

中华人民共和国建材行业标准

本标准自实施之日起,代替 JC/T 874—2000《水泥用硅质原料化学分析方法》。

与 JC/T 874—2000 相比,本标准主要变化如下:

——增加了三氧化铁的测定——氧化亚铁测定法(代用法)(本标准附录 A)

JC/T 874—2009
代替 JC/T 874—2000

本标准由中国建材国际联合会提出。

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:中国建材材料科学研究总院。

本标准主要起草人:郭文彬、刘其立、曹凤林、高小伟。

本标准于2009年12月首次发布,本次为第一次修订。

水泥用硅质原料化学分析方法

Methods of chemical analysis of silicious 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



水泥用硅质原料化学分析方法

前 言

本标准自实施之日起,代替 JC/T 874—2000《水泥用硅质原料化学分析方法》。

与 JC/T 874—2000 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 23 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总院。

本标准主要起草人:刘玉兵、赵鹰立、游良俭、黄小楼。

本标准于 2000 年 12 月首次发布,本次为第一次修订。

GB/T 6432 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 8170 数值修约规则

1 范围和规范性引用文件

下列术语和定义适用于本标准。

3.1

硅质原料 siliceous materials

用于配制水泥生料,化学成分以二氧化硅为主,铝含量(以三氧化二铝计)在 10%以下,铁含量(以三氧化二铁计)在 10%以下的水泥生产原料,称为硅质原料。

4 试验材料

在分析过程中,所用试剂符合 GB/T 6432 中规定的三等水要求,所用试剂应为分析纯或优级纯试剂;用于标定与在制样过程中使用的试剂,除另有说明外应为基准试剂。

除另有说明外,其表示“质量分数”,本标准使用的市售试剂应具有下列密度(ρ_{20})(20℃,单位 g/cm³)或 γ (质量分数)。

- 盐酸(HCl) ρ_{20} : 1.18~1.19(g/cm³)或 36%~38%
- 草酸钠(Na₂C₂O₄) ρ_{20} : 1.90(g/cm³)或 97%
- 硝酸(HNO₃) ρ_{20} : 1.40~1.41(g/cm³)或 65%~68%
- 硫酸(H₂SO₄) ρ_{20} : 1.84(g/cm³)或 98%
- 冰乙酸(CH₃COOH) ρ_{20} : 1.049(g/cm³)或 99.8%
- 氨水(NH₃·H₂O) ρ_{20} : 0.90~0.91(g/cm³)或 25%~28%

在化学分析中,所用试剂或水,凡未注明者均指市售的浓酸或浓氨水,用体积比表示试剂的浓度,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。

- 4.1 盐酸(1+1);(1+5);(1+10);(1+20)
- 4.2 硝酸(1+1);(1+5)
- 4.3 氨水(1+1)
- 4.4 氢氧化钠(NaOH)
- 4.5 氢氧化钾(KOH)

水泥用硅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硅质原料的化学分析方法。本标准中除氧化钾和氧化钠的测定外,其他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。

本标准适用于配制水泥生料用硅质原料的化学分析。

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 6682 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 8170 数值修约规则

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本标准。

3.1

硅质原料 silicious materials

用于配制水泥生料,化学组成以二氧化硅为主,铝含量(以三氧化二铝计)在 20% 以下,铁含量(以三氧化二铁计)在 10% 以下的水泥生产原料,称为硅质原料。

4 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)	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。

4.1 盐酸(1+1);(1+5);(1+9);(3+97)

4.2 硫酸(1+1);(1+9)

4.3 氨水(1+1)

4.4 氢氧化钠(NaOH)

4.5 氢氧化钾(KOH)

4.6 无水碳酸钠(Na_2CO_3)

4.7 氢氧化钾溶液(200 g/L)

将 200 g 氢氧化钾(4.5) 溶于水中,加水稀释至 1L,贮存于塑料瓶中。

4.8 氯化铵(NH_4Cl)

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

4.10 氯化亚锡溶液(60 g/L)

将 60 g 氯化亚锡($\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$)溶于 200 mL 热盐酸中,用水稀释至 1L,混匀。

4.11 钨酸钠溶液(250 g/L)

将 250 g 钨酸钠($\text{Na}_2\text{WO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$)溶于适量水中(若浑浊需过滤),加 5 mL 磷酸,加水稀释至 1L,混匀。

4.12 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。

4.13 三氯化钛溶液(1+19)

取三氯化钛溶液(15%~20%)100 mL,加盐酸(1+1)1900 mL 混匀,加一层液体石蜡保护。

4.14 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 1L。

4.15 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 1L。

4.16 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 1L,摇匀。

4.17 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 1L。

4.18 三乙醇胺($\text{N}(\text{CH}_2\text{CH}_2\text{OH})_3$)(1+2)

4.19 酒石酸钾钠溶液(100 g/L)

将 100 g 酒石酸钾钠($\text{C}_4\text{H}_4\text{KNaO}_6 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$)溶于水中,稀释至 1L。

4.20 钼酸铵溶液(50 g/L)

将 5 g 钼酸铵($[(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24} \cdot 4\text{H}_2\text{O}]$)溶于水中,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。

4.21 抗坏血酸溶液(5 g/L)

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

4.22 二安替比林甲烷溶液(30 g/L)

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。

4.23 氯化钾(KCl)

4.24 氯化钾溶液(150 g/L)

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

4.25 氯化钾溶液(50 g/L)

将 50 g 氯化钾(4.23)溶于水中,用水稀释至 1L。

4.26 氯化钾-乙醇溶液(50 g/L)

将 5 g 氯化钾(4.23)溶于 50 mL 水中,加入 50 mL 95%乙醇($\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$),混匀。

4.27 碳酸铵溶液(100 g/L)

