



中华人民共和国国家标准

GB/T 205—2024

代替 GB/T 205—2008

铝酸盐水泥化学分析方法

Methods for chemical analysis of aluminates cement

2024-03-15发布

2024-10-01 实施

国家市场监督管理总局
国家标准化管理委员会

发布

目 次

前言 I

1 范围 1

2 规范性引用文件 1

3 术语和定义 1

4 试验的基本要求 1

5 试剂和材料 2

6 仪器与设备 10

7 试样的制备 11

8 烧失量的测定——灼烧差减法 11

9 二氧化硅的测定——硅钼蓝分光光度法(基准法) 12

10 三氧化二铁的测定——邻菲罗啉分光光度法(基准法) 13

11 二氧化钛的测定——二安替比林甲烷分光光度法(基准法) 13

12 三氧化二铝的测定——硫酸锌返滴定铁铝钛含量(基准法) 14

13 氧化钙的测定——EDTA 滴定法(基准法) 14

14 氧化镁的测定——EDTA 滴定差减法(代用法) 15

15 氧化镁的测定——原子吸收分光光度法(基准法) 16

16 不溶物的测定——盐酸处理法 16

17 铝酸盐水泥全硫的测定——艾士卡法(基准法) 17

18 氧化钾和氧化钠的测定——火焰光度法(基准法) 17

19 氟离子的测定——离子选择电极法 18

20 二氧化硅的测定——氟硅酸钾容量法(代用法) 18

21 三氧化二铁的测定——硝酸铋返滴法(代用法) 19

22 二氧化钛的测定——硝酸铋返滴法(代用法) 19

23 三氧化二铝的测定——硫酸锌返滴法(代用法) 20

24 氯离子的测定——自动电位滴定法(基准法) 21

25 硫铝酸盐水泥硫酸盐三氧化硫的测定——硫酸钡称量法(基准法) 21

26 铝酸盐水泥全硫的测定——库仑滴定法(代用法) 21

27 X射线荧光分析方法(代用法) 21

28 电感耦合等离子体发射光谱法测定三氧化二铁、氧化镁、二氧化钛、氧化钾、氧化钠、
一氧化锰(代用法) 21

29 允许差 21

参考文献 23

前 言

本文件按照 GB/T 1.1—2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

本文件代替 GB/T 205—2008《铝酸盐水泥化学分析方法》，与 GB/T 205—2008 相比，除结构调整和编辑性改动外，主要技术变化如下：

- a) 增加了氧化镁的测定——原子吸收分光光度法(基准法)(见第15章)；
- b) “全硫的测定”更改为“铝酸盐水泥全硫的测定”(见第17章，2008年版的第15章)；
- c) 二氧化硅的测定——氟硅酸钾容量法(代用法)中取消了二氧化硅的测定装置(见第20 章，2008年版的第18章)；
- d) 三氧化二铁的测定——硝酸铋返滴定法(代用法)分析步骤中删除了试样溶液的制备(见第21章，2008年版的第19章)；
- e) 增加了氯离子的测定——自动电位滴定法(基准法)(见第24章)；
- f) 增加了硫铝酸盐水泥硫酸盐三氧化硫的测定——硫酸钡称量法(基准法)(见第25 章)；
- g) 增加了铝酸盐水泥全硫的测定——库仑滴定法(代用法)(见第26章)；
- h) 增加了X 射线荧光分析方法(代用法)(见第27章)；
- i) 增加了电感耦合等离子体发射光谱法测定三氧化二铁、氧化镁、二氧化钛、氧化钾、氧化钠、一氧化锰(代用法)(见第28章)。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由中国建筑材料联合会提出。

本文件由全国水泥标准化技术委员会(SAC/TC184) 归口。

本文件起草单位：中国国检测试控股集团股份有限公司、郑州登峰熔料有限公司、冀东水泥(烟台)有限责任公司、中国建材检验认证集团江苏有限公司、中铁建设集团南方工程有限公司、辽宁省检验检测认证中心、宁夏中测计量测试检验院(有限公司)、河北金隅鼎鑫水泥有限公司、内蒙古化工职业学院、山东山铝环境新材料有限公司、湖南润攸科技发展有限公司、中铁九局集团有限公司、凯里市鑫泰熔料有限公司、安徽美诺福科技有限公司。

