

ICS

Q

备案号:27686—2010

JC

中华人民共和国建材行业标准

JC/T 850—2009
代替 JC/T 850—1999

水泥用铁质原料化学分析方法

Methods of chemical analysis of iron raw materials for cement industry

2009-12-04 发布

2010-06-01 实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布

前　　言

本标准自实施之日起,代替JC/T 850—1999《水泥用铁质原料化学分析方法》。

与JC/T 850—1999相比,本标准主要变化如下:

——增加了三氧化硫的测定——燃烧-库仑滴定法(代用法)(本版第17章)。

本标准附录A是规范性附录。

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。

本标准负责起草单位:中国建筑材料科学研究院。

本标准主要起草人:刘玉兵、赵鹰立、游良俭、黄小楼。

本标准于1999年6月首次发布,本次为第一次修订。

水泥用铁质原料化学分析方法

1 范围

本标准规定了配制水泥生料用铁质校正原料的化学分析方法。本标准中对二氧化硅、三氧化二铁、三氧化二铝和三氧化硫等四种化学成分的测定包含基准法和代用法两种方法，可根据实际情况任选。在有争议时，以基准法为准。

本标准适用于水泥生产用铁矿石、硫酸渣等铁质校正原料的化学分析。

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 212 煤的工业分析方法

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 6730.1 分析用预干燥试样的制备

GB 8170 数值修约规则

3 试剂和材料

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或优级纯试剂；用于标定与配制标准溶液的试剂，除另有说明外应为基准试剂。

除另有说明外，% 表示“质量分数”。本标准使用的市售液体试剂具有下列密度(ρ)（20 °C，单位 g/cm³）或%（质量分数）：

——盐酸(HCl)	1.18~1.19(ρ)或 36%~38 %
——氢氟酸(HF)	1.13(ρ)或 40 %
——硝酸(HNO ₃)	1.39~1.41(ρ)或 65%~68 %
——硫酸(H ₂ SO ₄)	1.84(ρ)或 95%~98 %
——冰乙酸(CH ₃ COOH)	1.049(ρ)或 99.8 %
——氨水(NH ₃ · H ₂ O)	0.90~0.91(ρ)或 25%~28 %

在化学分析中，所用酸或氨水，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：盐酸(1+1)表示1份体积的浓盐酸与1份体积的水相混合。

3.1 盐酸(1+1);(1+5);(1+9);(1+99)

3.2 硝酸(1+1)

3.3 氨水(1+1)

3.4 氢氧化钠(NaOH)

3.5 氢氧化钾(KOH)

3.6 氢氧化钾溶液(200 g/L)

将 200 g 氢氧化钾(3.5)溶于水中，加水稀释至 1 L，贮存于塑料瓶中。

3.7 无水碳酸钠(Na₂CO₃)

3.8 无水硼砂(Na₂B₄O₇)

3.9 碳酸钠-硼砂混合熔剂

将 2 份质量的无水碳酸钠(3.7)与 1 份质量的无水硼砂(3.8)混合研细。

3.10 焦硫酸钾($K_2S_2O_7$)

3.11 氯化亚锡溶液(60 g/L)

将60 g氯化亚锡($SnCl_2 \cdot 2 H_2O$)溶于200 mL热盐酸中,用水稀释至1 L,混匀。

3.12 钨酸钠溶液(250 g/L)

将250 g钨酸钠($Na_2WO_4 \cdot 2 H_2O$)溶于适量水中(若浑浊需过滤),加5 mL磷酸,加水稀释至1 L,混匀。

3.13 硫磷混酸

将200 mL硫酸在搅拌下缓慢注入500 mL水中,再加入300 mL磷酸,混匀。

3.14 三氯化钛溶液(1+19)

取三氯化钛溶液(15%~20%)100 mL,加盐酸(1+1)1 900 mL混匀,加一层液体石蜡保护。

3.15 氯化钡溶液(100 g/L)

将100 g二水氯化钡($BaCl_2 \cdot 2 H_2O$)溶于水中,加水稀释至1 L。

3.16 pH 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。

3.17 pH 6 的缓冲溶液

将200 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。

3.18 pH 10 的缓冲溶液

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

3.19 三乙醇胺[$N(CH_2CH_2OH)_3$](1+2)

3.20 酒石酸钾钠溶液(100 g/L)

将100 g酒石酸钾钠($C_4H_4KNaO_6 \cdot 4 H_2O$)溶于水中,稀释至1 L。

3.21 苦杏仁酸溶液(50 g/L)

将50 g苦杏仁酸(苯羟乙酸)[$C_6H_5CH(OH)COOH$]溶于1 L热水中,并用氨水(1+1)调节pH约至4(用pH试纸检验)。

3.22 氟化铵溶液(100 g/L)

称取100 g氟化铵($NH_4F \cdot 2 H_2O$)于塑料杯中,加水溶解后,用水稀释至1 L,贮存于塑料瓶中。

3.23 氯化钾(KCl)

3.24 氟化钾溶液(150 g/L)

称取150 g氟化钾($KF \cdot 2 H_2O$)于塑料杯中,加水溶解后,用水稀释至1 L,贮存于塑料瓶中。

3.25 氯化钾溶液(50 g/L)

将50 g氯化钾(3.23)溶于水中,用水稀释至1 L。

3.26 氯化钾-乙醇溶液(50 g/L)

将5 g氯化钾(3.23)溶于50 mL水中,加入50 mL 95%乙醇(C_2H_5OH),混匀。

3.27 碳酸铵溶液(100 g/L)

将10 g碳酸铵[$(NH_4)_2CO_3$]溶于100 mL水中,用时现配。

3.28 氧化钾(K_2O)、氧化钠(Na_2O)标准溶液

3.28.1 氧化钾标准溶液的配制

称取0.792 g已于130 °C~150 °C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。此标准溶液每毫升相当于0.5 mg氧化钾。

