



中华人民共和国建材行业标准

JC/T 874-2000

水泥用硅质原料化学分析方法

Methods of chemical analysis of silicious
materials for cement industry

2000-12-25 发布

2001-05-01 实施

国家建筑材料工业局 发布

目 次

前言

1 范围	(1)
2 引用标准	(1)
3 定义	(1)
4 试剂和材料	(1)
5 仪器与设备	(5)
6 试样的制备	(5)
7 烧失量的测定(标准法)	(5)
8 二氧化硅的测定(标准法)	(6)
9 三氧化二铁的测定(标准法)	(8)
10 二氧化钛的测定(标准法)	(8)
11 三氧化二铝的测定(标准法)	(8)
12 氧化钙的测定(标准法)	(9)
13 氧化镁的测定(标准法)	(9)
14 全硫的测定(标准法)	(10)
15 氧化钾和氧化钠的测定(标准法)	(10)
16 烧失量的测定(代用法)	(11)
17 二氧化硅的测定(代用法)	(11)
18 三氧化二铁的测定(代用法)	(12)
19 二氧化钛的测定(代用法)	(13)
20 三氧化二铝的测定(代用法)	(13)
21 氧化钙的测定(代用法)	(13)
22 氧化镁的测定(代用法)	(14)
23 分析结果的数据处理	(14)
24 允许差	(15)

附录 A(标准的附录) 验收分析值程序

前 言

本标准中部分化学成份的测定并列有标准法和代用法,可根据实际情况任选。在有争议时,以标准法为准。

本标准所列的标准法,是国际上广泛认同的经典方法,参考了美国《NBS 粘土标准样品的分析方法》,具有良好的可溯源性,有利于国际间技术交流与贸易交往;本标准所列的代用法,经长期在国内应用证明结果准确,操作简单、快速,具有实用性。

本标准附录 A 是标准的附录。

本标准由中国建筑材料科学研究院提出。

本标准由全国水泥标准化技术委员会归口。

本标准起草单位:中国建筑材料科学研究院水泥科学与新型建筑材料研究所。

本标准主要起草人:刘玉兵 赵鹰立 黄小楼 辛志军 王欣然。

本标准委托中国建筑材料科学研究院水泥科学与新型建筑材料研究所负责解释。

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 874-2000

Methods of chemical analysis of silicious
materials for cement industry

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。

本标准适用于配制水泥生料用硅质原料的化学分析。水泥生料、水泥生产用其它硅质原料中相关成份的化学分析可参考本标准进行。

2 引用标准

下列标准所包含的条文,通过在本标准中引用而构成本标准的条文。本标准出版时,所示版本均为有效。所有标准都会被修订,使用本标准的各方应探讨使用下列标准最新版本的可能性。

GB/T 176-1996 水泥化学分析方法

GB/T 8170-1987 数值修约规则

3 定义

本标准采用下列定义。

硅质原料: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。

4 试剂和材料

分析过程中,应只使用蒸馏水或同等纯度的水;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“(m/m)”。本标准使用的市售液体试剂应具有下列密度(ρ)(20℃,单位g/cm³)或%(m/m)。

——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。

4.1 盐酸(1+1);(1+2);(1+5);(1+11);(3+97)。

4.2 硫酸(1+1);(1+4);(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 氯化钾(KCl)
- 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(60g/L):将 60g 氯化亚锡($\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$)溶于 200mL 热盐酸中,用水稀释至 1L,混匀。
- 4.11 钨酸钠溶液(250g/L):将 250g 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 5mL 磷酸,加水稀释至 1L,混匀。
- 4.12 硫磷混酸:将 200mL 硫酸在搅拌下缓慢注入 500mL 水中,再加入 300mL 磷酸,混匀。
- 4.13 三氯化钛溶液(1+19):取三氯化钛溶液(15%~20%)用盐酸(1+1)稀释 20 倍,加一层液体石蜡保护。
- 4.14 氯化钡溶液(100g/L):将 100g 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(5g/L):将 5g 硝酸银(AgNO_3)溶于水中,加 10mL 硝酸(HNO_3),用水稀释至 1L。
- 4.16 pH4.3 的缓冲溶液:将 42.3g 无水乙酸钠(CH_3COONa)溶于水中,加 80mL 冰乙酸(CH_3COOH),用水稀释至 1L,摇匀。
- 4.17 pH10 的缓冲溶液:将 67.5g 氯化铵(NH_4Cl)溶于水中,加 570mL 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(100g/L):将 100g 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(50g/L):将 5g 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 100mL,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(5g/L):将 0.5g 抗坏血酸(Vc)溶于 100mL 水中,过滤后使用。用时现配。
- 4.22 二安替比林甲烷溶液(30g/L):将 15g 二安替比林甲烷($\text{C}_{23}\text{H}_{24}\text{N}_4\text{O}_2$)溶于 500mL 盐酸(1+11)中,过滤后使用。
- 4.23 氢氧化钾溶液(200g/L):将 200g 氢氧化钾(见 4.5)溶于水中,加水稀释至 1L。贮存于塑料瓶中。
- 4.24 氟化钾溶液(150g/L):称取 150g 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。
- 4.25 氯化钾溶液(50g/L):将 50g 氯化钾(见 4.7)溶于水中,用水稀释至 1L。
- 4.26 氯化钾-乙醇溶液(50g/L):将 5g 氯化钾(见 4.7)溶于 50mL 水中,加入 50mL 乙醇($\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$, 95%, V/V),混匀。
- 4.27 碳酸铵溶液(100g/L):将 10g 碳酸铵 $[(\text{NH}_4)_2\text{CO}_3]$ 溶于 100mL 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 0.2000g 于 1000~1100℃ 下新灼烧过 30min 以上的二氧化硅(SiO_2),精确至 0.0001g,置于铂坩埚中,加入 2g 无水碳酸钠(见 4.6),搅拌均匀,在 1000~1100℃ 高温下熔融 15min。冷却,将熔块浸于盛有热水的 300mL 塑料杯中,待全部溶解后冷却至室温,移入 1000mL 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 0.2mg 二氧化硅。吸取 10.00mL 上述标准溶液于 100mL 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 0.02mg 二氧化硅。