本文件主要起草人：王雅兰、戴平、王小康、郭琳、姜大伟、沈红梅、范立军、卢娟娟、王瑞海、张庆华、雷震、马军民、马赵新、崔健、徐海军、程天宇、王琦、邓程鸿、高丹丹、贾有权、王伟、杨海毅、鹿晓泉、陈波、任静怡、张进生、刘亚民、冯浩、赫亮亮、段兆辉、康胜国、张宇曦、王欢、宋子新、郭猛、张格、谭永梅、季少伟、廖丽平、刘杰、唐为朋、刘波、古小华、白艳红、姜浩。

本文件于1963年首次发布，1981年第一次修订，2000年第二次修订，2008 年第三次修订，本次为第四次修订。

铝酸盐水泥化学分析方法

1 范围

本文件规定了铝酸盐水泥的化学分析方法试验的基本要求、试剂和材料、仪器与设备、试样的制备、试验测定的基准法和代用法。

本文件适用于铝酸盐水泥、硫铝酸盐水泥和水泥生产用铝质校正材料的化学分析。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；不注日期的引用文件，其最新版本(包括所有的修改单)适用于本文件。

GB/T 176 水泥化学分析方法

GB/T 5762 建材用石灰石、生石灰和熟石灰化学分析方法

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

GB/T 12573 水泥取样方法

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 试验的基本要求

4.1 试验的次数与要求

每项测定的次数规定为两次，两次结果的绝对差值在同一实验室允许差(见表2)内，用两次试验结果的平均值表示测定结果。

在进行化学分析时，除另有说明外，建议同时进行烧失量的测定；其他各项测定应同时进行空白试验，并对测定结果加以校正。

4.2 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0.0001 g。滴定管体积用毫升(mL)表示，读数精确至0.01mL。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四位有效数字。

除另有说明外，各项分析结果均以质量分数计，氯离子分析结果保留至小数点后三位，其他各项分析结果保留至小数点后两位。

数值的修约按 GB/T 8170 进行。

4.3 空白试验

除另有规定外，使用相同量的试剂，不加入试样，按照相同的测定步骤进行试验，对得到的测定结果进行校正。

铝酸盐水泥化学分析方法

1 范围

本文件规定了铝酸盐水泥的化学分析方法试验的基本要求、试剂和材料、仪器与设备、试样的制备、试验测定的基准法和代用法。
本文件适用于铝酸盐水泥、硫铝酸盐水泥和水泥生产用铝质校正材料的化学分析。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；不注日期的引用文件，其最新版本(包括所有的修改单)适用于本文件。

- GB/T176 水泥化学分析方法
- GB/T5762 建材用石灰石、生石灰和熟石灰化学分析方法
- GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法
- GB/T8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定
- GB/T 12573 水泥取样方法

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 试验的基本要求

4.1 试验的次数与要求

每项测定的次数规定为两次，两次结果的绝对差值在同一实验室允许差(见表2)内，用两次试验结果的平均值表示测定结果。
在进行化学分析时，除另有说明外，建议同时进行烧失量的测定；其他各项测定应同时进行空白试验，并对测定结果加以校正。

4.2 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0.0001g。滴定管体积用毫升(mL)表示，读数精确至0.01 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四位有效数字。
除另有说明外，各项分析结果均以质量分数计，氯离子分析结果保留至小数点后三位，其他各项分析结果保留至小数点后两位。
数值的修约按 GB/T 8170 进行。

4.3 空白试验

除另有规定外，使用相同量的试剂，不加入试样，按照相同的测定步骤进行试验，对得到的测定结果进行校正。

4.4 灼烧

将滤纸和沉淀放入预先已灼烧并恒量的坩埚中，盖上坩埚盖(留有缝隙)，为避免产生火焰，在氧化性气氛中缓慢干燥、灰化，并灰化至无黑色炭颗粒后，放入高温炉中，在规定的温度下灼烧。在干燥器中冷却至室温，称量。

4.5 恒量

经第一次灼烧、冷却、称量后，通过连续对器皿或试料每次15 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0.0005 g 时，即达到恒量。

4.6 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(见518)，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。

4.7 检验方法的验证

本文件所列检验方法应依照国家标准样品/标准物质(如GSB08152)或不同检测方法之间进行对比检验，以验证方法的准确性。

5 试剂和材料

5.1 通则

除另看说明外，所用试剂应不低于分析纯，用于标定的试剂应为基准试剂。所用溶剂应不低于GB/T6682 中规定的三级水的要求。标准中的完全氧化碳的求是指沥煮洮育令却套室混的水。离子色谱法、电感耦合等离子体发射光谱法所用试剂应不低于优级组，所用水应不低于GB/T6682 中规定的二级水的要求。