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

4.28 二氧化硅(SiO_2)标准溶液

4.28.1 标准溶液的配制

称取 0.200 0 g 于 1000℃~1100℃ 下新灼烧过 30 min 以上的二氧化硅(SiO₂),精确至 0.000 1g,置于铂坩埚中,加入 2 g 无水碳酸钠(4.6),搅拌均匀,在 1000℃~1100℃ 高温下熔融 15 min。冷却,用热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 1000 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 0.2 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 二氧化硅。

4.28.2 工作曲线的绘制

吸取每毫升含有 0.02 mg 二氧化硅的标准溶液 0;2.00;4.00;5.00;6.00;8.00;10.00 (mL) 分别放入 100 mL 容量瓶中,加水稀释至约 40 mL,依次加入 5 mL 盐酸(1+11)、8 mL 95%(体积分数)乙醇、6 mL 钼酸铵溶液(4.20)。放置 30 min 后,加入 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 1h 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对应的二氧化硅含量的函数,绘制工作曲线。

4.29 二氧化钛(TiO₂)标准溶液

4.29.1 标准溶液的配制

称取 0.100 0 g 经高温灼烧过的二氧化钛(TiO₂),精确至 0.000 1g,置于铂(或瓷)坩埚中,加入 2 g 焦硫酸钾(4.9),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 1000 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 0.1mg 二氧化钛。

吸取 100.00 mL 上述标准溶液于 500 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 0.02 mg 二氧化钛。

4.29.2 工作曲线的绘制

吸取每毫升含有 0.02 mg 二氧化钛的标准溶液 0;2.50;5.00;7.50;10.00;12.50;15.00 (mL) 分别放入 100 mL 容量瓶中,依次加入 10 mL 盐酸(1+2)、10 mL 抗坏血酸溶液(4.21)、20 mL 二安替比林甲烷溶液(4.22),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对应的二氧化钛含量的函数,绘制工作曲线。

4.30 氧化钾(K₂O)、氧化钠(Na₂O)标准溶液

4.30.1 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 1g,置于烧杯中,加水溶解后,移入 1000 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。

4.30.2 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 1g,置于烧杯中,加水溶解后,移入 1000 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 氧化钠。

4.30.3 氧化钾(K₂O)、氧化钠(Na₂O)系列标准溶液的配制

吸取按 4.30.1 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 4.30.2 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,摇匀。所得氧化钾(K₂O)、氧化钠(Na₂O)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)。

4.31 碳酸钙标准溶液[c(CaCO₃) = 0.024 mol/L]

称取 0.6 g (m1) 已于 105℃~110℃ 烘过 2 h 的碳酸钙(CaCO₃),精确至 0.000 1g,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,摇匀。

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

4.32.1 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 1L。

4.32.2 EDTA 标准滴定溶液浓度的标定

吸取 25.00 mL 碳酸钙标准溶液(4.31)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(4.42),在搅拌下加入氢氧化钾溶液(4.7)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:

$$c(\text{EDTA}) = \frac{m_1}{V_1 \times 1.0009} \dots\dots\dots (1)$$

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 4.31 配制碳酸钙标准溶液的碳酸钙的质量,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)。

4.32.3 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:

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

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

$$T_{\text{CaO}} = c(\text{EDTA}) \times 56.08 \dots\dots\dots (4)$$

$$T_{\text{MgO}} = c(\text{EDTA}) \times 40.31 \dots\dots\dots (5)$$

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

50.98—— $1/2 \text{ Al}_2\text{O}_3$ 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)。

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

4.33.1 标准滴定溶液的配制

将 4.7 g 硫酸铜($\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$)溶于水中,加 4~5 滴硫酸(1+1),用水稀释至 1L,摇匀。

4.33.2 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 [$c(\text{EDTA}) = 0.015 \text{ mol/L}$] EDTA 标准滴定溶液(4.32)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(4.16),加热至沸,取下稍冷,加 5~6 滴 PAN 指示剂溶液(4.41),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:

$$K = \frac{V_2}{V_3} \dots\dots\dots (6)$$

式中:

K ——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_2 ——EDTA 标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

V_3 ——滴定时消耗硫酸铜标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL)。

4.34 氢氧化钠标准滴定溶液 [$c(\text{NaOH}) = 0.15 \text{ mol/L}$]

4.34.1 标准滴定溶液的配制

将 60 g 氢氧化钠(NaOH)溶于 10 L 水中,充分摇匀,贮存于带胶塞(装有钠石灰干燥管)的硬质玻璃瓶或塑料瓶内。

4.34.2 氢氧化钠标准滴定溶液浓度的标定

称取约 0.8 g (m_2) 苯二甲酸氢钾($\text{C}_8\text{H}_5\text{KO}_4$),精确至 0.000 1g,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(4.40),用氢氧化钠标准滴定溶液滴定至微红色。

氢氧化钠标准滴定溶液的浓度按式(7)计算:

$$c(\text{NaOH}) = \frac{m_2 \times 1000}{V_4 \times 204.2} \dots\dots\dots (7)$$

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);

V_4 ——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_2 ——苯二甲酸氢钾的质量,单位为克(g);

204.2——苯二甲酸氢钾的摩尔质量,单位为克每摩尔(g/mol)。

4.34.3 氢氧化钠标准滴定溶液对二氧化硅的滴定度按式(8)计算:

$$T_{\text{SiO}_2} = c(\text{NaOH}) \times 15.02 \dots\dots\dots (8)$$

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毫克数,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—— $1/4 \text{ SiO}_2$ 的摩尔质量,单位为克每摩尔(g/mol)。

4.35 重铬酸钾标准滴定溶液 [$c(1/6 \text{ K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7) = 0.05 \text{ mol/L}$]

