol);

56.08—— CaO 的摩尔质量,单位为克每摩尔(g/mol);

40.31—— MgO 的摩尔质量,单位为克每摩尔(g/mol)。

4.47 硝酸铋标准滴定溶液{ $c[\text{Bi}(\text{NO}_3)_3]=0.015\text{ mol/L}$ }

4.47.1 标准滴定溶液的配制

将 7.3 g $[\text{Bi}(\text{NO}_3)_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}]$ 溶于 1 L 硝酸(1+49)中,摇匀。

4.47.2 EDTA 标准滴定溶液与于硝酸铋标准滴定溶液体积比的标定

从 10 mL 滴定管中缓慢放出 3 mL~5 mL EDTA 标准滴定溶液(4.45)于 300 mL 烧杯中,加水稀释至 150 mL,以硝酸(1+1 调节 pH 值 1.0~1.5(用精密试纸检验),加入 2 滴半二甲酚橙指示剂溶液(4.54),用 10 mL 滴定管以硝酸铋标准滴定溶液滴定至橙红色。

EDTA 标准滴定溶液与硝酸铋标准滴定溶液体积比按式(7)计算。

$$K_1 = \frac{V_2}{V_3} \dots\dots\dots(7)$$

式中:

K_1 ——每毫升硝酸铋标准滴定溶液相当于 EDTA 标准滴定溶液的体积(mL);

V_2 ——EDTA 标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

V_3 ——滴定时消耗硝酸铋标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL)。

4.48 硫酸锌标准滴定溶液[$c(\text{ZnSO}_4)=0.015\text{ mol/L}$]

4.48.1 标准滴定溶液的配制

将 4.31 g 硫酸锌($\text{ZnSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$)溶于水中,加 5 mL 硫酸,用水稀释至 1 L,摇匀。

4.48.2 EDTA 标准滴定溶液与硫酸锌标准滴定溶液体积比的标定

从滴定管中缓慢放出 10 mL~15 mL EDTA 标准滴定溶液(见 4.36)于 400 mL 烧杯中,加水稀释至约 200 mL,加 15 mL pH5.5 缓冲溶液(4.31),加 3~4 滴半二甲酚橙指示剂溶液(4.54),以硫酸锌标准滴定溶液滴定至红色。

EDTA 标准滴定溶液与硫酸锌标准滴定溶液滴积比按式(8)计算。

$$K_2 = \frac{V_4}{V_5} \dots\dots\dots(8)$$

式中:

K_2 ——每毫升硫酸锌标准滴定溶液相当于 EDTA 标准滴定溶液的体积(mL);

V_4 ——EDTA 标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

V_5 ——滴定时消耗硫酸锌标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL)。

4.49 氢氧化钠标准滴定溶液[$c(\text{NaOH})=0.08\text{ mol/L}$]

4.49.1 标准滴定溶液的配制

将 3.2 g 氢氧化钠(NaOH)溶于 1 L 水中,充分摇匀,贮存于带胶塞(装有钠石灰干燥管)的硬质塑

料瓶中。

4.49.2 氢氧化钠标准滴定溶液浓度的标定

称取约 0.6 g (m_2) 苯二甲酸氢钾 ($C_8H_5KO_4$), 精确至 0.000 1 g, 置于 400 mL 烧杯中, 加入约 150 mL 新煮沸过的已用氢氧化钠溶液中和至酚酞呈微红色的冷水, 搅拌使其溶解, 加入 6~7 滴酚酞指示剂溶液 (4.57), 用氢氧化钠标准滴定溶液滴定至呈微红色。

氢氧化钠标准滴定溶液的浓度按式(9)计算。

$$c(\text{NaOH}) = \frac{m_2 \times 1\,000}{V_6 \times 204.2} \quad \dots\dots\dots(9)$$

式中:

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

m_2 ——苯二甲酸氢钾的质量, 单位为克 (g);

V_6 ——滴定时消耗氢氧化钠标准滴定溶液的体积, 单位为毫升 (mL);

204.2——苯二甲酸氢钾的摩尔质量, 单位为克每摩尔 (g/mol)。

4.49.3 氢氧化钠标准滴定溶液对二氧化硅的滴定度按式(10)计算

$$T_{\text{SiO}_2} = c(\text{NaOH}) \times 15.02 \quad \dots\dots\dots(10)$$

式中:

T_{SiO_2} ——每毫升氢氧化钠标准滴定溶液相当于二氧化硅的质量 (mg), 单位为毫克每毫升 (mg/mL);

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

15.02——(1/4 SiO_2)的摩尔质量, 单位为克每摩尔 (g/mol)。

4.50 氟(F)离子标准溶液

4.50.1 标准溶液的配制

称取 0.276 3 g 已于 500°C 灼烧 10 min (或 120°C 烘过 2 h) 的优级纯氟化钠 (NaF), 精确至 0.000 1 g, 置于烧杯中, 加水溶解后移入 500 mL 容量瓶中, 用水稀释至标线摇匀。贮存于塑料瓶中。此标准溶液每毫升相当于 0.25 mg 氟离子。

吸取上述标准溶液 2.00 mL、10.00 mL、20.00 mL 分别放入三个 500 mL 容量瓶中, 用水稀释至标线摇匀, 贮存于塑料瓶中。上述标准溶液每毫升分别含有 1 μg 、5 μg 、10 μg 氟离子。

4.50.2 工作曲线的绘制

吸取 4.50.1 中系列标准溶液各 10 mL, 放入置有一根搅拌子的 50 mL 烧杯中, 加入 10 mL pH6.0 总离子强度配位缓冲溶液 (4.32), 将烧杯至于磁力搅拌器上 (5.8), 在溶液中插入氟离子选择性电极和饱和氯化钾甘汞电极, 打开磁力搅拌器搅拌 2 min, 停搅 30 s。用离子计或酸度计测量溶液的平衡电位。用单对数坐标纸, 以对数坐标为氟离子的浓度, 常数坐标为电位值, 绘制工作曲线。