3.28.2 氯化钠标准溶液的配制

称取 0.943 g 已于 130°C~150°C 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。此标准溶液每毫升相当于 0.5 mg 氯化钠。

3.28.3 氧化钾(K_2O)、氧化钠(Na_2O)系列标准溶液的配制

吸取按 3.28.1 配制的每毫升相当于 0.5 mg 氧化钾的标准溶液 0; 1.00; 2.00; 4.00; 6.00; 8.00; 10.00; 12.00(mL) 和按 3.28.2 配制的每毫升相当于 0.5 mg 氧化钠的标准溶液 0; 1.00; 2.00; 4.00; 6.00; 8.00; 10.00; 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, 摆匀。所得氧化钾(K_2O)、氧化钠(Na_2O) 系列标准溶液的浓度分别为 0.00; 0.005; 0.010; 0.020; 0.030; 0.040; 0.050; 0.060(mg/mL)。

3.29 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 °C ~ 110 °C 烘过 2 h 的碳酸钙(CaCO₃), 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, 沿杯口缓慢加入 5 mL ~ 10 mL 盐酸(1 + 1), 加热煮沸数分钟。将溶液冷至室温, 移入 250 mL 容量瓶中, 用水稀释至标线, 摆匀。

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

3.30.1 标准滴定溶液的配制

称取约 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。

3. 30. 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(3.29)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(3.42), 在搅拌下加入氢氧化钾溶液(3.6)至出现绿色荧光后再过量 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:

式中：

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

V_1 ——滴定时消耗 EDTA 标准滴定溶液的体积, 单位为毫升(mL);

m_1 ——按 3.29 配制碳酸钙标准溶液的碳酸钙的质量,单位为克(g)。

3.30.3 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、氧化钙、氧化镁的滴定度分别按式(2)、(3)、(4)、(5)计算：

式中：

$T_{Fe_2O_3}$ ——每毫升 EDTA 标准滴定溶液相当于三氧化二铁的毫克数, 单位为毫克每毫升(mg/mL);

$T_{Al_2O_3}$ ——每毫升 EDTA 标准滴定溶液相当于三氧化二铝的毫克数, 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毫克数, 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毫克数，单位为毫克。

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

50.98— $\frac{1}{2}$ Al₂O₃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)。

3.3.1 硫酸铜标准滴定溶液($c(\text{CuSO}_4) = 0.015 \text{ mol/L}$)

3.3.1.1 标准滴定溶液的配制

将 3.7 g 硫酸铜($CuSO_4 \cdot 5H_2O$)溶于水中，加 4~5 滴硫酸(1+1)，用水稀释至 1 L，摇匀。

3.3.1.2 EDTA 标准滴定溶液与硫酸铜标准滴定溶液体积比的标定

从滴定管缓慢放出 10 mL~15 mL [c(EDTA)= 0.015 mol/L] EDTA 标准滴定溶液(3.30)于 400 mL 烧杯中, 用水稀释至约 150 mL, 加 15 mL pH 4.3 的缓冲溶液(3.16), 加热至沸, 取下稍冷, 加 5~6 mL PAN 指示剂溶液(3.41), 以硫酸铜标准滴定溶液滴定至亮紫色。EDTA 标准滴定溶液与硫酸铜标准滴定溶液的体积比按式(6)计算:

武中：

K_1 ——每毫升硫酸铜标准滴定溶液相当于 EDTA 标准滴定溶液的毫升数；

V_1 —EDTA 标准滴定溶液的体积, 单位为毫升(mL);

V_2 ——滴定时消耗硫酸铜标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL)。

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

3.32.1 标准滴定溶液的配制

将 7.3 g 硝酸铋($\text{Bi}(\text{NO}_3)_3 \cdot 5 \text{ H}_2\text{O}$)溶于 1 L 0.3 mol/L 硝酸中，摇匀。

3.3.2 EDTA 标准滴定溶液与硝酸铋标准滴定溶液体积比的标定

从滴定管缓慢放出 5 mL~10 mL($c(\text{EDTA}) = 0.015 \text{ mol/L}$)EDTA 标准滴定溶液(3.30)于 300 mL 烧杯中, 用水稀释至约 150 mL, 用硝酸(1+1)及氨水(1+1)调整 pH 值 1~1.5, 加 2 滴半二甲酚橙指示剂溶液(3.40), 以硝酸铋标准滴定溶液滴定至红色。EDTA 标准滴定溶液与硝酸铋标准滴定溶液的体积比按式(7)计算:

式中：

K —— 每毫升硝酸铋标准滴定溶液相当于 EDTA 标准滴定溶液的毫升数；

V = EDTA 标准滴定溶液的体积, 单位为毫升(mL);

V_1 —— 滴定时消耗硝酸铋标准滴定溶液的体积, 单位为毫升(mL)。

3.33 乙酸铅标准滴定溶液 [$c(\text{Pb}(\text{CH}_3\text{COO})_2) = 0.015 \text{ mol/L}$]

3.3.1 标准滴定溶液的配制

将 5.7 g 乙酸苯(Ph(CH₃COO)₂·3 H₂O)溶于 1 L 水中，加 5 mL 冰乙酸，摇匀。

3.3.2 EDTA 标准滴定溶液与乙酸铅标准滴定溶液体积比的标定

从滴定管缓慢放出 10 mL~15 mL [c(EDTA)= 0.015 mol/L] EDTA 标准滴定溶液(3.30)于 300 mL 烧杯中, 用水稀释至约 150 mL, 加入 10 mL pH6 的缓冲溶液(3.17)及 7~8 滴半二甲酚橙指示剂溶液(3.40), 以乙酸铅标准滴定溶液滴定至红色。EDTA 标准滴定溶液与乙酸铅标准滴定溶液的体积比按式(8)计算:

式中：

K_2 = 每毫升乙酸铅标准滴定溶液相当于 EDTA 标准滴定溶液的毫升数；

V_1 —EDTA 标准滴定溶液的体积, 单位为毫升(mL);

混合研细,保存在磨口瓶中。

3.44 酚酞指示剂溶液

将 1 g 酚酞溶于 100 mL 95 % 乙醇中。

3.45 电解液

将 6 g 碘化钾(KI)和 6 g 溴化钾(KBr)溶于 300 mL 水中,加入 10 mL 冰乙酸(CH_3COOH)。

4 仪器与设备

4.1 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。

4.2 灰皿

应符合 GB/T 212 中对灰皿的要求。

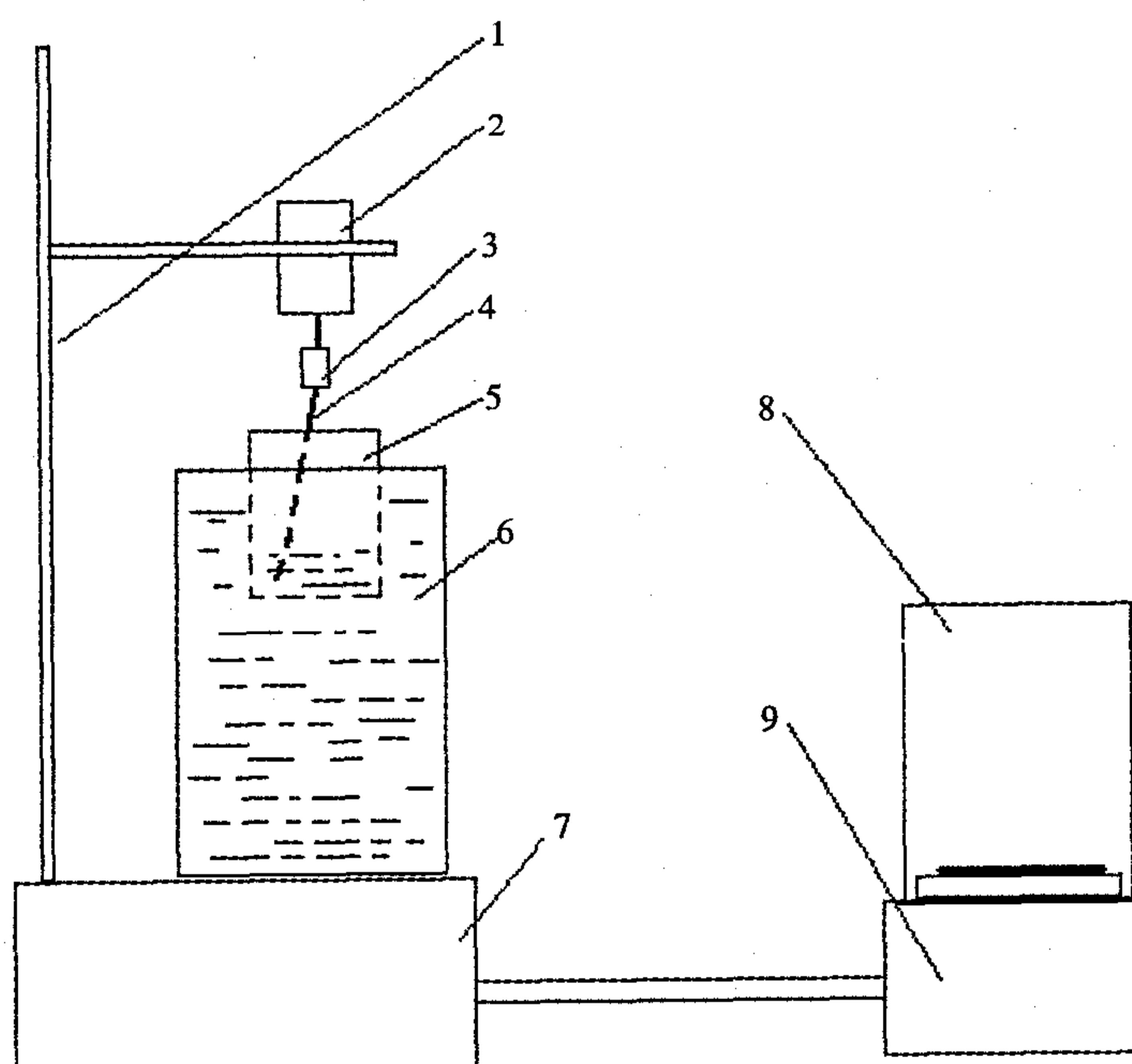
4.3 火焰光度计

4.4 库仑积分测硫仪

主要由管式电热炉和库仑积分仪组成。

4.5 化验室通用仪器、设备

主要包括分析天平、高温炉、容量瓶、移液管和滴定管等。



- 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, $\Phi 6 \times 160$ mm;
- 5——400 mL 塑料杯;
- 6——冷却水桶,内盛 25 °C 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 °C ~ 700 °C。

图 1 仪器装置示意图

5 试样的制备

试样的制备按 GB/T 6730.1 进行。

6 烧失量的测定

6.1 方法提要

试样在 950 °C~1 000 °C 的氧化气氛下,除去水分和二氧化碳,低价硫、铁等元素被氧化成高价,烧失量是试样挥发损失与吸氧增重的代数和。

6.2 分析步骤

称取约 1 g (m_3) 试样, 精确至 0.000 1 g, 置于已灼烧恒重的灰皿(4.2)中, 放入已升温至 $950^{\circ}\text{C} \sim 1\ 000^{\circ}\text{C}$ 的高温炉中, 灼烧 60 min, 取出灰皿(4.2)置于干燥器中冷却至室温, 称量。