称取预先在 150℃ 烘干 1h 的重铬酸钾 2.4515 g 溶于水,移入 1000 mL 容量瓶中,用水稀释到刻度,混匀。

4.36 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 1L,贮存于塑料瓶中。

4.37 二苯胺磺酸钠指示剂溶液

将 0.2 g 二苯胺磺酸钠溶于 100 mL 水中。

4.38 甲基红指示剂溶液

将 0.2 g 甲基红溶于 100 mL 95 % 乙醇中。

4.39 磺基水杨酸钠指示剂溶液

将 10 g 磺基水杨酸钠溶于水中,加水稀释至 100 mL。

4.40 酚酞指示剂溶液

将 1g 酚酞溶于 100 mL 95 % 乙醇中。

4.41 PAN[1-(2-吡啶偶氮)-2-萘酚]指示剂溶液

将 0.2 g PAN 溶于 100 mL 95 % 乙醇中。

4.42 CMP 混合指示剂

称取 1.000 g 钙黄绿素、1.000 g 甲基百里香酚蓝、0.200 g 酚酞与 50 g 已在 105℃~110℃ 烘干过

的硝酸钾(KNO₃)混合研细,保存在磨口瓶中。

4.43 K-B 混合指示剂

称取 1.000 g 酸性铬蓝 K 与 2.5 g 萘酚绿 B 和 50 g 已在 105℃~110℃ 烘干过的硝酸钾(KNO₃)混合研细,保存在磨口瓶中。

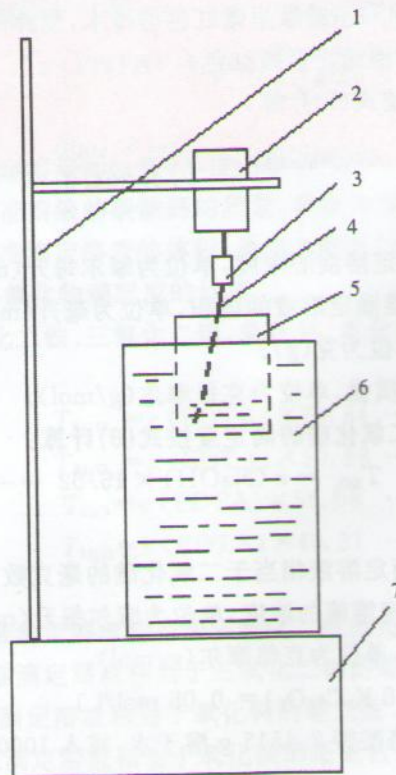
4.44 电解液

将 6 g 碘化钾(KI)和 6 g 溴化钾(KBr)溶于 300 水中,加入 10 mL 冰乙酸(CH₃COOH)。

5 仪器与设备

5.1 搅拌器

磁力搅拌器(搅拌子带聚四氟乙烯保护层)或如图 1 所示的搅拌装置。



- 1—支撑杆;
- 2—搅拌电机;
- 3—搅拌接头,可将塑料搅棒与搅拌电机连接或分开;
- 4—塑料搅棒,Φ6×160 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。

图 1 搅拌装置示意图

5.2 高温炉

最高工作温度为 1200℃。

5.3 火焰光度计

5.4 库仑积分测硫仪

主要由管式电热炉和库仑积分仪组成。

5.5 化验室通用仪器、设备

主要包括分析天平、干燥箱、容量瓶、移液管和滴定管等。

6 试样的制备

试样必须具有代表性和均匀性。由大样缩分后的试样不得少于 100 g, 试样通过 80 μ m 方孔筛时的筛余不应超过 15%。再以四分法或缩分器将试样缩减至约 25 g, 然后磨细至全部通过 80 μ m 方孔筛, 装入试样瓶中, 供分析用。其余作为原样保存备用。

7 烧失量的测定 (基准法)

7.1 方法提要

试样在 1100 $^{\circ}$ C 高温下, 灼烧以除去水分和二氧化碳。

7.2 分析步骤

称取约 2 g (m_3) 试样, 精确至 0.000 1g, 置于已灼烧恒量的瓷坩埚中, 将坩埚放在高温炉中从低温开始逐渐升高温度, 在 1100 $^{\circ}$ C 的温度下, 灼烧 30 min~60 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。

7.3 结果的计算与表示

烧失量的质量分数 X_{LOI} 按式(9)计算:

$$X_{LOI} = \frac{m_3 - m_4}{m_3} \times 100 \dots\dots\dots (9)$$

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)。

8 二氧化硅的测定 (基准法)

8.1 方法提要

试样以无水碳酸钠熔融, 盐酸溶解, 于沸水浴上进行二次加热蒸发使硅酸凝聚。滤出的沉淀用氢氟酸处理后, 失去的质量即为二氧化硅量, 加上滤液中比色回收的二氧化硅量即为总二氧化硅量。

8.2 分析步骤

8.2.1 胶凝性二氧化硅的测定

称取约 0.5 g 试样(m_5), 精确至 0.000 1g, 置于铂坩埚中, 加入 4 g 无水碳酸钠(4.6), 混匀, 再将 1g 无水碳酸钠(4.6)盖在上面。盖上坩埚盖并留有缝隙, 从低温加热, 逐渐升高温度至 950 $^{\circ}$ C~1000 $^{\circ}$ C, 熔融至透明的熔体, 旋转坩埚, 使熔体附于坩埚壁上, 放冷。将熔体用热水溶出后, 移入瓷蒸发皿中, 盖上表面皿, 从皿口滴入 10 mL 盐酸及 2~3 滴硝酸, 待反应停止后取下表面皿, 用平头玻璃棒压碎块状物使分解完全, 用热盐酸(1+1)清洗坩埚数次, 洗液合并于蒸发皿中。将蒸发皿置于沸水浴上, 皿上放一玻璃三角架, 再盖上表面皿, 蒸发至干。取下蒸发皿, 加入 10 mL~20 mL 热盐酸(3+97), 搅拌使可溶性盐类溶解。用中速滤纸过滤, 用胶头扫棒以热盐酸(3+97)擦洗玻璃棒及蒸发皿, 并洗涤沉淀 3~4 次, 然后用热水充分洗涤沉淀, 直至用硝酸银溶液(4.15)检验无氯离子为止。在沉淀上加 6 滴硫酸(1+4), 滤液及洗液保存在 300 mL 烧杯中。