4.51 甲基红指示剂溶液 (2 g/L)

将 0.2 g 甲基红溶于 100 mL 95% (体积分数) 乙醇中。

4.52 磺基水杨酸钠指示剂溶液 (100 g/L)

将 10 g 磺基水杨酸钠溶于水中, 加水稀释至 100 mL。

4.53 茜素磺酸钠指示剂溶液 (1 g/L)

将 0.1 g 茜素磺酸钠溶于 100 mL 水中。

4.54 半二甲酚橙指示剂溶液 (5 g/L)

将 0.25 g 半二甲酚橙溶于 50 mL 水中。

4.55 钙黄绿素-甲基百里香酚蓝-酚酞混合指示剂 (简称 CMP 混合指示剂)

称取 1.0 g 钙黄绿素、1.0 g 甲基百里香酚蓝、0.20 g 酚酞与 50 g 已在 105°C 烘干过的硝酸钾 (KNO_3) 混合研细, 保存在磨口瓶中。

4.56 酸性铬蓝 K-萘酚绿 B 混合指示剂

称取 1.0 g 酸性铬蓝 K 与 2.5 g 萘酚绿 B 和 50 g 已在 105℃ 烘过的硝酸钾(KNO₃)混合研细,保存在磨口瓶中。

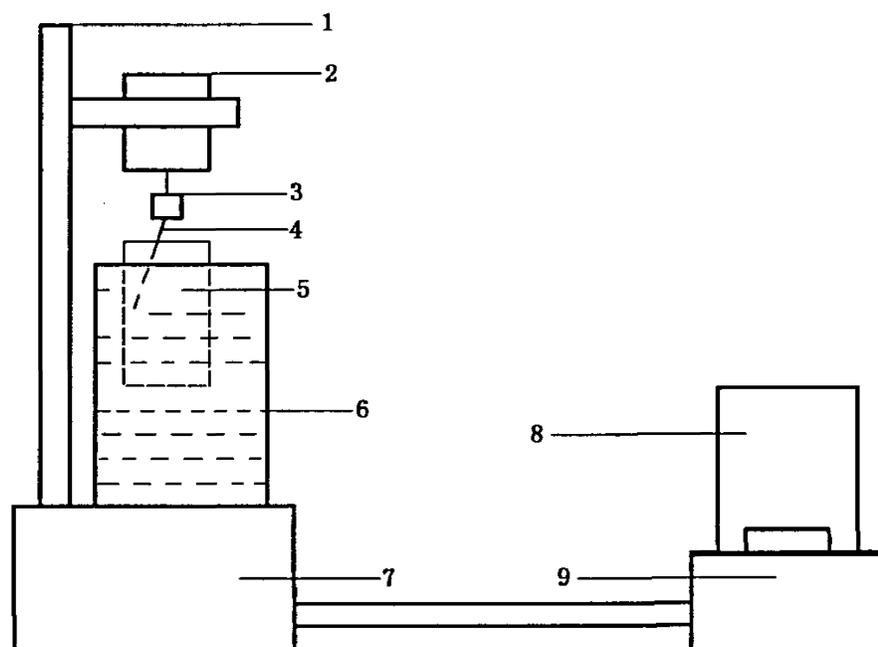
4.57 酚酞指示剂溶液(10/L)

将 1 g 酚酞溶于 100 mL 95%(体积分数)乙醇中。

5 仪器与设备

5.1 测定二氧化硅的仪器装置

测定二氧化硅的仪器装置如图 1 所示。



- 1——支撑杆;
- 2——搅拌电机;
- 3——搅拌接头,可将塑料搅拌棒与搅拌电机连接或分开;
- 4——塑料搅拌棒,φ6 mm×160 mm;
- 5——400 mL 塑料杯;
- 6——冷却水桶,内盛 25℃ 以下冷却水;
- 7——控制箱,可控制、调节搅拌速度和高温熔样电炉的温度;
- 8——保温罩;
- 9——高温熔样电炉,工作温度 600℃~700℃。

图 1 仪器装置示意图

5.2 天平

感量为 0.000 1 g。

5.3 铂、银、镍或瓷坩埚

带盖,容量 15 mL~50 mL。

5.4 铂皿

容量 50 mL~100 mL。

5.5 马弗炉

隔焰加热炉,在炉膛外围进行加热。应使用温度控制器,准确控制炉温,并定期进行校检。

5.6 滤纸

无灰的快速、中速、慢速型号的滤纸。

5.7 玻璃容器皿

滴定管、容量瓶、移液管、分液漏斗。

5.8 磁力搅拌器

带有塑料外壳的搅拌子,配置有调速装置。

5.9 分光光度计。

5.10 火焰光度计。

5.11 离子计或酸度计。

6 水泥试样的制备

按 GB 12573 方法进行取样,采用四分法缩分至约 100 g,经 0.080 mm 方孔筛筛析,用磁铁吸去筛余中金属铁,将筛余物经过研磨后使其全部通过 0.080 mm 方孔筛。将样品充分混匀后,装入带有磨口塞的瓶中并密封。

7 烧失量的测定(基准法)

7.1 方法提要

试样在 950℃~1 000℃ 的马弗炉中灼烧,驱除水分和二氧化碳,同时将存在的易氧化元素氧化。

7.2 分析步骤

称取 1 g 试样(m_3),精确至 0.000 1 g,置于已灼烧恒量的瓷坩埚中,将盖斜置于坩埚上,放在马弗炉(5.5)内从低温开始升高温度,在 950℃~1 000℃ 下灼烧 30 min~40 min,取出坩埚置于干燥器中冷却至室温。反复灼烧至恒量。