除另有说明外，本文件使用的市售浓液体试剂的密度指20℃ 时的密度(D)，单位为克每立方厘米(g/cm³)。

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+5)表示1份体积的浓盐酸与5份体积的水相混合。

5.2 盐酸(HCl)

1.18g/cm³~1.19 g/cm³，质量分数为36 % ~38 %。

5.3 氢氟酸(HF)

1.13 g/cm³,质量分数为40%。

5.4 硝酸(HNO₃)

1.39 g/cm³~1.41g/cm³，质量分数为65%~68%。

5.5 冰乙酸(CH₃COOH)

1.05 g/cm³,质量分数≥99%。

5.6 过氧化氢(H₂O₂)

1.11 g/cm³,质量分数为30%。

5.7 氨水(NH₃·H₂O)

0.90g/cm³~0.91g/cm³, 质量分数为25%~28%。

5.8 乙醇或无水乙醇(C₂H₅OH)

乙醇体积分数为95%, 无水乙醇体积分数不低于99.5%。

5.9 硫酸(H₂SO₄)

1.84g/cm³, 体积分数为95%~98%。

5.10 盐酸溶液

盐酸(1+1); 盐酸(1+2); 盐酸(1+3); 盐酸(1+11)。

5.11 硝酸溶液

硝酸(1+1); 硝酸(1+6); 硝酸(1+9); 硝酸(1+49)。

5.12 硫酸溶液

硫酸(1+1); 硫酸(1+9)。

5.13 氨水溶液

氨水(1+1)。

5.14 乙酸溶液

乙酸(1+1)。

5.15 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。

5.16 氢氧化钠溶液(150 g/L)

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

5.17 无水碳酸钠(Na₂CO₃)

将无水碳酸钠用玛瑙研钵研细至粉末状保存。

5.18 硝酸银溶液(5 g/L)

将0.5g 硝酸银(AgNO₃) 溶于水中, 加1mL 硝酸(HNO₃), 加水稀释至100 mL, 贮存于棕色瓶中。

5.19 钼酸铵溶液(50 g/L)

将 5 g 钼酸铵[(NH₄)₆Mo₇O₂₄·4H₂O] 溶于热水中, 冷却后加水稀释至100 mL, 贮存于塑料瓶中, 必要时过滤后使用。此溶液可保存约一周。

5.20 抗坏血酸溶液(10 g/L)

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

5.21 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,必要时过滤后使用。用时现配。

5.22 焦硫酸钾($K_2 S_2 O_7$)

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,压碎,贮存于磨口瓶中。

5.23 氯化钡溶液(100 g/L)

将100 g 氯化钡($BaCl_2 \cdot 2H_2 O$) 溶于水中,加水稀释至1 L,必要时过滤后使用。

5.24 氯化锶溶液(锶50 g/L)

将152 g 氯化锶($SrCl_2 \cdot 6H_2O$) 溶解于水中,加水稀释至1 L,必要时过滤后使用。

5.25 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,保存在密的容器中。每配制一批艾士卡试剂,应进行空白试验。

5.26 二安替比林甲烷溶液(30 g/L 盐酸溶

将15 二替比林甲溶于热的据酸 1 0)中 要用过油后使用。

5.27 邻菲罗啉溶液(10 g/

将1 日邻罗啉($C_{12}H_{8}N_2O$) 溶i mL乙酸((+1)中用时现配。

5.28 乙酸铵溶液(100 g/L)

将10 g 乙酸铵($CH_3 COOI$) 溶于1 00-me

5.29 碳酸钾-硼砂混合溶剂

将1份质量的无水碳酸钾($K_2 CO_3$) 与1份质量的无水硼砂($Na_2 B_4O_7$) 用玛瑙研钵混匀研细,贮存于磨口瓶中。

5.30 碳酸铵溶液(100 g/L)