将烧杯中的滤液移到原蒸发皿中, 在水浴上蒸发至干后, 取下放入烘箱中, 于 110 $^{\circ}$ C 左右的温度下烘 60 min, 取出, 放冷。加入 10 mL~20 mL 热盐酸(3+97), 搅拌使可溶性盐类溶解。用中速滤纸过滤, 用胶头扫棒以热盐酸(3+97)擦洗玻璃棒及蒸发皿, 并洗涤沉淀 3~4 次, 然后用热水充分洗涤沉淀, 直至用硝酸银溶液(4.15)检验无氯离子为止。滤液及洗液保存在 250 mL 容量瓶中。在沉淀上加 3 滴硫酸

(1+4),然后将二次所得二氧化硅沉淀连同滤纸一并移入铂坩埚中,烘干并灰化后放入 1200℃ 的高温炉内灼烧 20min~40 min,取出坩埚置于干燥器中冷却至室温,称量(m_6)。

向坩埚中加数滴水润湿沉淀,加 6 滴硫酸(1+4)和 10 mL 氢氟酸,放入通风橱内电热板上缓慢蒸发至干,升高温度继续加热至三氧化硫白烟完全逸尽。将坩埚放入 1100℃~1150℃ 的高温炉内灼烧 10 min,取出坩埚置于干燥器中冷却至室温,称量(m_7)。

经过氢氟酸处理后得到的残渣中加入 0.5 g 焦硫酸钾(4.10)熔融,熔块用热水和数滴盐酸(1+1)溶解,溶液并入分离二氧化硅后得到的滤液和洗液中。用水稀释至标线,摇匀。此溶液 A 供测定滤液中残留的胶溶性二氧化硅、三氧化二铝、氧化钙、氧化镁、二氧化钛用。

8.2.2 胶溶性二氧化硅的测定

从溶液 A 中吸取 25.00 mL 溶液放入 100 mL 容量瓶中,用水稀释至 40 mL,依次加入 5 mL 盐酸(1+11)、8 mL 95% 乙醇、6 mL 钼酸铵溶液(4.20),放置 30 min 后加入 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 1h 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(4.28.2)上查出二氧化硅的含量(m_8)。

8.2.3 结果的计算与表示

8.2.3.1 胶凝性二氧化硅的质量分数 $X_{\text{胶凝SiO}_2}$ 按式(10)计算:

$$X_{\text{胶凝SiO}_2} = \frac{m_6 - m_7}{m_5} \times 100 \quad \dots\dots\dots (10)$$

式中:

- $X_{\text{胶凝SiO}_2}$ ——胶凝性二氧化硅的质量分数,%;
- m_6 ——灼烧后未经氢氟酸处理的沉淀及坩埚的质量,单位为克(g);
- m_7 ——用氢氟酸处理并经灼烧后的残渣及坩埚的质量,单位为克(g);
- m_5 ——试料的质量,单位为克(g)。

8.2.3.2 胶溶性二氧化硅的质量分数 $X_{\text{胶溶SiO}_2}$ 按式(11)计算:

$$X_{\text{胶溶SiO}_2} = \frac{m_8}{m_5} \quad \dots\dots\dots (11)$$

式中:

- $X_{\text{胶溶SiO}_2}$ ——胶溶性二氧化硅的质量分数,%;
- m_8 ——测定的 100 mL 溶液中二氧化硅的含量,单位为毫克(mg);
- m_5 ——试液 A 中试料的质量,单位为克(g)。

8.2.3.3 二氧化硅的质量分数 X_{SiO_2} 按式(12)计算:

$$X_{\text{SiO}_2} = X_{\text{胶凝SiO}_2} + X_{\text{胶溶SiO}_2} \quad \dots\dots\dots (12)$$

式中:

- X_{SiO_2} ——二氧化硅的质量分数,%;
- $X_{\text{胶凝SiO}_2}$ ——胶凝性二氧化硅的质量分数,%;
- $X_{\text{胶溶SiO}_2}$ ——胶溶性二氧化硅的质量分数,%。

9 三氧化二铁的测定(基准法)

9.1 方法提要

试样用氢氟酸处理,用盐酸溶解残渣。大部分高价铁用氯化亚锡还原后,以钨酸钠为指示剂,用三氯化钛将剩余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。

9.2 测定步骤

称取约 0.5 g(m_9)试样精确至 0.000 1g,置于铂皿中,加水润湿试料,加 10 滴硫酸(1+1)、10 mL 氢

氟酸,低温加热蒸发至三氧化硫白烟冒尽,加入 20 mL HCl (1+1),继续加热使可溶性残渣溶解。将溶液移入 400 mL 烧杯中,洗净铂皿。加热至近沸,在搅拌下慢慢滴加氯化亚锡溶液(4.10)至溶液呈浅黄色,迅速将烧杯放在水槽中冷却。

调整溶液体积至 150 mL~200 mL,加 5 滴钨酸钠溶液(4.11),用三氯化钛(4.13)滴到呈蓝色,再滴加重铬酸钾标准滴定溶液(4.35)到无色(不计读数),立即加 10 mL 硫磷混酸(4.12)、5 滴二苯胺磺酸钠指示剂(4.37),用重铬酸钾标准滴定溶液滴定至稳定的紫色。

9.3 结果的计算与表示

三氧化二铁的质量分数 $X_{Fe_2O_3}$ 按式(13)计算:

$$X_{Fe_2O_3} = \frac{79.84 \times c(1/6 K_2Cr_2O_7) \times V_5}{m_9 \times 1000} \times 100 \dots\dots\dots (13)$$