7.3 结果表示

烧失量的质量分数 w_{LOI} 按式(11)计算:

$$w_{LOI} = \frac{(m_3 - m_4)}{m_3} \times 100 \quad \dots\dots\dots(11)$$

式中:

w_{LOI} ——烧失量的质量分数,%;

m_3 ——试料的质量,单位为克(g);

m_4 ——灼烧后试料的质量,单位为克(g)。

7.4 允许差

同一实验室的允许差为 0.15%。

8 二氧化硅的测定(基准法)

8.1 方法提要

在酸性溶液中,硅酸与钼酸铵生成黄色配合物,再用抗坏血酸将其还原成蓝色配合物,以分光光度计于 660 nm 处测定溶液吸光度。

8.2 分析步骤

称取 0.5 g 试样(m_5),精确至 0.000 1 g,置于铂坩埚中,加 3 g 碳酸钾-硼砂混合熔剂(4.28),混匀,再以 1 g 熔剂擦洗玻璃棒,并铺于试样表面。盖上坩埚盖,从低温开始升高温度,在 950℃~1 000℃ 熔融 10 min。然后用坩埚钳夹持坩埚旋转,使熔融物均匀地附于坩埚内壁,冷却至室温后,将坩埚和盖一并放入已加热至微沸的盛有 100 mL 硝酸(1+6)的 300 mL 烧杯中,并继续保持微沸状态,直至熔融物完全溶解,用水洗净坩埚及盖,然后将溶液冷却至室温,移入 250 mL 容量瓶,加水稀释至标线,摇匀。此溶液 A 供测定二氧化硅(8.2)、三氧化二铁(9.2)、二氧化钛(10.2)、三氧化二铝(11.2)、氧化钙(12.2)、氧化镁(13.2)用。

从溶液 8.2 溶液 A 中吸取 10.00 mL 试样溶液放入 100 mL 容量瓶中,用水稀释至标线,摇匀后吸取 10.00 mL 溶液放入 100 mL 容量瓶中,用水稀释至约 40 mL。加 5 mL 盐酸(1+11)、8 mL 95%(体积分数)乙醇、6 mL 钼酸铵溶液(4.19),按下述试验温度,放置不同时间。见表 1。

表 1 温度与放置时间表

温度/℃	放置时间/min
10~20	30
20~30	10~20
30~35	5~20

加 20 mL 盐酸(1+1)、5 mL 抗坏血酸溶液(4.21),用水稀释至标线,摇匀。放置 1 h 后,使用分光光度计、10 mm 比色皿,以水作参比,于 660 nm 处测定溶液的吸光度,在工作曲线(4.40.2)上查得二氧化硅的含量(m_6)。

8.3 结果表示

二氧化硅质量分数 w_{SiO_2} 按式(12)计算:

$$w_{SiO_2} = \frac{m_6 \times 250}{m_5 \times 1\,000} \times 100 \dots\dots\dots(12)$$

式中:

- w_{SiO_2} ——二氧化硅质量分数, %;
- m_6 ——100 mL 测定溶液中二氧化硅的含量,单位为毫克(mg);
- 250——全部试样溶液与所分取试样溶液的体积比;
- m_5 ——试料的质量,单位为克(g)。

8.4 允许差

同一试验室的允许差为 0.20%;不同试验室的允许差为 0.40%。

9 三氧化二铁的测定(基准法)

9.1 方法提要

在酸性溶液中,加入抗坏血酸溶液,使三价铁离子还原为二价铁离子,与邻菲罗啉生成红色配合物,于波长 510 nm 处测定溶液的吸光度。

9.2 分析步骤

从 8.2 溶液 A 中吸取 5.00 mL 溶液,放入 100 mL 容量瓶中,用水稀释至约 50 mL。加入 5 mL 抗坏血酸溶液(4.20),放置 5 min,然后再加入 5 mL 邻菲罗啉溶液(4.26)、2 mL 乙酸铵溶液(4.27)。在不低于 20℃下放置 30 min 后,用水稀释至标线,摇匀。使用分光光度计、10 mm 比色皿,以水作参比,于 510 nm 处测定溶液的吸光度。在工作曲线(4.42.2)上查出三氧化二铁的含量(m_7)。

9.3 结果表示

三氧化二铁的质量分数 $w_{Fe_2O_3}$ 按式(13)计算:

$$w_{Fe_2O_3} = \frac{m_7 \times 50}{m_5 \times 1\,000} \times 100 \dots\dots\dots(13)$$

式中:

- $w_{Fe_2O_3}$ ——三氧化二铁的质量分数, %;
- m_7 ——100 mL 测定溶液中三氧化二铁的含量,单位为毫克(mg);
- 50——全部试样溶液与所分取试样溶液的体积比;
- m_5 ——试料的质量,单位为克(g)。

9.4 允许差

同一试验室允许差为 0.15%;不同试验室允许差为 0.25%。

10 二氧化钛的测定(基准法)

10.1 方法提要

在酸性溶液中 TiO^{2+} 与二安替比林甲烷生成黄色配合物,于波长 420 nm 处测定其吸光度。用抗坏血酸消除三价铁离子的干扰。

10.2 分析步骤

从 8.2 溶液 A 中吸取 10.00 mL 试样溶液放入 100 mL 容量瓶中,加 5 mL 盐酸(1+1)、10 mL 抗坏血酸溶液(4.20),放置 5 min,再加 20 mL 二安替比林甲烷溶液(4.25)。用水稀释至标线,摇匀。放置 40 min 后,使用分光光度计、10 mm 比色皿,以水作参比,于 420 nm 处测定溶液的吸光度,在工作曲线(4.41.2)上查出二氧化钛的含量(m_8)。

10.3 结果表示

二氧化钛的质量分数 w_{TiO_2} 按式(14)计算:

$$w_{\text{TiO}_2} = \frac{m_8 \times 25}{m_5 \times 1\,000} \times 100 \quad \dots\dots\dots(14)$$

式中:

- w_{TiO_2} —— 二氧化钛的质量分数, %;
- m_8 —— 100 mL 测定溶液中二氧化钛的含量,单位为毫克(mg);
- 25 —— 全部试样溶液与所分取试样溶液的体积比;
- m_5 —— 试料的质量,单位为克(g)。