6.3 结果的计算与表示

烧失量的质量分数 X_{LOI} 按式(10)计算:

式中：

X_{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 二氧化硅的测定(基准法)

7.1 方法提要

在适量的氟离子和过饱和氯化钾存在的条件下，使硅酸形成氟硅酸钾沉淀，经过滤、洗涤后用小体积中和液中和残余酸，加沸水使氟硅酸钾沉淀水解生成等物质量的氢氟酸，然后用氢氧化钠标准滴定溶液对所生成的氢氟酸进行滴定。

7.2 溶液的制备

称取约 0.3 g 试样(m_5)，精确至 0.000 1 g，置于银坩埚中，在 750 °C 的高温炉中灼烧 20 min～30 min，取出，放冷。加入 10 g 氢氧化钠熔剂(3.4)，在 750 °C 的高温下熔融 40 min，取出，放冷。在 300 mL 烧杯中，加入 100 mL 水，加热至沸，然后将坩埚放入烧杯中，盖上表面皿，加热，待熔块完全浸出后，取出，用盐酸(1+5)及水洗净，在搅拌下加入 20 mL 硝酸溶液，加热使溶液澄清，冷却至室温后，移入 250 mL 容量瓶中，用水稀释至标线，摇匀。此溶液供测定二氧化硅、三氧化二铝、三氧化二铁、氧化钙、氧化镁用。

7.3 分析步骤

吸取 50.00 mL 溶液(7.2), 放入 300 塑料杯中, 加 10 mL~15 mL 硝酸, 冷却。加入 10 mL 氟化钾溶液(3.24), 搅拌。加入固体氯化钾(3.23), 搅拌并压碎未溶颗粒, 直至饱和并过量 1 g~2 g, 冷却并静置 15 min, 用中速滤纸过滤, 用氯化钾溶液(3.25)冲洗塑料杯并沉淀 2~3 次。

将滤纸连同沉淀取下，置于原塑料杯中，沿杯壁加入 10 mL 氯化钾-乙醇溶液(3.26)及 1 mL 酚酞指示剂溶液(3.44)，用氢氧化钠标准滴定溶液(3.34)中和未洗尽的酸，仔细搅动滤纸并随之擦洗杯壁，直至溶液呈现红色。向杯中加入约 200 mL 已中和至使酚酞指示剂微红的沸水，用氢氧化钠标准滴定溶液(3.34)滴定至微红色。

7.4 结果的计算与表示

二氧化硅的质量分数 X_{SiO_2} 按式(11)计算：

式中。

X_{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毫克数, 单位为毫克每毫升(mg/mL);

V_0 ——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_F ——试料的质量, 单位为克(g)。

8 三氯化二铁的测定(基准法)

8.1 方法提要

试样用盐酸和氯化亚锡分解、过滤，滤液作为主液保存；残渣以氢氟酸处理，焦硫酸钾熔融，酸浸取后合并入主液。以钨酸钠为指示剂，用三氯化钛将高价铁还原成低价至生成“钨蓝”，再用重铬酸钾氧化至蓝色消失，加入硫磷混酸，以二苯胺磺酸钠为指示剂，用重铬酸钾标准滴定溶液滴定，借此测定铁量。

8.2 测定步骤

称取约 0.2 g(m_6)试样精确至 0.000 1 g, 置于 250 mL 烧杯中, 加 30 mL 盐酸(1+9), 低温加热 10 min~20 min, 滴加氯化亚锡溶液(3.11)至浅黄色, 继续加热 10 min(体积 10 mL)左右, 取下。加 20 mL 温水, 用中速滤纸过滤, 滤液收集于 400 mL 烧杯中, 用擦棒擦净杯壁, 用盐酸(1+99)洗烧杯 2~3 次, 残渣 7~8 次再用热水洗残渣 6~7 次, 滤液作为主液保存。

将残渣连同滤纸移入铂坩埚中，灰化，在800℃左右灼烧20 min，冷却，加水润湿残渣，加4滴硫酸(1+1)，加5 mL氢氟酸，低温加热蒸发至三氧化硫白烟冒尽，取下，加2 g焦硫酸钾(3.10)，在650℃左右熔融约5 min，冷却。将坩埚放入原250 mL烧杯中，加5 mL盐酸(1+9)，加热浸取熔融物，溶解后，用

调整溶液体积至 150 mL~200 mL, 加 5 滴钨酸钠溶液(3.12), 用三氯化钛(3.14)滴到呈蓝色, 再滴加重铬酸钾标准滴定溶液(3.35)到无色(不计读数), 立即加 10 mL 硫磷混酸(3.13)、5 滴二苯胺磺酸钠指示剂(3.37), 用重铬酸钾标准滴定溶液滴定至稳定的紫色。

8.3 结果的计算与表示

三氧化二铁的质量分数 $X_{\text{Fe}_2\text{O}_3}$ 按式(12)计算：

式中：

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

$c(1/6 \text{ K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7)$ ——重铬酸钾标准滴定溶液浓度, 单位为摩尔每升(mol/L);

V_{10} ——测定时消耗重铬酸钾标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

m_6 ——试料的质量,单位为克(g);

79.84—— $\frac{1}{2}$ Fe₂O₃ 的摩尔质量, 单位为克每摩尔(g/mol)。

9 三氧化二铝的测定(基准法)

9.1 方法提要

在 EDTA 存在下, 调溶液 pH 6.0, 煮沸使铝及其他金属离子和 EDTA 络合, 以半二甲酚橙为指示剂, 用铅溶液回滴过量的 EDTA, 再加入氯化铵, 煮沸置换铝-EDTA 络合物中的 EDTA, 用铅标准溶液滴定置换出的 EDTA, 借此测定铝量。