式中:

- $X_{Fe_2O_3}$ ——三氧化二铁的质量分数, %;
- $c(1/6 K_2Cr_2O_7)$ ——重铬酸钾标准滴定溶液浓度,单位为摩尔每升(mol/L);
- V_5 ——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_9 ——试料的质量,单位为克(g);
- 79.84—— $1/2 Fe_2O_3$ 的摩尔质量,单位为克每摩尔(g/mol)。

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

从溶液 A 吸取 10.00 mL 溶液放入 100 mL 容量瓶中,加入 10 mL 盐酸(1+2)及 10 mL 抗坏血酸溶液(4.21),放置 5 min。加 20 mL 二安替比林甲烷溶液(4.22),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(4.29.2)上查出二氧化钛的含量(m_{10})。

10.3 结果的计算与表示

二氧化钛的质量分数 X_{TiO_2} 按式(14)计算:

$$X_{TiO_2} = \frac{m_{10} \times 25}{m_5 \times 1000} \times 100 \dots\dots\dots (14)$$

式中:

- X_{TiO_2} ——二氧化钛的质量分数, %;
- m_{10} ——100 mL 测定溶液中二氧化钛的含量,单位为毫克(mg);
- m_5 ——试料的质量,单位为克(g)。

11 三氧化二铝的测定(基准法)

11.1 方法提要

用对于铁、铝、钛过量的 EDTA 标准滴定溶液,于 pH 3.8~4.0 使铁铝钛与 EDTA 完全络合,以 PAN 为指示剂,用硫酸铜标准滴定溶液回滴过量的 EDTA。

11.2 分析步骤

从溶液 A 中吸取 25.00 mL 溶液放入 300 mL 烧杯中,加水稀释至约 100 mL,用氨水(1+1)和盐酸(1+1)调节溶液 pH 值在 1.8~2.0 之间(用精密 pH 试纸检验)。将溶液加热至 70℃,加入 $[c(EDTA) = 0.015 \text{ mol/L}]$ EDTA 标准滴定溶液(4.32)至过量 10 mL~15 mL(对铁、铝、钛含量而言),用水稀释

至 150 mL~200 mL。加数滴氨水(1+1),使溶液 pH 值在 3.0~3.5 之间,加 15 mL pH 4.3 的缓冲溶液(4.16),煮沸 1min~2 min,取下稍冷,加入 4~5 滴 PAN 指示剂溶液(4.41),以 $[c(\text{CuSO}_4) = 0.015 \text{ mol/L}]$ 硫酸铜标准滴定溶液(4.33)滴定至亮紫色。

11.3 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(15)计算:

$$X_{\text{Al}_2\text{O}_3} = \frac{T_{\text{Al}_2\text{O}_3} \times (V_6 - K \times V_7) \times 10}{m_5 \times 1000} \times 100 - 0.6385 \times X_{\text{Fe}_2\text{O}_3} - 0.64 \times X_{\text{TiO}_2} \dots\dots (15)$$

式中:

- $X_{\text{Al}_2\text{O}_3}$ ——三氧化二铝的质量分数, %;
- X_{TiO_2} ——二氧化钛的质量分数, %;
- $X_{\text{Fe}_2\text{O}_3}$ ——三氧化二铁的质量分数, %;
- $T_{\text{Al}_2\text{O}_3}$ ——每毫升 EDTA 标准滴定溶液相当于三氧化二铝的毫克数,单位为毫克每毫升(mg/mL);
- V_6 ——加入 EDTA 标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);
- V_7 ——滴定时消耗硫酸铜标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);
- K ——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;
- m_5 ——试料的质量,单位为克(g);
- 0.64——二氧化钛对三氧化二铝的换算系数;
- 0.6385——三氧化二铁对三氧化二铝的换算系数。

12 氧化钙的测定(基准法)

12.1 方法提要

将分离硅后的试液稀释后,以三乙醇胺掩蔽铁、铝等干扰元素,调溶液 pH13 以上,用 CMP 混合指示剂为指示剂,用 EDTA 标准滴定溶液滴定。

12.2 分析步骤

从溶液 A 中吸取 50.00 mL 溶液放入 300 mL 烧杯中,加水稀释至约 200 mL,加 5 mL 三乙醇胺(1+2)及少许的 CMP 指示剂(4.42),在搅拌下加入氢氧化钾溶液(4.7)至出现绿色荧光后再过量 5 mL~8 mL,此时溶液 pH 约为 13 以上,用 $[c(\text{EDTA}) = 0.015 \text{ mol/L}]$ EDTA 标准滴定溶液(4.32)滴定至绿色荧光消失并呈现红色。

12.3 结果的计算与表示

氧化钙的质量分数 X_{CaO} 按式(16)计算:

$$X_{\text{CaO}} = \frac{T_{\text{CaO}} \times V_8 \times 5}{m_5 \times 1000} \times 100 \dots\dots\dots (16)$$

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_8 ——滴定时消耗 EDTA 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)。

13 氧化镁的测定(基准法)

13.1 方法提要

在分离硅后的 pH10 氨性溶液中,以酒石酸钾钠和三乙醇胺联合掩蔽残余的铁、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。

13.2 分析步骤

从溶液 A 中吸取 50.00 mL 溶液放入 400 mL 烧杯中,加水稀释至约 200 mL,加 1mL 酒石酸钾钠

溶液(4.19), 5 mL 三乙醇胺(1+2), 搅拌, 然后加入 25 mL pH 10 缓冲溶液(4.17)及少许酸性铬蓝 K-萘酚绿 B 混合指示剂(4.43), 用 $[c(\text{EDTA}) = 0.015 \text{ mol/L}]$ EDTA 标准滴定溶液(4.32)滴定, 近终点时应缓慢滴定至纯蓝色。