将 1 0 g 碳酸铵 $[(NH_4)_2 CO]$ 溶解于100mL 水 中,用时现配

5.31 pH 4.3 缓冲溶液

将42.3 g 无水乙酸钠($CH_3 COONa$) 溶于水中,加80 mL 冰乙酸($CH_3 COOH$),加水稀释至1 L,摇匀。

5.32 pH5.5 缓冲溶液

将172 g 无水乙酸钠($CH_3 COONa$) 溶于水中,加20 mL 冰乙酸($CH_3 COOH$),加水稀释至1 L,摇匀。

5.33 pH 6.0 总离子强度配位缓冲溶液

将294.1g 柠檬酸钠($C_6 H_5 Na_3 O_7 \cdot 2H_2 O$)
pH 至6.0,然后加水稀释至1 L。

溶于水，用盐酸(1+1)和氢氧化钠(5.16)
调整溶液

5.34 pH10 的缓冲溶液

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

5.35 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。

5.36 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, 加水稀释至1 L, 贮存于塑料瓶中。

5.37 氯化钾溶液(50 g/L)

将50 g 氯化钾(KCl) 溶于水, 加水稀释至1 L。

5.38 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($\text{CH}_3\text{CH}_2\text{OH}$), 混匀。

5.39 三乙醇胺[$\text{N}(\text{CH}_2\text{CH}_2\text{OH})_3$] 溶液

三乙醇胺(1+2)。

5.40 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, 加水稀释至1 L。

5.41 二氧化硅(SiO_2) 标准溶液

5.41.1 标准溶液的配制

称取0.2000 g 经 $1000^\circ\text{C}\sim 1100^\circ\text{C}$ 灼烧过1h 的二氧化硅(SiO_2 , 光谱纯), 精确至0.0001 g, 置于 铂坩埚中, 加入2 g 无水碳酸钠(见5.17), 搅拌均匀, 在 $1000^\circ\text{C}\sim 1100^\circ\text{C}$ 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50.00 mL 上述标准溶液于500 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。

5.41.2 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; 2.00 mL; 4.00 mL; 5.00 mL; 6.00 mL; 8.00 mL; 10.00mL 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+10)、8 mL 95 % (体积分数)乙醇、6 mL 钼酸铵溶液(见5.19)。放置30 min, 加入20 mL 盐酸(1+1)、5 mL 抗坏血酸(见5.21), 用水稀释至标线, 摇匀。放置1 h 后, 使用分光光度计(见6.10), 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。

5.42 三氧化二铁(Fe_2O_3) 标准溶液

5.42.1 三氧化二铁标准溶液的配制

称取0.1000g 已于 $(950\pm 25)^\circ\text{C}$ 灼烧过60 min 的三氧化二铁(Fe_2O_3 , 光谱纯), 精确至0.0001g, 置于 300mL 烧杯中, 依次加入50 mL 水、30 mL 盐酸(1+1)、2 mL 硝酸, 低温加热至微沸, 待溶解完全后, 冷却

至室温后，移入1000 mL 容量瓶中，用水稀释至标线，摇匀。此标准溶液每毫升含0.1 mg 三氧化二铁。

5.42.2 工作曲线的绘制

吸取每毫升含0.1mg 三氧化二铁标准溶液0 mL;1.00 mL;2.00 mL;3.00 mL;4.00 mL;5.00 mL;6.00mL 分别放入100 mL 容量瓶中，加水稀释至约50 mL，加入 5 mL 抗坏血酸溶液(见5.20)，放置5min 后，加入5 mL 邻菲罗啉溶液(见5.27)、10 mL 乙酸铵溶液(见5.28)，用水稀释至标线，摇匀。放置30 min 后，用分光光度计(见6.10)，10 mm 比色皿，以水作参比，于波长510 nm 处测定溶液的吸光度。用测得的吸光度作为相对应的三氧化二铁含量的函数，绘制工作曲线。

5.43 二氧化钛(TiO₂) 标准溶液

5.43.1 标准溶液的配制

称取0.1000g 经(950±25)℃灼烧过10 min 以上的二氧化钛(TiO₂， 光谱纯)，精确至0.0001g，置于铂坩埚中，加入5 g~6g 焦硫酸钾(见5.22)，在700℃~750℃下熔融15 min。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。

5.43.2 工作曲线的绘制

吸取二氧化钛标准溶液0 mL;1.00mL;2.00 mL;3.00 mL;4.00 mL;5.00 mL;6.00 mL分别放入100mL 容量瓶中，依次加入10 mL 盐酸(1+2)、10 mL 抗坏血酸(见5.20)、5 mL95% (体积分数)乙醇、20 mL 二安替比林甲烷溶液(见5.26)用水稀释至标线，摇匀。放置40 min 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应的二氧化钛含量的函数，绘制工作曲线。