9.2 测定步骤

吸取 25.00 mL 溶液(7.2)，用水稀释至约 150 mL，加 15 mL 苦杏仁酸溶液(3.21)，然后加入对铁、铝过量 10 mL~15 mL EDTA 标准滴定溶液，用氨水(1+1)调整溶液 pH 至 4 左右(pH 试纸检验)，然后将溶液加热至 70°C~80°C，再加入 10 mL pH 6 的缓冲溶液(3.17)，并加热煮沸 3 min~5 min，取下，冷却至室温，加 7~8 滴半二甲酚橙指示剂溶液(3.40)，用乙酸铅标准滴定溶液(3.33)滴定至由黄色至橙红色(不记读数)，然后立即向溶液中加入 10 mL 氯化铵溶液，并加热煮沸 1 min~2 min，取下，冷却至

室温,补加2~3滴半二甲酚橙指示剂溶液(3.40),用乙酸铅标准滴定溶液(3.33)滴定至由黄色至橙红色(记读数)。

9.3 結果的計算与表示

三氧化二铝的质量分数 $X_{\text{Al}_2\text{O}_3}$ 按式(13)计算：

式中：

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

$T_{Al_2O_3}$ ——每毫升 EDTA 标准滴定溶液相当于三氧化二铝的毫克数, 单位为毫克每毫升(mg/mL);

K_2 ——每毫升乙酸铅标准滴定溶液相当于 EDTA 标准滴定溶液的毫升数；

V_{11} ——测定时消耗乙酸铅标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

m_5 ——试料的质量,单位为克(g)。

10 氯化钙的测定

10.1 方法提要

用氨水沉淀分离大部分铁、铝后，在 pH 13 以上的强碱溶液中，以三乙醇胺掩蔽残余的铁、铝等干扰元素，用 CMP 混合指示剂为指示剂，用 EDTA 标准滴定溶液滴定。

10.2 分析步骤

吸取 50.00 mL 溶液(7.2), 放入 300 mL 烧杯中, 加水稀释至约 100 mL, 加入少许滤纸浆, 加热至沸, 加氨水(1+1)至氢氧化铁沉淀析出, 再过量约 1 mL, 用快速滤纸过滤, 用热水洗涤烧杯 3 次, 洗涤沉淀 5 次。将滤液收集于 400 mL 烧杯中, 冷却至 30 °C 以下, 加 5 mL 三乙醇胺(3.19)及少许 CMP 混合指示剂(3.42), 在搅拌下加入氢氧化钾溶液(3.6)至出现绿色荧光后再过量 12 mL~15 mL, 此时溶液 pH 应在 13 以上, 用 EDTA 标准滴定溶液(3.30)滴定到绿色荧光消失并呈现红色。

10.3 结果的计算与表示

氧化钙的质量分数 X_{CaO} 按式(14)计算：

式中：

X_{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毫克数, 单位为毫克每毫升(mg/mL);

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

m_5 ——7.2 中试料的质量,单位为克(g)。

11 氧化镁的测定

11.1 方法提要

用氨水沉淀分离大部分铁、铝后，在 pH 10 的氨性溶液中，以酒石酸钾钠和三乙醇胺联合掩蔽其余的铁、铝等干扰元素，用 K-B 指示剂为指示剂，用 EDTA 标准滴定溶液滴定钙、镁含量，用差减法求得氧化镁含量。

11.2 分析步骤

吸取 50.00 mL 溶液(7.2)，放入 300 mL 烧杯中，加水稀释至约 100 mL，加入少许滤纸浆，加热至沸，加氨水(1+1)至氢氧化铁沉淀析出，再过量约 1 mL，用快速滤纸过滤，用热水洗涤烧杯三次，洗涤沉淀 5 次。将滤液收集于 400 mL 烧杯中，冷却至 30 °C 以下，加 1 mL 酒石酸钾钠(3.20)，5 mL 三乙醇胺(3.19)，用氨水(1+1)调溶液 pH 约为 10，然后加入 20 mL pH10 缓冲溶液(3.18)及少许 K-B 指示剂

(3.43),用 EDTA 标准滴定溶液(3.30)滴定到纯蓝色。

11.3 结果的计算与表示

氧化镁的质量分数 X_{MgO} 按式(15)计算：

式中：

X_{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毫克数, 单位为毫克每毫升(mg/mL);

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

V_{12} ——测定氧化钙时消耗 EDTA 标准滴定溶液的体积〔式(14)〕, 单位为毫升(mL);

m_5 ——7.2 中试料的质量,单位为克(g)。

12 三氧化硫的测定(基准法)

12.1 方法提要

在酸性溶液中，用氯化钡溶液沉淀硫酸盐，经过滤、灼烧后，以硫酸钡形式称量。测定结果以三氧化硫计。

12.2 分析步骤

称取约 0.2 g 试样(m_7)，精确至 0.000 1 g，置于镍坩埚中，加入 4 g~5 g 氢氧化钾(3.5)，在电炉上熔融至试样溶解，取下，冷却，放入盛有 100 mL 热水的 300 mL 烧杯中，待熔体全部浸出后，用盐酸溶解；加入少许滤纸浆，加热至沸，加氨水(1+1)至氢氧化铁沉淀析出，再过量约 1 mL，用快速滤纸过滤，用热水洗涤烧杯 3 次，洗涤沉淀 5 次。将滤液收集于 400 mL 烧杯中，加 2 滴甲基红指示剂溶液(3.38)，用盐酸(1+1)中和至溶液变红，再过量 2 mL，加水稀释至约 200 mL，煮沸，在搅拌下滴加 10 mL 氯化钡溶液(3.15)，继续煮沸数分钟，然后移至温热处静置 4 h 或过夜(此时溶液的体积应保持在 200 mL)。用慢速滤纸过滤，用温水洗涤，直至检验无氯离子为止。将沉淀及滤纸一并移入已灼烧恒量的瓷坩埚中，灰化后在 800 °C 的高温炉内灼烧 30 min，取出坩埚置于干燥器中冷却至室温，称量。反复灼烧，直至恒量。