4.28.2 工作曲线的绘制

吸取每毫升含有 0.02mg 二氧化硅的标准溶液 0, 2.00mL, 4.00mL, 5.00mL, 6.00mL, 8.00mL, 10.00mL 分别放入 100mL 容量瓶中,加水稀释至约 40mL,依次加入 5mL 盐酸(1+11)、8mL 乙醇

(95%, V/V)、6mL 钼酸铵溶液(见 4.20)。放置 30min 后,加入 20mL 盐酸(1+1)、5mL 抗坏血酸溶液(见 4.21),用水稀释至标线,摇匀。放置 1h 后,使用分光光度计,10mm 比色皿,以水作参比,于 660nm 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(TiO_2)标准溶液

4.29.1 标准溶液的配制

称取 0.1000g 经高温灼烧过的二氧化钛(TiO_2),精确至 0.0001g,置于铂(或瓷)坩埚中,加入 2g 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 1000mL 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 100.00mL 上述标准溶液于 500mL 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 0.02mg 二氧化钛。

4.29.2 工作曲线的绘制

吸取每毫升含有 0.02mg 二氧化钛的标准溶液 0; 2.50mL; 5.00mL; 7.50mL; 10.00mL; 12.50mL; 15.00mL 分别放入 100mL 容量瓶中,依次加入 10mL 盐酸(1+2)、10mL 抗坏血酸溶液(见 4.21)、20mL 二安替比林甲烷溶液(见 4.22),用水稀释至标线,摇匀。放置 40min 后,使用分光光度计,10mm 比色皿,以水作参比,于 420nm 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(K_2O)、氧化钠(Na_2O)标准溶液

4.30.1 氧化钾标准溶液的配制

称取 0.792g 已于 130~150℃ 烘过 2h 的氯化钾(KCl),精确至 0.0001g,置于烧杯中,加水溶解后,移入 1000mL 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 0.5mg 氧化钾。

4.30.2 氧化钠标准溶液的配制

称取 0.943g 已于 130~150℃ 烘过 2h 的氯化钠(NaCl),精确至 0.0001g,置于烧杯中,加水溶解后,移入 1000mL 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 0.5mg 氧化钠。

4.30.3 工作曲线的绘制

吸取按 4.30.1 配制的每毫升相当于 0.5mg 氧化钾的标准溶液 0; 1.00mL; 2.00mL; 4.00mL; 6.00mL; 8.00mL; 10.00mL; 12.00mL 和按 4.30.2 配制的每毫升相当于 0.5mg 氧化钠的标准溶液 0; 1.00mL; 2.00mL; 4.00mL; 6.00mL; 8.00mL; 10.00mL; 12.00mL 以一一对应的顺序,分别放入 100mL 容量瓶中,用水稀释至标线,摇匀。使用火焰光度计,按仪器使用规程进行测定。用测得的检流计读数作为相对应的氧化钾和氧化钠含量的函数,绘制工作曲线。

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

称取约 0.6g 已于 105~110℃ 烘过 2h 的碳酸钙(CaCO_3),精确至 0.0001g,置于 400mL 烧杯中,加入约 100mL 水,盖上表面皿,沿杯口滴加盐酸(1+1)至碳酸钙全部溶解,加热煮沸数分钟。将溶液冷至室温,移入 250mL 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 5.6g EDTA(乙二胺四乙酸二钠二水合物)置于烧杯中,加约 200mL 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 25.00mL 碳酸钙标准溶液(见 4.31)于 400mL 烧杯中,加水稀释至约 200mL,加入适量的 CMP 混合指示剂(见 4.42),在搅拌下加入氢氧化钾溶液(见 4.23)至出现绿色荧光后再过量 2~3mL,

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:

$$c(\text{EDTA}) = \frac{m_1 \times 25 \times 1000}{250 \times V_1 \times 100.09} = \frac{m_1}{V_1} \times \frac{1}{1.0009} \quad (1)$$

式中: $c(\text{EDTA})$ ——EDTA 标准滴定溶液的浓度, mol/L;

V_1 ——滴定时消耗 EDTA 标准滴定溶液的体积, mL;

m_1 ——按 4.31 配制碳酸钙标准溶液的碳酸钙的质量, g;

100.09——碳酸钙的摩尔质量, g/mol。

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:

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

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

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

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

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, 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, mg/mL;

T_{CaO} ——每毫升 EDTA 标准滴定溶液相当于氧化钙的毫克数, mg/mL;

T_{MgO} ——每毫升 EDTA 标准滴定溶液相当于氧化镁的毫克数, mg/mL;

$c(\text{EDTA})$ ——EDTA 标准滴定溶液的浓度, mol/L;

79.84—— $1/2\text{Fe}_2\text{O}_3$ 的摩尔质量, g/mol;

50.98—— $1/2\text{Al}_2\text{O}_3$ 的摩尔质量, g/mol;

56.08——CaO 的摩尔质量, g/mol;

40.31——MgO 的摩尔质量, 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 4.7g 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 10~15mL EDTA 标准滴定溶液 (见 4.32) 于 400mL 烧杯中, 用水稀释至约 150mL, 加 15mL pH4.3 的缓冲溶液 (见 4.16), 加热至沸, 取下稍冷, 加 5~6 滴 PAN 指示剂溶液 (见 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:

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

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, mL;

V_3 ——滴定时消耗硫酸铜标准滴定溶液的体积, 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 60g 氢氧化钠 (NaOH) 溶于 10L 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 0.8g(m_2)苯二甲酸氢钾($C_8H_5KO_4$),精确至 0.0001g,置于 400mL 烧杯中,加入约 150mL 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(见 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:

$$c(\text{NaOH}) = \frac{m_2 \times 1000}{V_1 \times 204.2} \quad (7)$$

式中: $c(\text{NaOH})$ ——氢氧化钠标准滴定溶液的浓度, mol/L;

V_1 ——滴定时消耗氢氧化钠标准滴定溶液的体积, mL;

m_2 ——苯二甲酸氢钾的质量, g;

204.2——苯二甲酸氢钾的摩尔质量, 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:

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

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, mg/mL;

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

15.02—— $1/4\text{SiO}_2$ 的摩尔质量, g/mol。

4.35 重铬酸钾标准滴定溶液 [$c(1/6\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7) = 0.05000\text{mol/L}$]

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

4.36 氟化钾溶液(20g/L):称取 20g 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 0.2g 二苯胺磺酸钠溶于 100mL 水中。

4.38 甲基红指示剂溶液:将 0.2g 甲基红溶于 100mL 乙醇(95%, V/V)中。

4.39 磺基水杨酸钠指示剂溶液:将 10g 磺基水杨酸钠溶于水中,加水稀释至 100mL。

4.40 酚酞指示剂溶液:将 1g 酚酞溶于 100mL 乙醇(95%, V/V)中。

4.41 PAN[1-(2-吡啶偶氮)-2-萘酚]指示剂溶液:将 0.2g PAN 溶于 100mL 乙醇(95%, V/V)中。

4.42 CMP 混合指示剂:称取 1.000g 钙黄绿素、1.000g 甲基百里香酚蓝、0.200g 酚酞与 50g 已在 105℃ 烘干过的硝酸钾(KNO_3)混合研细,保存在磨口瓶中。

4.43 K-B 混合指示剂:称取 1.000g 酸性铬蓝 K 与 2.5g 萘酚绿 B 和 50g 已在 105℃ 烘干过的硝酸钾(KNO_3)混合研细,保存在磨口瓶中。

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。

5.2 马弗炉:最高工作温度为 1200℃。

5.3 火焰光度计。

5.4 分光光度计。

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 100g,试样通过 0.08mm 方孔筛时的筛余应不超过 15%。再以四分法或缩分器将试样缩减至约 25g,然后磨细至全部通过 0.08mm 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(标准法)

7.1 方法提要

试样在 1100℃ 高温下灼烧至恒量。

7.2 分析步骤

称取约 2g 试样 (m_3), 精确至 0.0001g, 置于已灼烧恒量的瓷坩埚中, 将坩埚放在马弗炉中从低温开始逐渐升高温度, 在 1100℃ 的温度下, 灼烧 30~60min, 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 (见 GB/T 176-1996 中 3.5)。

7.3 结果表示

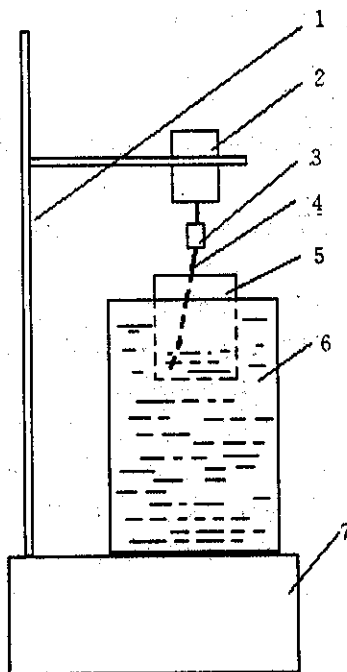
烧失量的质量百分数 X_{LOI} 按式 (9) 计算:

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

式中: X_{LOI} ——烧失量的质量百分数, %;

m_3 ——试料的质量, g;

m_4 ——灼烧后试料的质量, g。



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, $\Phi 6\text{mm} \times 160\text{mm}$; 5—400mL 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

8 二氧化硅的测定 (标准法)