13.3 结果的计算与表示

氧化镁的质量分数 X_{MgO} 按式(17)计算:

$$X_{\text{MgO}} = \frac{T_{\text{MgO}} \times (V_9 - V_8) \times 5}{m_5 \times 1000} \times 100 \quad \dots\dots\dots (17)$$

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_9 ——滴定钙、镁含量时消耗 EDTA 标准滴定溶液的体积, 单位为毫升(mL);

V_8 ——测定氧化钙时消耗 EDTA 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)。

14 三氧化硫的测定(基准法)

14.1 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。

14.2 分析步骤

称取约 0.5 g 试样 (m_{11}), 精确至 0.000 1g, 置于镍坩锅中, 加入 4 g~5 g 氢氧化钾(4.5), 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 1mL, 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(4.38), 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(4.14), 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锅中, 灰化后在 800 °C 的高温炉内灼烧 30 min, 取出坩锅置于干燥器中冷却至室温, 称量。反复灼烧, 直至恒量。

14.3 结果的计算与表示

三氧化硫的质量分数 X_{SO_3} 按式(18)计算:

$$X_{\text{SO}_3} = \frac{0.343 \times m_{12}}{m_{11}} \times 100 \quad \dots\dots\dots (18)$$

式中:

X_{SO_3} ——三氧化硫的质量分数, %;

m_{12} ——灼烧后沉淀的质量, 单位为克(g);

m_{11} ——试料的质量, 单位为克(g),

0.343——硫酸钡对三氧化硫的换算系数。

15 氧化钾和氧化钠的测定(基准法)

15.1 方法提要

试样经氢氟酸-硫酸蒸发处理除去硅, 用热水浸取残渣。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。

15.2 分析步骤

称取约 0.1g 试样(m_{13}), 精确至 0.000 1g, 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,待氢氟酸驱尽后逐渐升高温度,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(4.38),用氨水(1+1)中和至黄色,加入 10 mL 碳酸铵溶液(4.27),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 250 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(K₂O)、氧化钠(Na₂O)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。

15.3 结果的计算与表示

氧化钾和氧化钠的质量分数 X_{K₂O}和 X_{Na₂O}按式(19)和式(20)计算:

$$X_{K_2O} = \frac{C_{K_2O} \times 250}{m_{13} \times 1000} \times 100 \dots\dots\dots (19)$$

$$X_{Na_2O} = \frac{C_{Na_2O} \times 250}{m_{13} \times 1000} \times 100 \dots\dots\dots (20)$$

式中:

- X_{K₂O}——氧化钾的质量分数, %;
- X_{Na₂O}——氧化钠的质量分数, %;
- C_{K₂O}——测定溶液中氧化钾的含量,单位为毫克每毫升(mg/mL);
- C_{Na₂O}——测定溶液中氧化钠的含量,单位为毫克每毫升(mg/mL);
- m₁₃——试料的质量,单位为克(g);
- 250——试样溶液的体积,单位为毫升(mL)。

16 烧失量的测定(代用法)

16.1 方法提要

试样在 950 °C 高温下灼烧至恒量。

16.2 分析步骤

称取约 1g (m₁₄) 试样,精确至 0.000 1g,置于已灼烧恒量的瓷坩埚中,将坩埚放在高温炉中从低温开始逐渐升高温度,在 950 °C 的温度下,灼烧 30 min~60 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。

16.3 结果的计算与表示

烧失量的质量分数 X_{LOI}按式(9)计算:

$$X_{LOI} = \frac{m_{14} - m_{15}}{m_{14}} \times 100 \dots\dots\dots (9)$$

式中:

- X_{LOI}——烧失量的质量分数, %;
- m₁₄——试料的质量,单位为克(g);
- m₁₅——灼烧后试料的质量,单位为克(g)。

17 二氧化硅的测定(代用法)

17.1 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对所生成的氢氟酸进行滴定。

17.2 分析步骤

称取约 0.5 g 试样 (m₁₆),精确至 0.000 1g,置于银坩埚中,加入 6 g~7 g 氢氧化钠熔剂(4.4),在

650 °C~700 °C的高温下熔融 30 min~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,取出坩埚,在搅拌下加入 25 mL 盐酸和 1mL 硝酸,加热使溶液澄清,用盐酸(1+5)及水将坩埚洗净,冷至室温后,移入 250 mL 容量瓶中,用水稀释至标线,摇匀。此溶液 B 供测定二氧化硅、三氧化二铁、三氧化二铝、二氧化钛、氧化钙、氧化镁用。

吸取 50.00 mL 溶液 B,放入 300 塑料杯中,加 10 mL~15 mL 硝酸、10 mL 氯化钾溶液(4.24),搅拌。根据室温按表 1 加入适量的氯化钾(4.23),用搅拌器(5.1)搅拌 10 min(用磁力搅拌器搅拌时应预先将塑料杯在 25°C 以下的水中冷却 5 min),取下塑料杯,用中速滤纸过滤,用氯化钾溶液(4.25)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(4.26)及 2 滴甲基红指示剂溶液(4.38),用氢氧化钠标准滴定溶液(4.34)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 1mL 酚酞指示剂溶液(4.40),用氢氧化钠标准滴定溶液(4.34)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	<15	15~20	21~25	26~30	>30
氯化钾加入量/g	5	8	10	13	16

17.3 结果的计算与表示

二氧化硅的质量分数 X_{SiO_2} 按式(21)计算:

$$X_{SiO_2} = \frac{T_{SiO_2} \times V_{10} \times 5}{m_{16} \times 1000} \times 100 \dots\dots\dots (21)$$

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_{10} ——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_{16} ——试料的质量,单位为克(g)。

18 三氧化二铁的测定(代用法)