5.44 氧化镁(MgO) 标准溶液

5.44.1 氧化镁标准溶液的配制

称取1.0000g 已于(950±25)℃灼烧过1h 的氧化镁(MgO， 基准试剂或光谱纯)，精确至0.0001 g，置于250 mL 烧杯中，加入50 mL 水，再缓缓加入20 mL 盐酸(1+1)，低温加热至完全溶解，冷却至室温后，移入1000 mL 容量瓶中，用水稀释至标线，摇匀。此标准溶液每毫升含1 mg 氧化镁。

吸取25.00 mL 上述标准溶液放入500 mL 容量瓶中，用水稀释至标线，摇匀。此标准溶液每毫升含0.05 mg 氧化镁。

5.44.2 工作曲线的绘制

吸取每毫升含0.05 mg 氧化镁的标准溶液0 mL;2.00 mL;4.00 mL;6.00 mL;8.00 mL;10.00 mL;12.00mL 分别放入500 mL 容量瓶中，加入30 mL 盐酸和15 mL 氯化锶溶液(见5.24)，用水稀释至标线，摇匀。将原子吸收分光光度计(见6.12)调节至最佳工作状态，在空气-乙炔火焰中，用镁元素空心阴极灯，于波长285.2 nm 处，以水校零测定溶液的吸光度。用测得的吸光度作为相对应的氧化镁浓度的函数，绘制工作曲线。

5.45 氧化钾(K₂O)、 氧化钠(Na₂O) 标准溶液

5.45.1 氧化钾、氧化钠标准溶液的配制

称取1.5829 g 已于105℃~110℃烘过2 h 的氯化钾(KCl， 基准试剂或光谱纯)及1.8859g 已于105℃~110℃烘过2 h 的氯化钠(NaCl， 基准试剂或光谱纯)，精确至0.0001 g，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。此标准溶液每毫升含1 mg 氧

化钾及1 mg 氧化钠。

5.45.2 工作曲线的绘制

吸取每毫升含1 mg 氧化钾及1 mg 氧化钠的标准溶液0 mL;2.50 mL;5.00 mL;10.00 mL;15.00 mL;20.00 mL分别放入500mL 容量瓶中,用水稀释至标线,摇匀,贮存于塑料瓶中。将火焰光度计(见6.11)调节至最佳工作状态,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浓度的函数,绘制工作曲线。

5.46 氟离子(F-) 标准溶液

5.46.1 氟离子标准溶液的配制

称取0.2763 g 已于105℃~110℃烘过2 h 的氟化钠(NaF, 优级纯),精确至0.0001 g,置于塑料烧杯中,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。此标准溶液每毫升含0.25 mg 氟离子。

吸取每毫升含0.25 mg 氟离子的标准溶液2.00 mL;10.00 mL;20.00 mL;40.00 mL;60.00 mL分别放入500 mL 容量瓶中,用水稀释至标线,摇匀,贮存于塑料瓶中。此系列标准溶液分别每毫升含0.001 mg;0.005 mg;0.010 mg;0.020 mg;0.030 mg氟离子。

5.46.2 工作曲线的绘制

吸取每毫升含0.001mg;0.005mg;0.010 mg;0.020mg;0.030 mg氟离子标准溶液各10.00 mL,分别放入50mL 干的烧杯中,分别准确加入10.00mLPH6.0 的总离子强度配位缓冲液(见5.33),放入一根磁力搅拌棒。把烧杯放在磁力搅拌器(见6.9)上,用离子计或酸度计(见6.14)测量溶液的平衡电位,在溶液中插入氟离子选择电极和饱和氯化钾甘汞电极,搅拌2 min,待数值稳定后读取电位值。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

5.47 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, 基准试剂),精确至0.0001g,置于400mL 烧杯中,加入约100 mL 水,盖上表面皿,沿杯口慢慢加入6 mL 盐酸(1+1),搅拌至碳酸钙全部溶解,加热煮沸并微沸1 min~2 min。冷却至室温后,移入250 mL 容量瓶中,用水稀释至标线,摇匀。