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 0.5g 试样 (m_5), 精确至 0.0001g, 置于铂坩埚中, 加入 4g 无水碳酸钠 (见 4.6), 混匀, 再将 1g 无水碳酸钠 (见 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 950~1000℃, 熔融至透明的熔体, 旋转坩埚使熔体附于坩埚壁上, 冷却。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 10mL 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 10~20mL 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,然后用水充分洗涤沉淀,直至用硝酸银溶液(见 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 300mL 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℃ 左右的温度下烘 60min,取出,放冷。加入 10~20mL 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(见 4.15)检验无氯离子为止。滤液及洗液保存在 250mL 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℃ 的马弗炉内灼烧 20~40min,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 10mL 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℃ 的马弗炉内灼烧 10min,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 0.5g 焦硫酸钾(见 4.9)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 供标准法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 25.00mL 溶液放入 100mL 容量瓶中,用水稀释至 40mL,依次加入 5mL 盐酸(1+11)、8mL 乙醇(95%,V/V)、6mL 钼酸铵溶液(见 4.20),放置 30min 后加入 20mL 盐酸(1+1)、5mL 抗坏血酸溶液(见 4.21),用水稀释至标线,摇匀。放置 1h 后,使用分光光度计,10mm 比色皿,以水作参比,于 660nm 处测定溶液的吸光度。在工作曲线(见 4.28.2)上查出二氧化硅的含量(m_8)。

8.3 结果表示

8.3.1 胶凝性二氧化硅的质量百分数 $X_{\text{胶凝SiO}_2}$ 按式(10)计算:

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

式中: $X_{\text{胶凝SiO}_2}$ ——胶凝性二氧化硅的质量百分数,%;

m_6 ——灼烧后未经氢氟酸处理的沉淀及坩埚的质量,g;

m_7 ——用氢氟酸处理并经灼烧后的残渣及坩埚的质量,g;

m_5 ——试料的质量,g。

8.3.2 胶溶性二氧化硅的质量百分数 $X_{\text{胶溶SiO}_2}$ 按式(11)计算:

$$X_{\text{胶溶SiO}_2} = \frac{m_8 \times 250}{m_5 \times 25 \times 1000} \times 100 \quad \text{..... (11)}$$

式中: $X_{\text{胶溶SiO}_2}$ ——胶溶性二氧化硅的质量百分数,%;

m_8 ——测定的 100mL 溶液中二氧化硅的含量,mg;

m_5 ——试液 A 中试料的质量,g。

8.3.3 二氧化硅的质量百分数 X_{SiO_2} 按式(12)计算:

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

式中: X_{SiO_2} ——二氧化硅的质量百分数,%;

$X_{\text{胶凝SiO}_2}$ 和 $X_{\text{胶溶SiO}_2}$ 同式(10)和式(11)。

9 三氧化二铁的测定(标准法)

9.1 方法提要

试样用氢氟酸处理,用盐酸溶解残渣。大部分三价铁离子用氯化亚锡还原后,以钨酸钠为指示剂,用三氯化钛将剩余三价铁离子还原成二价至生成“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。

9.2 测定步骤

称取约 0.5g(m_9)试样精确至 0.0001g,置于铂皿中,加水润湿试料,加 10 滴硫酸(1+1),加 10mL 氢氟酸,低温加热蒸发至三氧化硫白烟冒尽,加入 20mL HCl(1+1),继续加热使可溶性残渣溶解。将溶液移入 400mL 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 150~200mL,加 5 滴钨酸钠溶液(见 4.11),用三氯化钛(见 4.13)滴到呈蓝色,再滴加重铬酸钾标准滴定溶液(见 4.35)到无色(不计读数),立即加 10mL 硫磷混酸(见 4.12)、5 滴二苯胺磺酸钠指示剂(见 4.37),用重铬酸钾标准滴定溶液(见 4.35)滴定至稳定的紫色。

9.3 结果表示

三氧化二铁的质量百分数 $X_{\text{Fe}_2\text{O}_3}$ 按式(13)计算:

$$X_{\text{Fe}_2\text{O}_3} = \frac{3.992 \times V_5}{m_9 \times 1000} \times 100 \dots\dots\dots (13)$$

式中: $X_{\text{Fe}_2\text{O}_3}$ ——三氧化二铁的质量百分数,%;

3.992——每毫升重铬酸钾标准滴定溶液相当于三氧化二铁的毫克数,mg/mL;

V_5 ——滴定时消耗重铬酸钾标准滴定溶液的体积,mL;

m_9 ——试料的质量,g。

10 二氧化钛的测定(标准法)

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 420nm 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 25.00mL 溶液放入 100mL 容量瓶中,加入 10mL 盐酸(1+2)及 10mL 抗坏血酸溶液(见 4.21),放置 5min。加 20mL 二安替比林甲烷溶液(见 4.22),用水稀释至标线,摇匀。放置 40min 后,使用分光光度计,10mm 比色皿,以水作参比,于 420nm 处测定溶液的吸光度。在工作曲线(见 4.29.2)上查出二氧化钛的含量(m_{10})。

10.3 结果表示

二氧化钛的质量百分数 X_{TiO_2} 按式(14)计算:

$$X_{\text{TiO}_2} = \frac{m_{10} \times 10}{m_5 \times 1000} \times 100 \dots\dots\dots (14)$$