10.4 允许差

同一试验室允许差为 0.15%;不同试验室允许差为 0.25%。

11 三氧化二铝的测定(基准法)

11.1 方法提要

加入对铁铝钛过量的 EDTA 标准滴定溶液,于 pH 值 3.0~3.8 加热煮沸,以半二甲酚橙溶液为指示剂,用硫酸锌标准滴定溶液滴定。

11.2 分析步骤

从 8.2 溶液 A 中吸取 25.00 mL 溶液,放入 400 mL 烧杯中,向溶液中加入 EDTA 标准滴定溶液(4.45)至过量 10 mL~15 mL,加水稀释至 150 mL~200 mL,将溶液加热至 70℃~80℃,用 pH 值 4.3 缓冲溶液(4.30)调节 pH 在 3.0~3.8 之间,再将溶液盖上表面皿加热煮沸 3 min,冷却至室温,以水冲洗表面皿及杯壁,加入 2~3 滴半二甲酚橙指示剂溶液(4.56),用氨水(1+1)调至溶液呈淡紫色,再用硝酸(1+1)中和至淡紫色消失,加入 10 mL pH5.5 缓冲溶液(4.31),向溶液中继续补加 5~6 滴半二甲酚橙指示剂溶液(4.56),以硫酸锌标准滴定溶液(4.48)滴定至稳定的红色。

11.3 结果表示

三氧化二铝的质量分数 $w_{\text{Al}_2\text{O}_3}$ 按式(15)计算:

$$w_{\text{Al}_2\text{O}_3} = \frac{T_{\text{Al}_2\text{O}_3} \times (V_7 - K_2 \times V_8) \times 10}{m_5} \times 100 - (w_{\text{Fe}_2\text{O}_3} + w_{\text{TiO}_2}) \times 0.638 \quad \dots\dots\dots(15)$$

式中:

- $w_{\text{Al}_2\text{O}_3}$ —— 三氧化二铝的质量分数, %;
- $T_{\text{Al}_2\text{O}_3}$ —— 每毫升 EDTA 标准滴定溶液相当于三氧化二铝的质量(mg),单位为毫克每毫升(mg/mL);
- V_7 —— 加入 EDTA 标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);
- K_2 —— 每毫升硫酸锌标准滴定溶液相当于 EDTA 标准滴定溶液的体积(mL);
- V_8 —— 滴定时消耗硫酸锌标准溶液的体积,单位为毫升(mL);
- 10 —— 全部试样溶液与所分取试样溶液的体积比;

- $w_{\text{Fe}_2\text{O}_3}$ ——三氧化二铁的质量分数, %;
- w_{TiO_2} ——二氧化钛的质量分数, %;
- 0.638——三氧化二铁、二氧化钛对三氧化二铝的换算系数;
- m_5 ——试料的质量, 单位为克(g)。

11.4 允许差

同一试验室允许差为 0.35%; 不同试验室允许差为 0.50%。

12 氧化钙的测定(基准法)

12.1 方法提要

预先在酸性溶液中加入适量的氟化钾, 以抑制硅酸和硼的干扰, 然后在 pH 值 13 以上的强碱溶液中, 以三乙醇胺为掩蔽剂, 用 CMP 混合指示剂, 以 EDTA 标准滴定溶液滴定。

12.2 分析步骤

从 8.2 溶液 A 中吸取 25.00 mL 溶液放入 400 mL 烧杯中, 加 5 mL 盐酸(1+1)及 15 mL 氟化钾溶液(4.35), 搅拌并放置 2 min 以上, 然后用水稀释至约 200 mL。加 10 mL 三乙醇胺溶液(1+2)及适量的 CMP 混合指示剂(4.55), 在搅拌下加入氢氧化钾溶液(4.15)至出现绿色荧光后再过量 7 mL~8 mL, 此时溶液在 pH 值 13 以上, 用 EDTA 标准滴定溶液(4.45)滴定至绿色荧光消失并呈现红色。

12.3 结果表示

氧化钙的质量分数 w_{CaO} 按式(16)计算:

$$w_{\text{CaO}} = \frac{T_{\text{CaO}} \times V_9 \times 10}{m_5 \times 1\,000} \times 100 \quad \dots\dots\dots(16)$$

式中:

- w_{CaO} ——氧化钙的质量分数, %;
- T_{CaO} ——每毫升 EDTA 标准滴定溶液相当于氧化钙的质量(mg), 单位为毫克每毫升(mg/mL);
- V_9 ——滴定时消耗 EDTA 标准滴定溶液的体积, 单位为毫升(mL);
- 10——全部试样溶液与所分取试样溶液的体积比;
- m_5 ——试料的质量, 单位为克(g)。

12.4 允许差

同一试验室允许差为 0.25%; 不同试验室允许差为 0.40%。

13 氧化镁的测定(基准法)

13.1 方法提要

预先在酸性溶液中加入适量氟化钾, 以抑制硼的干扰, 在 pH 值 10 的溶液中, 以三乙醇胺、酒石酸钾钠为掩蔽剂, 用酸性铬蓝 K-萘酚绿 B 混合指示剂, 以 EDTA 标准滴定溶液滴定。

13.2 分析步骤

从 8.2 溶液 A 中吸取 25.00 mL 溶液放入 400 mL 烧杯中, 加入 15 mL 氟化钾溶液(4.35), 用水稀释至约 200 mL, 加入 2 mL 酒石酸钾钠溶液(4.39)、10 mL 三乙醇胺溶液(1+2), 以氨水(1+1)调节溶液 pH 值为 9~10(用精密 pH 试纸检测), 然后加入 20 mL pH10 缓冲溶液(4.33)及少许酸性铬蓝 K-萘酚绿 B 混合指示剂(4.56), 用 EDTA 标准滴定溶液(4.45)滴定, 近终点时应缓慢滴定至纯蓝色。