18.1 方法提要

在 pH1.8~2.0 温度为 60°C~70°C 的溶液中,以磺基水杨酸钠为指示剂,用 EDTA 标准滴定溶液滴定。

18.2 分析步骤

从溶液 B 中吸取 25.00 mL 溶液放入 300 mL 烧杯中,加水稀释至约 100 mL,用氨水(1+1)和盐酸(1+1)调节溶液 pH 值在 1.8~2.0 之间(用精密 pH 试纸检验)。将溶液加热至 70°C,加 10 滴磺基水杨酸钠指示剂溶液(3.39),用 $[c(EDTA) = 0.015 \text{ mol/L}]$ EDTA 标准滴定溶液(4.32)缓慢地滴定至亮黄色(终点时溶液温度应不低于 60°C。)

18.3 结果的计算与表示

三氧化二铁的质量分数 $X_{Fe_2O_3}$ 按式(22)计算:

$$X_{Fe_2O_3} = \frac{T_{Fe_2O_3} \times V_{11} \times 5}{m_{16} \times 1000} \times 100 \dots\dots\dots (22)$$

式中:

- $X_{Fe_2O_3}$ ——三氧化二铁的质量分数, %;
- $T_{Fe_2O_3}$ ——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);
- V_{11} ——滴定时消耗 EDTA 标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

m_{16} ——试料的质量,单位为克(g)。

19 二氧化钛的测定(代用法)

19.1 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。

19.2 分析步骤

从溶液 B 吸取 10.00 mL 溶液放入 100 mL 容量瓶中,加入 10 mL 盐酸(1+2)及 10 mL 抗坏血酸溶液(4.21),放置 5 min。加 5 mL 95%乙醇、20 mL 二安替比林甲烷溶液(4.22),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(4.29.2)上查出二氧化钛的含量(m_{17})。

19.3 结果的计算与表示

二氧化钛的质量分数 X_{TiO_2} 按式(23)计算:

$$X_{\text{TiO}_2} = \frac{m_{17} \times 25}{m_{16} \times 1000} \times 100 \quad \dots\dots\dots (23)$$

式中:

X_{TiO_2} ——二氧化钛的质量分数,%;

m_{17} ——100 mL 测定溶液中二氧化钛的含量,单位为毫克(mg);

m_{16} ——试料的质量,单位为克(g)。

20 三氧化二铝的测定(代用法)

20.1 方法提要

在滴定铁后的溶液中,加入用对于铝、钛过量的 EDTA 标准滴定溶液,于 pH 3.8~4.0 使铁铝钛与 EDTA 完全络合,以 PAN 为指示剂,用硫酸铜标准滴定溶液回滴过量的 EDTA。

20.2 分析步骤

向滴完铁后的溶液中加入 [$c(\text{EDTA}) = 0.015 \text{ mol/L}$] EDTA 标准滴定溶液(4.32)至过量 10 mL~15 mL(对铝、钛含量而言),用水稀释至 150 mL~200 mL。将溶液加热至 70℃~80℃ 后,加数滴氨水(1+1),使溶液 pH 值在 3.0~3.5 之间,加 15 mL pH 4.3 的缓冲溶液(4.16),煮沸 1min~2 min,取下稍冷,加入 4~5 滴 PAN 指示剂溶液(4.41),以 [$c(\text{CuSO}_4) = 0.015 \text{ mol/L}$] 硫酸铜标准滴定溶液(4.33)滴定至亮紫色。

20.3 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(24)计算:

$$X_{\text{Al}_2\text{O}_3} = \frac{T_{\text{Al}_2\text{O}_3} \times (V_{12} - K \times V_{13}) \times 10}{m_{16} \times 1000} \times 100 - 0.64 \times X_{\text{TiO}_2} \quad \dots\dots\dots (24)$$

式中:

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

V_{12} ——加入 EDTA 标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

V_{13} ——滴定时消耗硫酸铜标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

K ——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;

X_{TiO_2} ——二氧化钛的质量分数;

m_{16} ——试料的质量,单位为克(g);

0.64——二氧化钛对三氧化二铝的换算系数。

21 氧化钙的测定(代用法)

21.1 方法提要

在 pH 13 以上的强碱溶液中,以氟化钾掩蔽硅,三乙醇胺掩蔽铁、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。

21.2 分析步骤

从溶液 B 中吸取 25.00 mL 溶液放入 400 mL 烧杯中,加入 15 mL 氟化钾溶液(4.36),搅拌并放置 2 min 以上,加水稀释至约 200 mL,加 5 mL 三乙醇胺(1+2)及少许的 CMP 指示剂(4.42),在搅拌下加入氢氧化钾溶液(4.7)至出现荧光绿后,再过量 5 mL~7 mL,此时溶液 pH 应为大于 13,用 [c(EDTA) = 0.015 mol/L]EDTA 标准滴定溶液(4.32)滴定至绿色荧光消失(呈微红色)。

21.3 结果的计算与表示

氧化钙的质量分数 X_{CaO} 按式(25)计算:

$$X_{CaO} = \frac{T_{CaO} \times V_{14} \times 10}{m_{16} \times 1000} \times 100 \dots\dots\dots (25)$$

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_{14} ——滴定时消耗 EDTA 标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);
- m_{16} ——试料的质量,单位为克(g)。

22 氧化镁的测定(代用法)

22.1 方法提要

在 pH 10 的氨性溶液中,用氟化钾掩蔽硅,以酒石酸钾钠和三乙醇胺联合掩蔽铁、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。

22.2 分析步骤

从溶液 B 中吸取 25.00 mL 溶液放入 400 mL 烧杯中,加入 15 mL 氟化钾溶液(3.36),搅拌并放置 2 min 以上,加水稀释至约 200 mL,加 1 mL 酒石酸钾钠溶液(4.19),5 mL 三乙醇胺(1+2),搅拌,然后加入 25 mL pH 10 缓冲溶液(4.17)及少许酸性铬蓝 K-萘酚绿 B 混合指示剂(4.43),用 [c(EDTA) = 0.015 mol/L]EDTA 标准滴定溶液(4.32)滴定,近终点时应缓慢滴定至纯蓝色。