式中: X_{TiO_2} ——二氧化钛的质量百分数,%;

m_{10} ——100mL 测定溶液中二氧化钛的含量,mg;

m_5 ——试料的质量,g。

11 三氧化二铝的测定(标准法)

11.1 方法提要

用对于铁、铝、钛离子过量的 EDTA 标准滴定溶液,于 pH3.8~4.0 使铁、铝、钛离子与 EDTA 完全

配合,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 25.00mL 溶液放入 300mL 烧杯中,加水稀释至约 100mL,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 EDTA 标准滴定溶液(见 4.32)至过量 10~15mL(对铁、铝、钛含量而言),用水稀释至 150~200mL。加数滴氨水(1+1),使溶液 pH 值在 3.0~3.5 之间,加 15mL pH4.3 的缓冲溶液(见 4.16),煮沸 1~2min,取下稍冷,加入 4~5 滴 PAN 指示剂溶液(见 4.41),以 $[c(\text{CuSO}_4)=0.015\text{mol/L}]$ 硫酸铜标准滴定溶液(见 4.33)滴定至亮紫色。

11.3 结果表示

三氧化二铝的质量百分数 $X_{\text{Al}_2\text{O}_3}$ 按式(15)计算:

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

式中: $X_{\text{Al}_2\text{O}_3}$ —— 三氧化二铝的质量百分数, %;

$T_{\text{Al}_2\text{O}_3}$ —— 每毫升 EDTA 标准滴定溶液相当于三氧化二铝的毫升数, mg/mL;

V_6 —— 加入 EDTA 标准滴定溶液的体积, mL;

V_7 —— 滴定时消耗硫酸铜标准滴定溶液的体积, 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} —— 二氧化钛的质量百分数, %;

0.64 —— 二氧化钛对三氧化二铝的换算系数;

$X_{\text{Fe}_2\text{O}_3}$ —— 三氧化二铁的质量百分数, %;

0.6385 —— 三氧化二铁对三氧化二铝的换算系数;

m_s —— 试料的质量, g。

12 氧化钙的测定(标准法)

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、铝等干扰离子,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 50.00mL 溶液放入 300mL 烧杯中,加水稀释至约 200mL,加 5mL 三乙醇胺(1+2)及少许的 CMP 指示剂(见 4.42),在搅拌下加入氢氧化钾溶液(见 4.23)至出现绿色荧光后再过量 5~8mL,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(见 4.32)滴定至绿色荧光消失并呈现红色。

12.3 结果表示

氧化钙的质量百分数 X_{CaO} 按式(16)计算:

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

式中: X_{CaO} —— 氧化钙的质量百分数, %;

T_{CaO} —— 每毫升 EDTA 标准滴定溶液相当于氧化钙的毫克数, mg/mL;

V_8 —— 滴定时消耗 EDTA 标准滴定溶液的体积, mL;

m_s —— 试料的质量, g。

13 氧化镁的测定(标准法)

13.1 方法提要

以酒石酸钾钠和三乙醇胺联合掩蔽铁、铝等干扰离子,在 pH10 氨性溶液中,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 50.00mL 溶液放入 400mL 烧杯中,加水稀释至约 200mL,加 1mL 酒石酸钾钠溶液(见 4.19),5mL 三乙醇胺(1+2),搅拌,然后加入 25mL pH10 缓冲溶液(见 4.17)及少许 K-B 混合指示剂(见 4.43),用 EDTA 标准滴定溶液(见 4.32)滴定,近终点时应缓慢滴定至纯蓝色。

13.3 结果表示

氧化镁的质量百分数 X_{MgO} 按式(17)计算:

$$X_{MgO} = \frac{T_{MgO} \times (V_0 - V_8) \times 5}{m_s \times 1000} \times 100 \quad (17)$$

式中: X_{MgO} ——氧化镁的质量百分数, %;

T_{MgO} ——每毫升 EDTA 标准滴定溶液相当于氧化镁的毫克数, mg/mL;

V_0 ——滴定钙、镁含量时消耗 EDTA 标准滴定溶液的体积, mL;

V_8 ——测定氧化钙时消耗 EDTA 标准滴定溶液的体积, mL;

m_s ——试料的质量, g。

14 全硫的测定(标准法)

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 0.5g 试样(m_{11}),精确至 0.0001g 置于镍坩埚中,加入 4~5g 氢氧化钾(见 4.5),在电炉上熔融至试样溶解,取下,冷却,放入盛有 100mL 热水的 300mL 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 400mL 烧杯中,加 2 滴甲基红指示剂溶液(见 4.38),用盐酸(1+1)中和至溶液变红,再过量 2mL,加水稀释至约 200mL,煮沸,在搅拌下滴加 10mL 氯化钡溶液(见 4.14),继续煮沸数分钟,然后移至温热处静置 4h 或过夜(此时溶液的体积应保持在 200mL)。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℃ 的马弗炉内灼烧 30min,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(见 GB/T 176-1996 中 3.5)。