12.3 结果的计算与表示

三氧化硫的质量分数 X_{SO_3} 按式(16)计算：

式中：

X_{SO_3} ——三氧化硫的质量分数, %;

m_8 ——灼烧后沉淀的质量,单位为克(g);

m_7 ——试料的质量,单位为克(g);

卷之三

13.1 方法提要

的钾、钠用火焰光

称取约 0.2 g 试样(m_9), 精确至 0.000 1 g, 置于铂皿中, 用少量水润湿, 加 5 mL~7 mL 氢氟酸及

温度，继续将三氧化硫白烟赶尽。取下放冷，加入 50 mL 热水，压碎残渣使其溶解，加 1 滴甲基红指示剂溶液(3.38)，用氨水(1+1)中和至黄色，加入 10 mL 碳酸铵溶液(3.27)，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,以氧化钾(K_2O)、氧化钠(Na_2O)系列标准溶液为基准,按仪器使用规程测定试液中氧化钾和氧化钠的含量。

13.3 结果的计算与表示

氧化钾和氧化钠的质量分数 X_{K_2O} 和 X_{Na_2O} 按式(17)和式(18)计算：

式中：

X_{K_2O} ——氧化钾的质量分数，%；

$X_{\text{Na}_2\text{O}}$ ——氧化钠的质量分数, %;

$c\text{ K}_2\text{O}$ —— 测定溶液中氧化钾的含量, 单位为毫克每毫升(mg/mL);

$c\text{Na}_2\text{O}$ —— 测定溶液中氧化钠的含量, 单位为毫克每毫升(mg/mL);

m_9 —— 试料的质量,单位为克(g)。

14 二氧化硅的测定(代用法)

14.1 方法提要

在适量的氟离子和钾离子存在的条件下,使硅酸形成氟硅酸钾沉淀,经过滤、洗涤后,为易化中和残余酸的操作,以较大的中和液体积中和残余酸,加沸水使氟硅酸钾沉淀水解生成等物质量的氢氟酸,然后用氢氧化钠标准滴定溶液对所生成的氢氟酸进行滴定。

14.2 分析步骤

称取约 0.1 g 试样(m_{10})，精确至 0.000 1 g，置于 50 mL 镍坩埚中，加入 4 g~5 g 氢氧化钾(3.5)，在 600~700℃的高温熔样电炉上熔融 6 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，用 20 mL 硝酸溶解，加 10 mL 氯化钾溶液(3.24)，用盐酸(1+5)将坩埚洗净，保持杯中溶液体积 70 mL~80 mL，根据室温按表 1 加入适量的氯化钾(3.23)，将塑料杯放到二氧化硅测定装置(4.1)上，搅拌 5 min，取下塑料杯，用中速滤纸过滤，用氯化钾溶液(3.25)冲洗塑料杯 1 次，冲洗滤纸 2 次，将滤纸连同沉淀取下，置于原塑料杯中，沿杯壁加入 20 mL~30 mL 氯化钾-乙醇溶液(3.26)及 2 滴甲基红指示剂溶液(3.38)，用氢氧化钠标准滴定溶液(3.34)中和至溶液由红刚刚变黄。向杯中加入约 300 mL 已中和至使酚酞指示剂微红的沸水及 1 mL 酚酞指示剂溶液(3.44)，用氢氧化钠标准滴定溶液(3.34)滴定到溶液由红变黄，再至微红色。

表 1 氯化钾加入量表

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

14.3 結果的計算与表示

二氧化硅的质量分数 X_{SiO_2} 按式(19)计算：

式中：

X_{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毫克数, 单位为毫克每毫升(mg/mL);

V = 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_{12} = 试料的质量, 单位为克 (g)。

15 二氯化二铁的测定(代用法)

15.1 方法摘要

在试液 pH 1~1.5 的酸度下,加入对于铁过量的 EDTA 标准滴定溶液,使铁与 EDTA 完全络合,以半一甲酚橙为指示剂,用硝酸铋标准滴定溶液回滴过量的 EDTA。

15.2 分析步骤

吸取 25.00 mL 溶液(7.2)，放入 300 mL 烧杯中，加水至约 150 mL，用硝酸(1+1)和氨水(1+1)调整溶液 pH 至 1~1.5(以精密 pH 试纸检验)。加入 2 滴磺基水杨酸钠指示剂溶液(3.39)，在搅拌下用 EDTA 标准滴定溶液(3.30)滴定到红色消失后，再过量 1 mL~2 mL，搅拌并放置 1 min。加入 2~3 滴半一甲酚橙指示剂溶液(3.40)，立即用硝酸铋标准滴定溶液缓慢滴定至溶液由黄变为橙红色。

15.3 结果的计算与表示

三氧化二铁的质量分数 $X_{\text{Fe}_2\text{O}_3}$ 按式(20)计算：

中式

$X_{\text{Fe}_2\text{O}_3}$ ——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毫克数, 单位为毫克每毫升(mg/mL);

K_0 ——每毫升硝酸铋标准滴定溶液相当于 EDTA 标准滴定溶液的毫升数；单位为毫升(mL)；

V_1 —加入 EDTA 标准滴定溶液的体积, 单位为毫升(mL);