13.3 结果表示

氧化镁的质量分数 T_{MgO} 按式(17)计算:

$$w_{\text{MgO}} = \frac{T_{\text{MgO}} \times (V_{10} - V_9) \times 10}{m_5 \times 1\,000} \times 100 \quad \dots\dots\dots(17)$$

式中:

- w_{MgO} ——氧化镁的质量分数, %;

T_{MgO} ——每毫升 EDTA 标准滴定溶液相当于氧化镁的质量(mg),单位为毫克每毫升(mg/mL);

V_{10} ——滴定钙、镁总量时消耗 EDTA 标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

V_9 ——按 12.2 测定氧化钙时消耗 EDTA 标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

10——全部试样溶液与所分取试样溶液的体积比;

m_5 ——试料的质量,单位为克(g)。

13.4 允许差

同一试验室允许差为 0.20%;不同试验室允许差为 0.25%。

14 不溶物的测定(基准法)

14.1 方法提要

试样以盐酸处理,过滤后,残渣在高温下灼烧,称量。

14.2 分析步骤

称取 1 g 试样(m_9),精确至 0.000 1 g,放入 300 mL 烧杯中,加入 100 mL 盐酸(1+3),用平头玻璃棒压碎块状物,然后加热至沸,并在不停的搅拌下微沸 5 min。取下,加少量滤纸浆。以慢速定量滤纸过滤,用热水洗涤至氯离子反应消失为止,将残渣及滤纸一并放入已恒量的瓷坩埚中,灰化,于 950℃~1 000℃灼烧 30 min。取出坩埚,置于干燥器中冷却至室温,称量。如此反应灼烧,直至恒量。

14.3 结果表示

不溶物的质量分数 w_{IR} 按式(18)计算:

$$w_{\text{IR}} = \frac{m_{10}}{m_9} \times 100 \quad \dots\dots\dots(18)$$

式中:

w_{IR} ——不溶物的质量分数,%;

m_{10} ——灼烧后不溶物的质量,单位为克(g);

m_9 ——试料的质量,单位为克(g)。

14.4 允许差

同一试验室允许差为 0.10%;不同试验室允许差为 0.10%。

15 全硫的测定(基准法)

15.1 方法提要

将试样与艾士卡试剂混合灼烧,试样中硫生成硫酸盐,之后使硫酸根离子生成硫酸钡沉淀,根据硫酸钡的质量计算试样中全硫的含量。

15.2 分析步骤

15.2.1 称取 5 g 试样(m_{11}),精确至 0.000 1 g,置于 50 mL 瓷坩埚中,再将 10 g 艾士卡试剂(4.24)置于瓷坩埚中,并混合均匀;

15.2.2 将坩埚盖斜置于坩埚上放入马弗炉内,从室温逐渐加热到 800℃~850℃,并在该温度下保持 1 h~2 h;

15.2.3 将坩埚从马弗炉中取出,冷却到室温。用玻璃棒将坩埚中的灼烧物仔细搅松捣碎,然后转移到 400 mL 烧杯中。用热水冲洗坩埚内壁,将洗液收集于烧杯中,再加入 100 mL~150 mL 热水,充分搅拌,并微沸 1 min~2 min;

15.2.4 用慢速定量滤纸($\phi 12.5$ cm)以倾泻法过滤,用热水冲洗 3 次,然后将残渣移入滤纸中,用热水仔细洗涤至少 10 次,洗液总体积约为 250 mL~300 mL;

15.2.5 向滤液中滴入 2~3 滴甲基红指示剂溶液(4.51),滴加盐酸(1+1)至溶液呈红色,然后加入 10 mL 盐酸(1+1),将溶液煮沸直至澄清,在近煮沸状态下滴加 10 mL 氯化钡溶液(4.23),在 50℃~

60℃下保温4 h,或常温下12 h~24 h。用慢速定量滤纸(φ11 cm)过滤,用热水洗至无氯离子为止[用硝酸银(4.18)检验];

15.2.6 将带沉淀的滤纸移入已恒量的铂坩埚中,先在低温下灰化滤纸,然后在温度为800℃~850℃的马弗炉内灼烧20 min~40 min,取出坩埚,在空气中稍加冷却后放入干燥器中,冷却至室温,称量。反复灼烧,直至恒量。

15.3 结果计算

测定结果按式(19)计算:

$$w_S = \frac{(m_{12} - m_{13}) \times 0.1374}{m_{11}} \times 100 \quad \dots\dots\dots(19)$$

式中:

w_S ——试样中全硫的质量分数,%;

m_{12} ——硫酸钡质量,单位为克(g);

m_{13} ——空白试验硫酸钡质量,单位为克(g);

m_{11} ——试样质量,单位为克(g);

0.1374——硫酸钡对全硫的换算系数。

15.4 允许差

同一试验室为0.02%。

16 氧化钾和氧化钠的测定(基准法)

16.1 方法提要

试样经氢氟酸-硫酸处理除去硅,以氨水和碳酸铵分离铁、铝、钙、镁。滤液中的钾、钠用火焰光度计进行测定。

16.2 分析步骤

称取0.2 g试样(m_{14}),精确至0.0001 g,置于铂皿中,用少量水润湿,加5 mL~7 mL氢氟酸及15~20滴硫酸(1+1),置于低温电热板上蒸发。近干时摇动铂皿,以防溅失待氢氟酸驱赶尽后逐渐升高温度,继续将三氧化硫白烟赶走。取下放冷,加50 mL热水,压碎残渣使其溶解,加1滴甲基红指示剂溶液(4.51),用氨水(1+1)中和至黄色,加入10 mL碳酸铵溶液(4.29),搅拌,置于电热板上加热20 min~30 min。用快速滤纸过滤,以热水洗涤,滤液及洗液盛于100 mL容量瓶中,冷却至室温。用盐酸(1+1)中和至溶液呈微红色,用水稀释至标线,摇匀。在火焰光度计上,按仪器使用规则进行测定。在工作曲线(4.43.3)上分别查出氧化钾和氧化钠的含量(m_{15} 和 m_{16})。