14.3 结果表示

三氧化硫的质量百分数 X_{SO_3} 按式(18)计算:

$$X_{SO_3} = \frac{m_{12} \times 0.343}{m_{11}} \times 100 \quad (18)$$

式中: X_{SO_3} ——三氧化硫的质量百分数, %;

m_{12} ——灼烧后沉淀的质量, g;

m_{11} ——试料的质量, g;

0.343——硫酸钡对三氧化硫的换算系数。

15 氯化钾和氯化钠的测定(标准法)

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、镁离子。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 0.0001g,置于铂皿中,用少量水润湿,加 5~7mL 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 50mL 热水,压碎残渣使其溶解,加 1 滴甲基红指示剂溶液(见 4.38),用氨水(1+1)中和至黄色,加入 10mL 碳酸铵溶液(见 4.27),搅拌,置于电热板上加热 20~30min。用快速滤纸过滤,以热水洗涤,滤液及洗液盛于 250mL 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,按仪器使用规程进行测定,在工作曲线(见 4.30.3)上分别查出氧化钾和氧化钠的含量 C_{K_2O} 和 C_{Na_2O} 。

15.3 结果表示

氧化钾和氧化钠的质量百分数 X_{K_2O} 和 X_{Na_2O} 按式(19)和式(20)计算:

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

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

式中: X_{K_2O} ——氧化钾的质量百分数, %;

X_{Na_2O} ——氧化钠的质量百分数, %;

C_{K_2O} ——测定溶液中氧化钾的含量, mg/mL;

C_{Na_2O} ——测定溶液中氧化钠的含量, mg/mL;

m_{13} ——试料的质量, g。

16 烧失量的测定(代用法)

16.1 方法提要

试样在 950℃ 高温下灼烧至恒量。

16.2 分析步骤

称取约 1g 试样(m_{16}),精确至 0.0001g,置于已灼烧恒量的瓷坩埚中,将坩埚放在马弗炉中从低温开始逐渐升高温度,在 950℃ 的马弗炉中,灼烧 30~60min,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(见 GB/T 176-1996 中 3.5)。

16.3 结果表示

烧失量的质量百分数 X_{LOI} 按式(21)计算:

$$X_{LOI} = \frac{m_{16} - m_{17}}{m_{16}} \times 100 \quad (21)$$

式中: X_{LOI} ——烧失量的质量百分数, %;

m_{16} ——试料的质量, g;

m_{17} ——灼烧后试料的质量, 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 0.5g 试样(m_{14}),精确至 0.0001g,置于银坩埚中,加入 6~7g 氢氧化钠熔剂(见 4.4),在 650

~700℃的高温下熔融 30~40min。取出,放冷。在 300mL 烧杯中,加入 100mL 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 25mL 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 250mL 容量瓶中,用水稀释至标线,摇匀。此溶液 B 供代用法测定二氧化硅、三氧化二铁、三氧化二铝、二氧化钛、氧化钙、氧化镁用。

吸取 50.00mL 溶液 B,放入 300mL 塑料杯中,加 10~15mL 硝酸,10mL 氯化钾溶液(见 4.24),搅拌。根据室温按表 1 加入适量的氯化钾(见 4.7),用搅拌器(见 5.1)搅拌 10min(用磁力搅拌器搅拌时应预先将塑料杯在 25℃以下的水中冷却 5min),取下塑料杯,用中速滤纸过滤,用氯化钾溶液(见 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 20~30mL 氯化钾-乙醇溶液(见 4.26)及 2 滴甲基红指示剂溶液(见 4.38),用氢氧化钠标准滴定溶液(见 4.34)中和至溶液由红刚刚变黄。向杯中加入约 300mL 已中和至使酚酞指示剂微红的沸水及 1mL 酚酞指示剂溶液(见 4.40),用氢氧化钠标准滴定溶液(见 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,℃ <i>t</i>	<i>t</i> ≤15	15< <i>t</i> ≤20	20< <i>t</i> ≤25	25< <i>t</i> ≤30	<i>t</i> >30
氯化钾加入量,g	5	8	10	13	16

17.3 结果表示

二氧化硅的质量百分数 X_{SiO_2} 按式(22)计算:

$$X_{SiO_2} = \frac{T_{SiO_2} \times V_{10} \times 5}{m_{14} \times 1000} \times 100 \dots\dots\dots (22)$$

式中: X_{SiO_2} ——二氧化硅的质量百分数,%;
 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,mg/mL;
 V_{10} ——滴定时消耗氢氧化钠标准滴定溶液的体积,mL;
 m_{14} ——试料的质量,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 60~70℃的溶液中,以碘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 25.00mL 溶液放入 300mL 烧杯中,加水稀释至约 100mL,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 10 滴碘基水杨酸钠指示剂溶液(见 3.39),用[$c(EDTA)=0.015mol/L$]EDTA 标准滴定溶液(见 4.32)缓慢地滴定至亮黄色(终点时溶液温度应不低于 60℃)。

18.3 结果表示

三氧化二铁的质量百分数 $X_{Fe_2O_3}$ 按式(23)计算:

$$X_{Fe_2O_3} = \frac{T_{Fe_2O_3} \times V_{11} \times 10}{m_{14} \times 1000} \times 100 \dots\dots\dots (23)$$