V_{1a} —测定时消耗硝酸铋标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

$m_5 = 7.2$ 中试剂的质量, 单位为克(g)。

16 三氯化二铝的测定(代用法)

16.1 方法提要

试样用氢氧化钠熔融后,用热水溶解铝酸盐,过滤使铝与铁、钛等元素分离。将滤液酸化后,在 pH1.8 的酸度下用 EDTA 标准滴定溶液滴定残余的铁,用铜盐回滴法测定铝。

16.2 分析步骤

称取约 0.1 g 试样 (m_{11}), 精确至 0.0001 g, 置于银坩埚中, 加入 4 g~5 g 氢氧化钠(3.4), 在 750 °C 的高温下熔融 40 min, 取出, 放冷。在 300 mL 烧杯中, 加入 100 mL 水加热至沸, 然后将坩埚放入烧杯中, 盖上表面皿, 使熔块溶解。取出坩埚用水洗净, 用快速滤纸过滤, 用热水洗涤烧杯及沉淀 3 次, 滤液及洗涤液收于 400 mL 烧杯中。将滤液用盐酸酸化, 并用氨水(1+1)和盐酸(1+1)调整溶液 pH 1.8, 加热溶液至 70 °C, 加 10 滴碘基水杨酸钠指示剂溶液(3.39), 用 EDTA 标准滴定溶液(3.30)滴定到亮黄色, 然后加入 EDTA 标准滴定溶液(3.30)至使铝完全络合并过量 10 mL~15 mL, 将溶液加热至 70 °C ~80 °C 后, 加数滴氨水(1+1)使溶液 pH 值在 3.0~3.5, 加 15 mL pH 4.3 的缓冲溶液(3.16), 煮沸 1 min~2 min, 取下, 加入 4~5 滴 PAN 指示剂溶液(3.41), 以硫酸铜标准滴定溶液(3.31)滴定到亮紫色。

将滤纸及沉淀放回原 300 mL 烧杯中加入 50 mL 水及 5 mL~10 mL 盐酸(1+1)加热煮沸,使沉淀溶解,加氢氧化钾溶液(3. 6)至产生氢氧化铁沉淀,再过量 7 mL~8 mL,搅拌并放置 2 min,用快速滤纸过滤,用热水洗涤烧杯及沉淀 3 次,滤液及洗涤液收于 400 mL 烧杯中。将滤液用盐酸酸化,并用氨水(1+1)和盐酸(1+1)调整溶液 pH1.8,加热溶液至 70 °C,加 10 滴碘基水杨酸钠指示剂溶液(3. 39),用 EDTA 标准滴定溶液(3. 30)滴定到亮黄色,然后加入 EDTA 标准滴定溶液(3. 30)10 mL~15 mL,将溶

液加热至 70 °C~80 °C 后,加数滴氨水(1+1)使溶液 pH 值在 3.0~3.5,加 15 mL pH 4.3 的缓冲溶液(3.16),煮沸 1 min~2 min,取下,加入 4~5 滴 PAN 指示剂溶液(3.41),以硫酸铜标准滴定溶液(3.31)滴定到亮紫色。

16.3 结果的计算与表示

三氧化二铝的质量分数 $X_{\text{Al}_2\text{O}_3}$ 按式(21)计算：

式中：

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

$T_{Al_2O_3}$ ——每毫升 EDTA 标准滴定溶液相当于三氧化二铝的毫克数, 单位为毫克每毫升(mg/mL);

K_1 ——每毫升硫酸铜标准滴定溶液相当于 EDTA 标准滴定溶液的毫升数；

V_{17} ——两次测定加入 EDTA 标准滴定溶液的总体积, 单位为毫升(mL);

V_{18} ——两次测定时消耗硫酸铜标准滴定溶液的总体积,单位为毫升(mL);

m_{11} ——试料的质量,单位为克(g)。

17 三氧化硫的测定(代用法)

17.1 方法提要

试样中的硫在助剂五氧化二钒存在条件下,于1200℃以上的高温可生成二氧化硫气体。以铂电极为电解电极,用库仑积 分仪电解碘进行跟踪滴定,用另一对铂电极为指示电极指示滴定终点,根据法拉第定律($Q=nFZ$),由电解碘时电量消耗值确定碘的生成量,进而确定样品中的硫含量。

17.2 分析步骤

17.2.1 仪器工作状态的调整

将库仑积分测硫仪的管式电热炉升温至1200℃以上，并控制其恒温，按照说明书在仪器的电解池中加入适量的电解液(3.45)，打开仪器开关，取约0.05 g三氧化硫含量为1%~3%的样品于瓷舟中，在样品上加盖一层五氧化二钒，然后送入管式电热炉中，样品在恒温区数分钟内能启动电解碘的生成，说明仪器工作正常，待此样品测定完毕后可开始试样的测定。

17.2.2 试样测定

称取约 0.05 g 试样(m_{12})，精确至 0.000 1，将试样均匀地平铺于瓷舟中，在试样上加盖一层五氧化二钒，送入管式电热炉中进行测定，仪器显示结果为试样中三氧化硫的毫克数(m_{13})。

17.3 結果的計算与表示

三氧化硫的质量分数 X_{SO_3} 按式(22)计算:

式中：

X_{SO_3} ——三氧化硫的质量分数，%；

m_{12} ——试料的质量,单位为克(g);

m_{13} ——仪器显示的三氧化硫毫克数,单位为毫克(mg)。

18 分析结果的数据处理

18.1 分析值的验收

当平行分析同类型标准试样所得的分析值与标准值之差不大于表 2 所列允许差时，则试样分析值有效，否则无效。分析值是否有效，首先取决于平行分析的标准试样的分析值是否与标准值一致。当所得的两个有效分析值之差，不大于表 2 所列允许差，可予以平均，计算为最终分析结果。如二者之差大