16.3 结果表示

氧化钾和氧化钠的质量分数 w_{K_2O} 和 w_{Na_2O} 按式(20)和按式(21)计算:

$$w_{K_2O} = \frac{m_{15}}{m_{14} \times 1000} \times 100 \quad \dots\dots\dots(20)$$

$$w_{Na_2O} = \frac{m_{16}}{m_{14} \times 1000} \times 100 \quad \dots\dots\dots(21)$$

式中:

w_{K_2O} ——氧化钾质量分数,%;

w_{Na_2O} ——氧化钠质量分数,%;

m_{15} ——100 mL测定溶液中氧化钾的含量,单位为毫克(mg);

m_{16} ——100 mL测定溶液中氧化钠的含量,单位为毫克(mg);

m_{14} ——试料的质量,单位为克(g)。

16.4 允许差

同一试验室允许差氧化钾氧化钠均为 0.10%；不同试验室允许差氧化钾氧化钠均为 0.15%。

17 氟离子的测定(基准法)

17.1 方法提要

在 pH 值 6.0 的总离子强度配位缓冲溶液的存在下,以氟离子选择电极作指示电极,用离子计或酸度计测量含氟溶液的电极电位。

17.2 分析步骤

称取 0.1 g 试样(m_{17}),精确至 0.000 1 g,置于 250 mL 烧杯中,加 5 mL 水使试样分散,然后加入 5 mL 盐酸(1+1),加热至微沸并保持 1 min~2 min。用水稀释至约 150 mL,冷却至室温。加入 5 滴茜素磺酸钠指示剂溶液(4.53),以盐酸(1+1)和氢氧化钠溶液(4.16)调节溶液颜色刚变为紫红色(应防止氢氧化铝沉淀生成)移入 250 mL 容量瓶中,用水稀释至标线,摇匀,吸取 10.00 mL 清液(必要时干过滤)于 50 mL 烧杯中。加入 10.00 mL pH 值 6.0 的总离子强度配位缓冲溶液(4.32),将烧杯置于磁力搅拌器(5.8)上,插入氟离子选择电极和饱和氯化钾甘汞电极。搅拌 10 min 后,用酸度计或离子计测量溶液的平衡电位,由测得的电位值,从工作曲线(4.50.2)查得氟的含量。

17.3 结果表示

氟的质量分数 w_F 按式(22)计算:

$$w_F = \frac{c_1 \times 250}{m_{17} \times 1\,000 \times 1\,000} \times 100 \quad \dots\dots\dots(22)$$

式中:

w_F ——氟的质量分数, %;

c_1 ——测定溶液中氟的质量浓度,单位为微克每毫升($\mu\text{g/mL}$);

250——试样溶液的总体积,单位为毫升(mL);

m_{17} ——试料的质量,单位为克(g)。

17.4 允许差

同一试验室允许差为 0.10%；不同试验室允许差为 0.20%。

18 二氧化硅的测定(代用法)

此方法适用于二氧化硅含量(质量分数)大于 4% 的样品。

18.1 方法提要

试样用氢氧化钾溶剂在镍坩埚中熔融,熔块用硝酸溶解后,加入适量的氟离子,使硅酸形成氟硅酸钾沉淀经过滤、洗涤及中和残余酸后,加沸水使氟硅酸钾沉淀水解生成等物质的量的氢氟酸,然后用氢氧化钠标准滴定溶液进行滴定。

18.2 分析步骤

称取 0.2 g 试样(m_{18}),精确至 0.000 1 g,置于镍坩埚中,加 4 g~5 g 氢氧化钾(KOH),在二氧化硅测定装置(5.1)的高温熔样电炉上熔融 5 min~10 min,取下,冷却,向坩埚中加入约 20 mL 水,使熔体全部浸出后,转移到塑料杯中,加入 20 mL 硝酸溶解试样,加 10 mL 氟化钾溶液(4.34),用盐酸(1+5)洗净坩埚,保持溶液体积 70 mL~80 mL,根据室温按表 2 加入适量的氯化钾(KCl),将塑料杯放到二氧化硅测定装置上(5.1),搅拌 5 min,取下塑料杯,用快速滤纸过滤,用氯化钾溶液(4.36)冲洗塑料杯一次,冲洗滤纸 2 次,将滤纸连同沉淀取下,置于塑料杯中,沿杯壁边洗涤边加入 30 mL~40 mL 氯化钾-乙醇溶液(4.37)及 2 滴甲基红指示剂溶液(4.51),用氢氧化钠标准滴定溶液(4.49)滴定溶液到由红刚刚变黄。向杯中加入 300 mL 已中和至使酚酞指示剂为粉色的沸水及 1 mL 酚酞指示剂(4.57),用氢氧化钠标准滴定溶液(4.49)滴定到溶液由红变黄,再至微粉色。

表 2 氯化钾加入量表

实验室温度/℃	<20	20~25	25~30	>30
氯化钾加入量/g	3	5	7	10

18.3 结果表示

二氧化硅的质量分数 w_{SiO_2} 按式(23)计算:

$$w_{\text{SiO}_2} = \frac{T_{\text{SiO}_2} \times V_{11}}{m_{18} \times 1\,000} \times 100 \quad \dots\dots\dots(23)$$

式中:

w_{SiO_2} ——二氧化硅的质量分数, %;

T_{SiO_2} ——每毫升氢氧化钠标准滴定溶液相当于二氧化硅的质量(mg), 单位为毫克每毫升(mg/mL);

V_{11} ——滴定时消耗氢氧化钠标准滴定溶液的体积, 单位为毫升(mL);

m_{18} ——试料的质量, 单位为克(g)。

18.4 允许差

同一试验室的允许差为 0.20%; 不同试验室的允许差为 0.40%。

19 三氧化二铁的测定(代用法)