式中: $X_{Fe_2O_3}$ ——三氧化二铁的质量百分数,%;
 $T_{Fe_2O_3}$ ——每毫升 EDTA 标准滴定溶液相当于三氧化二铁的毫克数,mg/mL;
 V_{11} ——滴定时消耗 EDTA 标准滴定溶液的体积,mL;
 m_{14} ——试料的质量,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 420nm 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 25.00mL 溶液放入 100mL 容量瓶中,加入 10mL 盐酸(1+2)及 10mL 抗坏血酸溶液(见 4.21),放置 5min。加 5mL 乙醇(95%,V/V)、20mL 二安替比林甲烷溶液(见 4.22),用水稀释至标线,摇匀。放置 40min 后,使用分光光度计,10mm 比色皿,以水作参比,于 420nm 处测定溶液的吸光度。在工作曲线(见 4.29.2)上查出二氧化钛的含量(m_{15})。

19.3 结果表示

二氧化钛的质量百分数 X_{TiO_2} 按式(24)计算:

$$X_{\text{TiO}_2} = \frac{m_{15} \times 10}{m_{14} \times 1000} \times 100 \quad \dots\dots\dots (24)$$

式中: X_{TiO_2} ——二氧化钛的质量百分数,%;

m_{15} ——100mL 测定溶液中二氧化钛的含量,mg;

m_{14} ——试料的质量,g。

20 三氧化二铝的测定(代用法)

20.1 方法提要

在滴定铁离子后的溶液中,加入用对于铝、钛离子过量的 EDTA 标准滴定溶液,于 pH3.8~4.0 使铝、钛离子与 EDTA 完全配合,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

向滴完铁离子的溶液中加入 EDTA 标准滴定溶液(见 4.32)至过量 10~15mL(对铝、钛离子含量而言),用水稀释至 150~200mL。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 15mL pH4.3 的缓冲溶液(见 4.16),煮沸 1~2min,取下稍冷,加入 4~5 滴 PAN 指示剂溶液(见 4.41),以硫酸铜标准滴定溶液(见 4.33)滴定至亮紫色。

20.3 结果表示

三氧化二铝的质量百分数 $X_{\text{Al}_2\text{O}_3}$ 按式(25)计算:

$$X_{\text{Al}_2\text{O}_3} = \frac{T_{\text{Al}_2\text{O}_3} \times (V_{12} - K \times V_{13}) \times 10}{m_{14} \times 1000} \times 100 - 0.64 \times X_{\text{TiO}_2} \quad \dots\dots\dots (25)$$

式中: $X_{\text{Al}_2\text{O}_3}$ ——三氧化二铝的质量百分数,%;

$T_{\text{Al}_2\text{O}_3}$ ——每毫升 EDTA 标准滴定溶液相当于三氧化二铝的毫克数,mg/mL;

V_{12} ——加入 EDTA 标准滴定溶液的体积,mL;

V_{13} ——滴定时消耗硫酸铜标准滴定溶液的体积,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} ——二氧化钛的质量百分数,%;

0.64——二氧化钛对三氧化二铝的换算系数;

m_{14} ——试料的质量,g。

21 氟化钙的测定(代用法)

21.1 方法提要

以氟化钾掩蔽硅,三乙醇胺掩蔽铁、铝等干扰离子,在 pH13 以上的强碱溶液中,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 25.00mL 溶液放入 400mL 烧杯中,加入 15mL 氟化钾溶液(见 4.36),搅拌并放置 2min 以上,加水稀释至约 200mL,加 5mL 三乙醇胺(1+2)及少许的 CMP 指示剂(见 4.42),在搅拌下加入氢氧化钾溶液(见 4.23)至出现绿色荧光后,再过量 5~8mL,此时溶液 pH 值应大于 13,用 $[c(\text{EDTA})=0.015\text{mol/L}]$ EDTA 标准滴定溶液(见 4.32)滴定至绿色荧光消失并呈现红色。

21.3 结果表示

氧化钙的质量百分数 X_{CaO} 按式(26)计算:

$$X_{\text{CaO}} = \frac{T_{\text{CaO}} \times V_{14} \times 10}{m_{14} \times 1000} \times 100 \quad \dots\dots\dots (26)$$

式中: X_{CaO} ——氧化钙的质量百分数, %;

T_{CaO} ——每毫升 EDTA 标准滴定溶液相当于氧化钙的毫克数, mg/mL;

V_{14} ——滴定时消耗 EDTA 标准滴定溶液的体积, mL;

m_{14} ——试料的质量, g。

22 氧化镁的测定(代用法)

22.1 方法提要

用氟化钾掩蔽硅,以酒石酸钾钠和三乙醇胺联合掩蔽铁、铝等干扰离子,在 pH10 的氨性溶液中,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 25.00mL 溶液放入 400mL 烧杯中,加入 15mL 氟化钾溶液(见 4.36),搅拌并放置 2min 以上,加水稀释至约 200mL,加 1mL 酒石酸钾钠溶液(见 4.19),5mL 三乙醇胺(1+2),搅拌,然后加入 25mL pH10 缓冲溶液(见 4.17)及少许 K-B 混合指示剂(见 4.43),用 $[c(\text{EDTA})=0.015\text{mol/L}]$ EDTA 标准滴定溶液(见 4.32)滴定,近终点时应缓慢滴定至纯蓝色。