5.48 EDTA 标准滴定溶液[c(EDTA)=0.015 mol/L]

5.48.1 EDTA 标准滴定溶液的配制

称取5.6 g EDTA(乙二胺四乙酸二钠, C₁₀HuN₂O₈Na₂·2H₂O) 置于烧杯中,加入约200 mL 水,加热溶解,过滤,加水稀释至1 L,摇匀。

5.48.2 EDTA 标准滴定溶液浓度的标定

吸取25.00 mL 碳酸钙标准溶液(见5.47)放入300 mL 烧杯中,加水稀释至约200 mL 水,加入少许的 CMP 混合指示剂(见5.52),在搅拌下加入氢氧化钾溶液(见5.15)至出现绿色荧光后再过量2 mL~3 mL,用 EDTA 标准滴定溶液滴定至绿色荧光消失并呈现红色(V₁)。

EDTA 标准滴定溶液的浓度按式(1)计算:

$$c(\text{EDTA}) = \frac{m_1 \times 1\,000}{(V_1 - V_{01}) \times 10 \times 100.09} = \frac{m_1}{(V_1 - V_{01}) \times 1.000\,9} \dots\dots\dots (1)$$

式中:

c(EDTA) ____EDTA 标准滴定溶液的浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

m_1 — 按5.47 配制碳酸钙标准溶液的碳酸钙的质量，单位为克(g);

- V ____滴定时消耗 EDTA 标准滴定溶液的体积，单位为毫升(mL)；
V_o ____空白试验滴定时消耗 EDTA 标准滴定溶液的体积，单位为毫升(mL)；
10 ——全部碳酸钙标准溶液与所分取溶液的体积比；
100.09 ——CaCO₃ 的摩尔质量，单位为克每摩尔(g/mol)。

5.48.3 EDTA 标准滴定溶液对各氧化物的滴定度的计算

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：

$$T_{\text{FeO}_3} = c(\text{EDTA}) \times 79.84 \dots\dots\dots (2)$$
$$T_{\text{Al}_2\text{O}_3} = c(\text{EDTA}) \times 50.98 \dots\dots\dots (3)$$
$$T_{\text{TiO}_2} = c(\text{EDTA}) \times 79.90 \dots\dots\dots (4)$$
$$T_{\text{CaO}} = c(\text{EDTA}) \times 56.08 \dots\dots\dots (5)$$
$$T_{\text{MgO}} = c(\text{EDTA}) \times 40.31 \dots\dots\dots (6)$$

式中：

- T_{Fe₂O₃} ——EDTA 标准滴定溶液对三氧化二铁的滴定度，单位为毫克每毫升(mg/mL)；
T_{Al₂O₃} ——EDTA 标准滴定溶液对三氧化二铝的滴定度，单位为毫克每毫升(mg/mL)；
T_{TiO₂} ____EDTA 标准滴定溶液对二氧化钛的滴定度，单位为毫克每毫升(mg/mL)；
T_{CaO} ——EDTA 标准滴定溶液对氧化钙的滴定度，单位为毫克每毫升(mg/mL)；
T_{MgO} ——EDTA 标准滴定溶液对氧化镁的滴定度，单位为毫克每毫升(mg/mL)；
c(EDTA) ____EDTA 标准滴定溶液的浓度，单位为摩尔每升(mol/L)；
79.84 ——(1/2 Fe₂O₃)的摩尔质量，单位为克每摩尔(g/mol)；
50.98 ——(1/2 Al₂O₃)的摩尔质量，单位为克每摩尔(g/mol)；
79.90 ——TiO₂ 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)。

5.49 硝酸铋标准滴定溶液 {c[Bi(NO₃)₃]=0.015 mol/L}

5.49.1 标准滴定溶液的配制

量取150 mL~200 mL 水，放入300 mL 烧杯中，加入20 mL 硝酸，搅匀。加入7.3 g 硝酸铋[Bi(NO₃)₃·5H₂O] 搅拌溶解，加水稀释至1 L, 摇匀。

5.49.2 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5 mL~6 mL EDTA标准滴定溶液(见5.48)于300 mL 烧杯中，加水稀释至150 mL, 以硝酸(1+1)调节 pH1.0~1.5 (用精密试纸检验), 加入2滴半二甲酚橙指示剂溶液(见5.56), 用10 mL 滴定管以硝酸铋标准滴定溶液滴定至红色。