19.1 方法提要

溶液在室温, 酸度为 pH 值 1~1.5 的条件下, 加入过量的 EDTA 标准滴定溶液, 以半二甲酚橙为指示剂, 用硝酸铈标准滴定溶液回滴过量的 EDTA 标准滴定溶液。

19.2 分析步骤

此熔样方法适用于不参加 $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ 经粉磨即得的水泥。

称取 0.5 g 试样(m_{19}), 精确至 0.000 1 g, 置于银坩埚中, 加入 8 g~10 g 氢氧化钠(NaOH), 在 $750^\circ\text{C} \pm 10^\circ\text{C}$ 的高温下熔融 40 min 以上。取出冷却, 将坩埚放入已盛有 100 mL 近沸水的烧杯中, 盖上表面皿, 于电热板上适当加热, 待熔块完全浸出后, 取出坩埚, 用水冲洗坩埚和盖, 在搅拌下一次加入 25 mL~30 mL 硝酸。用硝酸(1+9)洗净坩埚和盖, 将溶液加热至沸, 冷却, 然后移入 250 mL 容量瓶中, 用水稀释至标线, 摇匀。此溶液 B 供测定三氧化二铁(19.2)、二氧化钛(20.2)、三氧化二铝(21.2)、氧化钙(22.2)、氧化镁(23.2)用。

从溶液 B 或 A(8.2)中吸取 25.00 mL 溶液, 放入 400 mL 烧杯中, 加水稀释至约 100 mL 左右。以硝酸(1+1)与氨水(1+1)调节溶液 pH 值为 1.3~1.5(用精密试纸检测), 加入 2 滴磺基水杨酸钠指示剂溶液(4.52), 在不断搅拌下用滴定管滴加 EDTA 标准滴定溶液(4.45), 至红色消失后再过量 1 mL~2 mL, 搅拌并放置 1 min。加入 2 滴半二甲酚橙指示剂溶液(见 4.54), 立即用 10 mL 滴定管以硝酸铈标准滴定溶液(4.47)滴定至橙红色。

19.3 结果表示

三氧化二铁的质量分数 $w_{\text{Fe}_2\text{O}_3}$ 按式(24)计算:

$$w_{\text{Fe}_2\text{O}_3} = \frac{T_{\text{Fe}_2\text{O}_3} \times (V_{12} - K_1 \times V_{13}) \times 10}{m_{20} \times 1\,000} \times 100 \quad \dots\dots\dots(24)$$

式中:

$w_{\text{Fe}_2\text{O}_3}$ ——三氧化二铁的质量分数, %;

$T_{\text{Fe}_2\text{O}_3}$ ——每毫升 EDTA 标准滴定溶液相当于三氧化二铁的质量(mg), 单位为毫克每毫升(mg/mL);

V_{12} ——EDTA 标准滴定溶液的体积(mL), 单位为毫升(mL);

K_1 ——每毫升硝酸铋标准滴定溶液相当于 EDTA 标准滴定溶液的体积(mL)；

V_{13} ——滴定时消耗硝酸铋标准滴定溶液的体积(mL),单位为毫升(mL)；

10——全部试样溶液与所分取试样溶液的体积比；

m_{20} ——19.2(m_{19})或 8.2(m_5)中试料的质量,单位为克(g)。

19.4 允许差

同一试验室允许差为 0.15%；不同试验室允许差为 0.25%。

20 二氧化钛的测定(代用法)

20.1 方法提要

在滴定完铁的溶液后,加少量过氧化氢,使 TiO^{2+} 生成 $TiO(H_2O_2)^{2+}$ 黄色配合物,再向溶液中加入过量的 EDTA 标准滴定溶液,以半二甲酚橙为指示剂,用硝酸铋标准滴定溶液进行滴定。

20.2 分析步骤

在滴定铁后的溶液中,加入 0.2 mL~0.5 mL EDTA 标准滴定溶液(4.45),在 20℃左右,加入 2~3 滴过氧化氢,立即在不断搅拌下滴加 EDTA 标准滴定溶液(4.45),至呈现稳定的黄色后再过量 1 mL~2 mL,放置 3 min。加入 1~2 滴半二甲酚橙指示剂溶液(4.54),用 10 mL 滴定管以硝酸铋标准滴定溶液(4.38)滴定至溶液呈现橙红色。

20.3 结果表示

二氧化钛的质量分数 w_{TiO_2} 按式(25)计算:

$$w_{TiO_2} = \frac{T_{TiO_2} \times (V_{14} - K_1 \times V_{15}) \times 10}{m_{20} \times 1000} \times 100 \quad \dots\dots\dots(25)$$

式中:

w_{TiO_2} ——二氧化钛的质量分数,%;

T_{TiO_2} ——每毫升 EDTA 标准滴定溶液相当于二氧化钛的质量(mg),单位为毫克每毫升(mg/mL)；

V_{14} ——EDTA 标准滴定溶液的体积(mL),单位为毫升(mL)；

K_1 ——每毫升硝酸铋标准滴定溶液相当于 EDTA 标准滴定溶液的体积(mL)；

V_{15} ——滴定时消耗硝酸铋标准滴定溶液的体积(mL),单位为毫升(mL)；

10——全部试样溶液与所分取试样溶液的体积比；

m_{20} ——19.2(m_{19})或 8.2(m_5)中试料的质量,单位为克(g)。

20.4 允许差

同一试验室允许差为 0.15%；不同试验室允许差为 0.25%。

21 三氧化二铝的测定(代用法)

21.1 方法提要

铝离子与 EDTA 标准滴定溶液在 pH 值 3.0~3.8 范围内可定量络合,加入过量的 EDTA 标准滴定溶液,于 pH 值 3.0~3.8 的条件下,将溶液放置 10 min,以半二甲酚橙为指示剂,用硫酸锌标准滴定溶液滴定。