22.3 结果的计算与表示

氧化镁的质量分数 X_{MgO} 按式(26)计算:

$$X_{MgO} = \frac{T_{MgO} \times (V_{15} - V_{14}) \times 10}{m_{16} \times 1000} \times 100 \dots\dots\dots (26)$$

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_{15} ——滴定钙、镁含量时消耗 EDTA 标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);
- V_{14} ——测定氧化钙时消耗 EDTA 标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);
- m_{16} ——试料的质量,单位为克(g)。

23 三氧化硫的测定(代用法)

23.1 方法提要

试样中的硫在助熔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。

23.2 分析步骤

23.2.1 仪器正常工作状态调整

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(4.44),打开仪器开关后,用约 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。

23.2.2 试样测定

称取约 0.05 g 试样(m_{18}),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_{19})。

23.3 结果的计算与表示

三氧化硫的质量分数 X_{SO_3} 按式(27)计算:

$$X_{SO_3} = \frac{m_{19}}{m_{18} \times 1000} \times 100 \dots\dots\dots (27)$$

式中:

X_{SO_3} ——三氧化硫的质量分数, %;

m_{18} ——试料的质量,单位为克(g);

m_{19} ——仪器显示的三氧化硫毫克数,单位为毫克(mg)。

24 分析结果的数据处理

24.1 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。

24.2 最终结果的计算

试样的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至小数第二位。

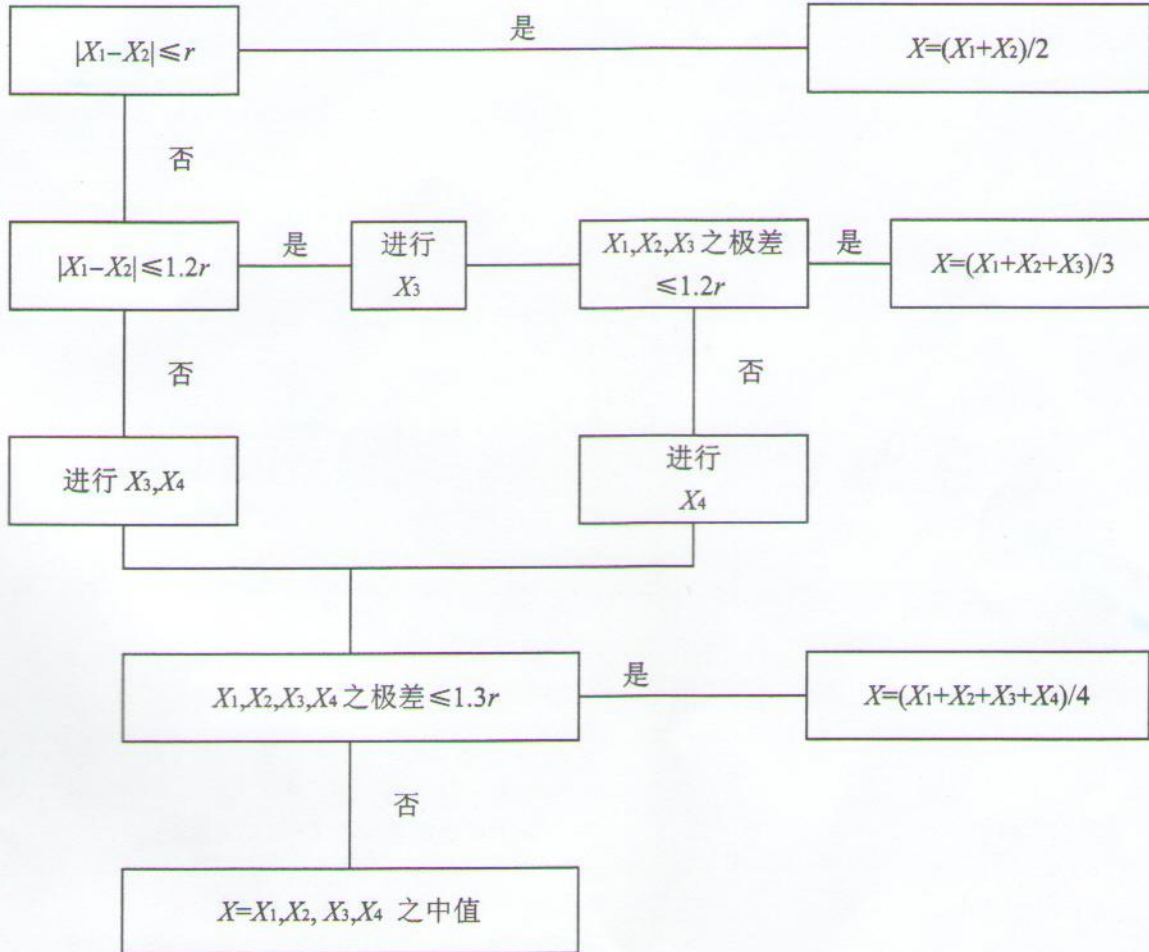
25 允许差

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 硅 质 原 料 化 学 分 析 方 法

JC/T 874—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
北京市展兴印刷厂印刷
版权所有 不得翻印

*

开本 880 mm×1230 mm 1/16 1.5 印张 字数 41 千字
2010 年 5 月第一版 2010 年 6 月第二次印刷
印数 501~1000 定价:26.00 元
书号:1580227·268

*

编号:0624

网址:www.jccbs.com.cn 电话:(010)88386906
地址:北京西城区车公庄大街6号3号楼 邮编:100044
本标准如出现印装质量问题,由发行部负责调换。