5.49.3 EDTA 标准滴定溶液与硝酸铋标准滴定溶液体积比

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：

- K₁ ____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；
V₂——EDTA 标准滴定溶液的体积，单位为毫升(mL)；
V₃ —— 滴定时消耗硝酸铋标准滴定溶液的体积，单位为毫升(mL)。

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

5.50.1 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。

5.50.2 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5.48)于400 mL 烧杯中, 加水稀释至约200 mL, 加15 mL pH5.5 缓冲溶液(见5.32), 加3滴~4滴半二甲酚橙指示剂溶液(见5.56), 以硫酸锌标准滴定溶液滴定至橙红色。

5.50.3 EDTA 标准滴定溶液与硫酸锌标准滴定溶液滴积比

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:

$$K_2 = \frac{V_1}{V_5} \dots\dots\dots (8)$$

式中:

K_2 ——每毫升硫酸锌标准滴定溶液相当于 EDTA 标准滴定溶液的毫升数;

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)。

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

5.51.1 氢氧化钠标准滴定溶液的配制

称取6.0 g 氢氧化钠(NaOH) 溶于水后, 加水稀释至1 L, 充分摇匀, 贮存于塑料瓶中, 宜采用装有钠石灰干燥管的胶塞。

5.51.2 氢氧化钠标准滴定溶液浓度的标定

称取0.8 g(m_2) 已于105℃~110℃烘过2h 的苯二甲酸氢钾($\text{C}_8\text{H}_5\text{KO}_4$, 基准试剂), 精确至0.0001g, 置于300 mL 烧杯中, 加入约200 mL 预先新煮沸过并冷却后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滴~7滴酚酞指示剂溶液(见5.54), 用氢氧化钠标准滴定溶液滴定至微红色(V_6)。

氢氧化钠标准滴定溶液的浓度按式(9)计算:

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

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)。

5.51.3 氢氧化钠标准滴定溶液对二氧化硅的滴定度的计算

氢氧化钠标准滴定溶液对二氧化硅的滴定度按式(10)计算:

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

式中:

T_{SiO_2} ——氢氧化钠标准滴定溶液对二氧化硅的滴定度, 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 ——(1/4SiO₂) 的摩尔质量，单位为克每摩尔(g/mol)。

5.52 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)

将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。

5.53 酸性铬蓝 K-萘酚绿 B 混合指示剂(简称 KB 混合指示剂)

将1.000 g 酸性铬蓝K、2.500g 萘酚绿B 与 50g 已在105℃~110℃烘干过的硝酸钾(KNO₃)，混合研细，保存在磨口瓶中。

滴定终点颜色不正确时，可调节酸性铬蓝K 与 萘 酚 绿B 的配制比例，并通过国家标准样品/标准物质进行对比确认。

5.54 酚酞指示剂溶液(10g/L)

将 1 g 酚酞溶于100 mL95% (体积分数)乙醇中。

5.55 磺基水杨酸钠指汞剂溶液(10 g/L)

将 10 g 磺基水杨酸钠(C₂ H₄ O₄ SNa·2H₂ O) 溶于水中，加水稀释至100 mL

5.56 半二甲酚橙指示剂溶液(5 g /L)

将0.25g 半 二甲酚橙溶工 50mL 中。

5.57 甲基红指示剂溶液(2gA)