21.2 分析步骤

在测完二氧化钛的溶液中,用滴定管加入 EDTA 标准滴定溶液至过量 15 mL 左右。然后在常温下(不低于 20℃)用 pH 值 4.3 缓冲溶液(4.30)调节溶液 pH 值 3.0~3.8(以精密试纸检测),放置 10 min。滴加氨水(1+1)至溶液呈淡紫色,再用硝酸(1+1)中和至淡紫色消失(pH 值 5.5~6.0),补加 10 mL pH5.5 缓冲溶液(4.31),补加 7~8 滴半二甲酚橙指示剂溶液(4.54),用硫酸锌标准滴定溶液(4.48)滴定至稳定的红色。

21.3 结果表示

三氧化二铝的质量分数 $w_{Al_2O_3}$ 按式(26)计算:

$$w_{\text{Al}_2\text{O}_3} = \frac{T_{\text{Al}_2\text{O}_3} \times (V_{16} - K_2 \times V_{17}) \times 10}{m_{20} \times 1\,000} \times 100 \quad \dots\dots\dots(26)$$

式中:

$w_{\text{Al}_2\text{O}_3}$ ——三氧化二铝的质量分数, %;

$T_{\text{Al}_2\text{O}_3}$ ——每毫升 EDTA 标准滴定溶液相当于三氧化二铝的质量 (mg), 单位为毫克每毫升 (mg/mL);

V_{16} ——EDTA 标准滴定溶液的体积 (mL), 单位为毫升 (mL);

K_2 ——每毫升硫酸锌标准滴定溶液相当于 EDTA 标准滴定溶液的体积 (mL);

V_{17} ——滴定时消耗硫酸锌标准滴定溶液的体积 (mL), 单位为毫升 (mL);

10——全部试样溶液与所分取试样溶液的体积比;

m_{20} ——19.2(m_{19})或 8.2(m_5)中试料的质量, 单位为克 (g)。

21.4 允许差

同一试验室允许差为 0.35%; 不同试验室允许差为 0.50%。

22 氧化钙的测定(代用法)

22.1 方法提要

预先在酸性溶液中加入适量的氟化钾, 以抑制硅酸的干扰, 然后在 pH 值 13 以上强碱溶液中, 以三乙醇胺为掩蔽剂, 用 CMP 混合指示剂, 以 EDTA 标准滴定溶液滴定。

22.2 分析步骤

从 19.2 溶液 B 中吸取 25.00 mL 溶液放入 400 mL 烧杯中, 加 5 mL 盐酸(1+1)及 7 mL 氟化钾溶液(4.36), 搅拌并放置 2 min 以上。以下步骤与 12.2 相同。

22.3 结果表示

氧化钙的质量分数 w_{CaO} 按式(27)计算:

$$w_{\text{CaO}} = \frac{T_{\text{CaO}} \times V_{18} \times 10}{m_{19} \times 1\,000} \times 100 \quad \dots\dots\dots(27)$$

式中:

w_{CaO} ——氧化钙的质量分数, %;

T_{CaO} ——每毫升 EDTA 标准滴定溶液相当于氧化钙的质量 (mg), 单位为毫克每毫升 (mg/mL);

V_{18} ——滴定时消耗 EDTA 标准滴定溶液的体积, 单位为毫升 (mL);

10——全部试样溶液与所分取试样溶液的体积比;

m_{19} ——19.2 中试料的质量, 单位为克 (g)。

22.4 允许差

同一试验室允许差为 0.25%; 不同试验室允许差为 0.40%。

23 氧化镁的测定(代用法)

23.1 方法提要

在 pH10 的溶液中, 以三乙醇胺、酒石酸钾钠为掩蔽剂, 用酸性铬蓝 K-萘酚绿 B 混合指示剂, 以 EDTA 标准滴定溶液滴定。

23.2 分析步骤

从 19.2 溶液 B 中吸取 25.00 mL 溶液放入 400 mL 烧杯中, 用水稀释至约 200 mL, 以下步骤与 13.2 相同。

23.3 结果表示

氧化镁的质量分数 w_{MgO} 按式(28)计算:

$$w_{\text{MgO}} = \frac{T_{\text{MgO}} \times (V_{19} - V_{18}) \times 10}{m_{19} \times 1\,000} \times 100 \dots\dots\dots(28)$$

式中:

w_{MgO} ——氧化镁的质量分数, %;

T_{MgO} ——每毫升 EDTA 标准滴定溶液相当于氧化镁的质量(mg), 单位为毫克每毫升(mg/mL);

V_{19} ——滴定钙、镁总量时消耗 EDTA 标准滴定溶液的体积, 单位为毫升(mL);

V_{18} ——按 22.2 测定氧化钙时消耗 EDTA 标准滴定溶液的体积, 单位为毫升(mL);

10——全部试样溶液与所分取试样溶液的体积比;

m_{19} ——18.2 中试料的质量, 单位为克(g)。

23.4 允许差

同一试验室允许差为 0.20%; 不同试验室允许差为 0.25%。



中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
铝酸盐水泥化学分析方法
GB/T 205—2008

*

中国标准出版社出版发行
北京复兴门外三里河北街16号
邮政编码:100045

网址 www.spc.net.cn

电话:68523946 68517548

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
各地新华书店经销

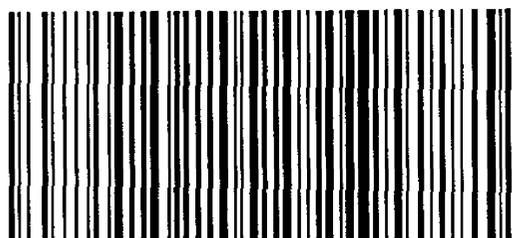
*

开本 880×1230 1/16 印张 1.5 字数 38 千字
2008年4月第一版 2008年4月第一次印刷

*

书号: 155066·1-31015

如有印装差错 由本社发行中心调换
版权专有 侵权必究
举报电话:(010)68533533



GB/T 205-2008