于允许差时，则应按附录 A 的规定，进行追加分析和数据处理。

18.2 最终结果的计算

试样有效分析值的算术平均值为最终分析结果。平均值计算至小数第四位，并按 GB 8170 数值修约规则的规定修约到小数第二位。

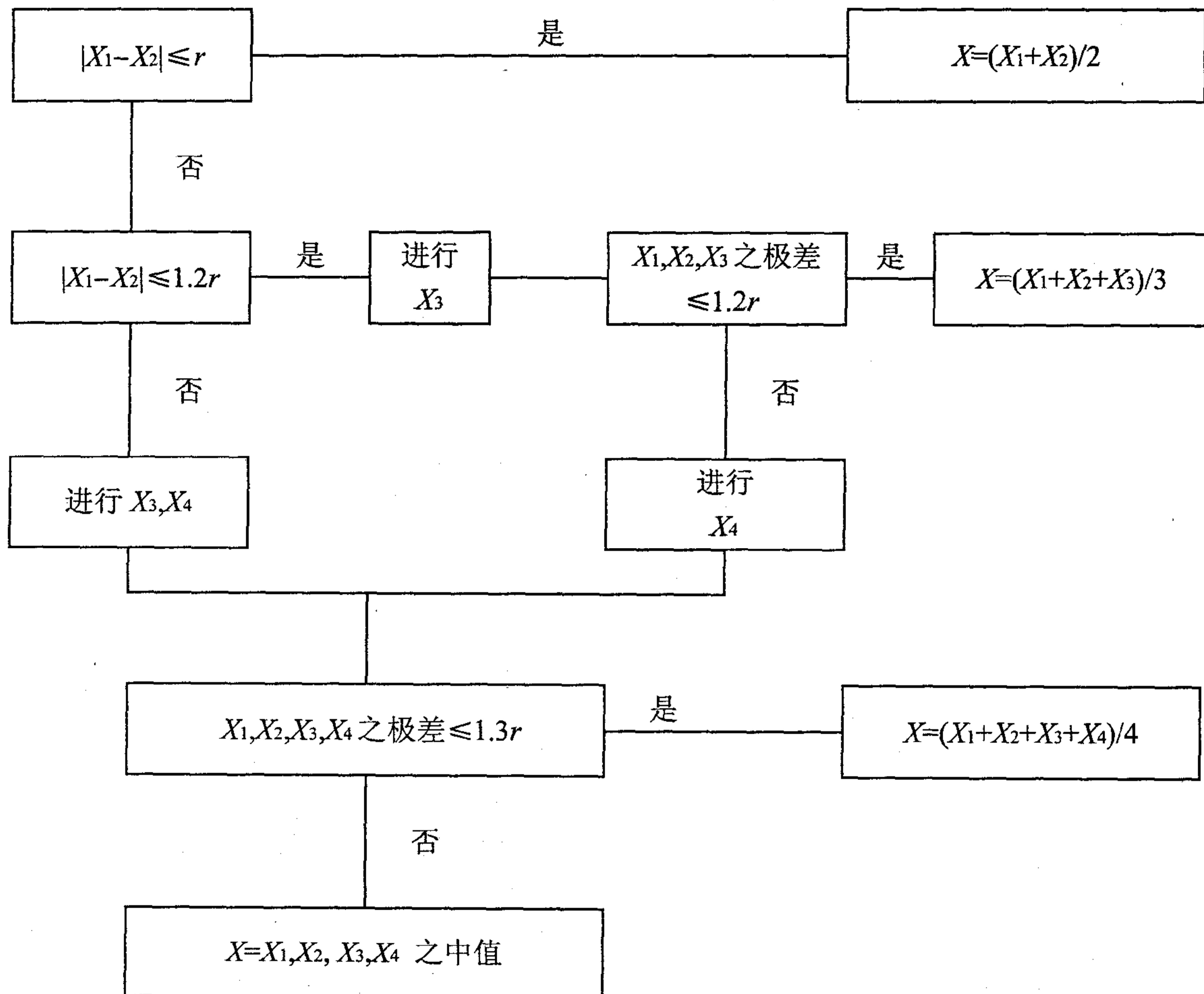
19 允许差

各成分的允许差见表 2。

表 2 测定结果允许差

化学成分	标样允许差/%	试样实验室内允许差/%	试样实验室间允许差/%
烧失量	±0.20	0.25	0.40
SiO ₂	±0.30	0.40	0.60
Fe ₂ O ₃	±0.20	0.25	0.40
Al ₂ O ₃	±0.20	0.25	0.40
CaO	±0.20	0.25	0.40
MgO	±0.20	0.25	0.40
SO ₃	±0.20	0.25	0.40
K ₂ O	±0.07	0.10	0.14
Na ₂ O	±0.05	0.08	0.10

附录 A
(规范性附录)
验收试样分析值程序



X_1, X_2, X_3, X_4 —试样的有效分析值；

r —试样允许差。

中华人民共和国
建材行业标准
水泥用铁质原料化学分析方法

JC/T 850—2009

*

中国建材工业出版社出版
建筑材料工业技术监督研究中心
(原国家建筑材料工业局标准化研究所)发行
新华书店北京发行所发行 各地新华书店经售
地质矿产部印刷厂印刷
版权所有 不得翻印

*

开本 880 mm×1230 mm 1/16 1.25 印张 字数 35 千字
2010 年 5 月第一版 2010 年 5 月第一次印刷
印数 1~500
书号:1580227·267

*

编号:0625

网址:www.standardenjc.com 电话:(010)51164708
地址:北京朝阳区管庄东里建材大院北楼 邮编:100024
本标准如出现印装质量问题,由发行部负责调换。