22.3 结果表示

氧化镁的质量百分数 X_{MgO} 按式(27)计算:

$$X_{\text{MgO}} = \frac{T_{\text{MgO}} \times (V_{15} - V_{14}) \times 10}{m_{14} \times 1000} \times 100 \quad \dots\dots\dots (27)$$

式中: X_{MgO} ——氧化镁的质量百分数, %;

T_{MgO} ——每毫升 EDTA 标准滴定溶液相当于氧化镁的毫克数, mg/mL;

V_{15} ——滴定钙、镁含量时消耗 EDTA 标准滴定溶液的体积, mL;

V_{14} ——测定氧化钙时消耗 EDTA 标准滴定溶液的体积, mL;

m_{14} ——试料的质量, g。

23 分析结果的数据处理

23.1 分析值的验收

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。当平行分析同类型标准试样所得的分析值与标准值之差小于表 2 所列标准允许误差时,则试样分析值有效,否则无效。

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。

23.2 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/T 8170 的规定修约到小数第二位。

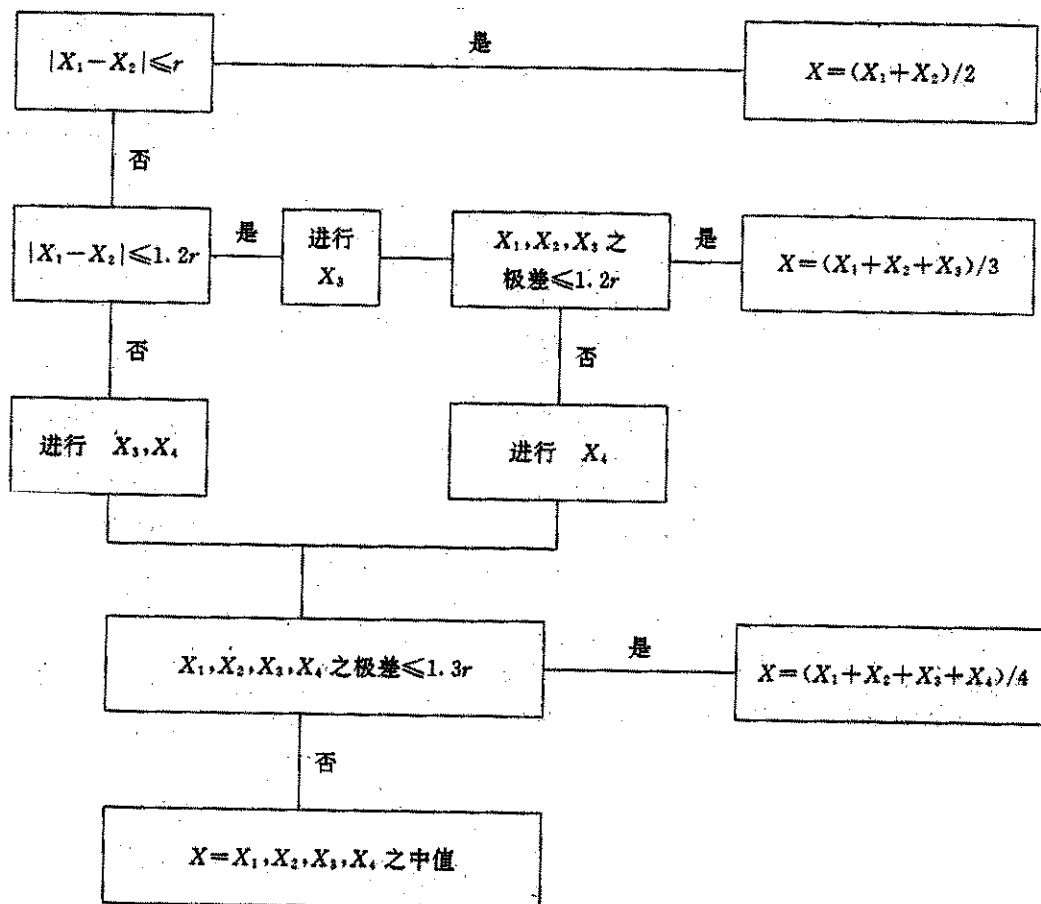
24 允许差

各成份的允许差见表 2。

表 2 测定结果允许差

化学成份	标样允许误差 %	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	0.30	0.40
Al ₂ O ₃	± 0.20	0.30	0.40
TiO ₂	± 0.10	0.10	0.15
CaO	± 0.20	0.25	0.35
MgO	± 0.20	0.30	0.40
SO ₃	± 0.10	0.10	0.15
K ₂ O	± 0.07	0.10	0.14
Na ₂ O	± 0.05	0.08	0.10

附录 A
(标准的附录)
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
Methods of chemical analysis of silicious
materials for cement industry
JC/T 874-2000

*

国家建筑材料工业局标准化研究所出版发行

地址：北京朝阳区管庄

邮政编码：100024

传真电话：(010)65755125

机械科学研究院标准出版中心印刷

版权专有 不得翻印

*

开本 880×1230 1/16 印张 1½ 字数 34,000
2001 年 4 月第一版 2001 年 4 月第一次印刷
印数 1-1000 定价 12.00 元

*

编号 1170