将 0.2 g 甲基红溶于400 mL95 % (体积分数)乙醇中

6 仪器与设备

6.1 天平

量程不小于 200 %，分度值不大于0.0001 g。

6.2 天平

分度值不大于0.1 g。

6.3 铂、镍、瓷坩埚

带盖。铂坩埚容量25 mL~30mb; 镍坩埚容量50 mL; 瓷坩埚容量18 mL~25 mL、50 mL。

6.4 铂皿

容量50 mL~100 mL。

6.5 瓷蒸发皿

容量150 mL~200 mL。

6.6 高温炉

可控制温度650℃~700℃、800℃~850℃、925℃~1100℃，定期进行计量。

6.7 滤纸

快速、中速、慢速三种型号的定量滤纸。

6.8 玻璃量器

滴定管、容量瓶、移液管。

6.9 磁力搅拌器

具有调速和加热功能，带有包着惰性材料的搅拌棒，例如聚四氟乙烯材料。

6.10 分光光度计

可在波长400 nm~800 nm 范围内测定溶液的吸光度，带有10 mm 比色皿。

6.11 火焰光度计

可稳定地测定钾在波长268 nm处和钠在波长589 nm 处的谱线强度。

6.12 原子吸收分光光度计

带有镁元素空心 阴极灯。

6.13 氯离子自动 电位 滴定仪

精度≤ 2nV ，可连接氯离子选择电极和饱和氯化钾计汞电做

6.14 离子计 或酸度计

精确至 mV 可连接氟离子选择电极和饱和氯化钾管 求电极。

6.15 离子色谱仪

离子色谱仪主 要包括：电导检测器、色谱柱 抑制器。
淋洗液：碳酸盐淋洗液体系或氢氧化钠体系，淋洗液浓度和流速根据仪器性能可自行设建。
一次性注射 器：容 量1.0 mL2.5mL
溶剂过滤 器：0.45 μm 水性滤膜。
针头过滤器0 .22 μm 水性滤膜。

6.16 电感耦合等离子体发射光谱仪

能够检测不同元素的 原子激发或电离时发射出的特征光谱。

6.17 X 射线荧光光谱仪

应根据试样的种类、仪器的类型、被测元素及其含量等，设定适当的测量条件以达到性能指标的要求。

7 试样的制备

按 GB/T12573 方法进行取样，采用四分法缩分至约100g, 经150 μm 方孔筛筛析，除去杂物，必要时用磁铁吸去筛余物中的金属铁，将筛余物经过研磨后使其全部通过150 μm 方孔筛，充分混匀后装入干净、干燥的试样瓶中，密封保存。

尽可能快速地进行试样的制备，以防止吸潮。分析水泥和水泥熟料试样前，不需要烘干试样。

8 烧失量的测定——灼烧差减法

8.1 原理

试样在(950±25)℃的高温炉中灼烧，灼烧所失去的质量即为烧失量。

8.2 分析步骤

称取 1 g 试样(m_3), 精确至0.0001 g, 置于已灼烧恒量的瓷坩埚中, 盖上坩埚盖(留有缝隙), 放在高温炉(见6.6)内从低温开始升高温度, 在 $(950 \pm 25)^\circ\text{C}$ 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(m_4)。

8.3 结果的计算与表示

烧失量的质量分数 w_{lor} 按式(11)计算:

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

式中:

- w_{lor} ——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)

9 二氧化硅的测定——硅钼蓝分光光度法(基准法)

9.1 原理

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。

9.2 分析步骤

称取0.5 g 试样(m_s), 精确至0.0001 g, 置于铂坩埚中, 加3 g 碳酸钾-硼砂混合熔剂(见5.29), 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 $950^\circ\text{C} \sim 1000^\circ\text{C}$ 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。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。此溶液供测定二氧化硅(第9章)、三氧化二铁(第10章、第21章)、二氧化钛(第11章、第22章)、三氧化二铝(第12章、第23章)、氧化钙(第13章)、氧化镁(第14章、第15章)用。

从溶液中吸取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 mL95% (体积分数)乙醇、6 mL 钼酸铵溶液(见5.19), 试验温度及放置不同时间见表1。

表 1 温度与放置时间表

温度 ℃	放置时间 min
10~20	30
21~30	10~20
31~35	5~20

加20 mL 盐酸(1+1)、5 mL 抗坏血酸溶液(见5.21), 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(见5.41.2)上查得二氧化硅的含量(m_s)。

9.3 结果的计算与表示

二氧化硅质量分数 w_{so} 按式(12)计算:

$$w_{\text{so}_2} = \frac{m_s \times 250}{m_s \times 1\,000} \times 100 \dots\dots\dots (12)$$

式中:

w_{SiO_2} —— 二氧化硅质量分数, %;

m_e —— 扣除空白试验值后100 mL 测定溶液中二氧化硅的含量, 单位为毫克(mg);

m_s —— 试料的质量, 单位为克(g);

250 —— 全部试样溶液与所分取试样溶液的体积比。

10 三氧化二铁的测定——邻菲罗啉分光光度法(基准法)

10.1 原理

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。

10.2 分析步骤

从9.2溶液中吸取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(见5.20), 放置5 min, 然后再加入5 mL 邻菲罗啉溶液(见5.27)、10 mL 乙酸铵溶液(见5.28)。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(见5.42.2)上查出三氧化二铁的含量(m_7)。

10.3 结果表示

三氧化二铁的质量分数 w_{FeO} 按式(13)计算:

$$w_{\text{Fe}_2\text{O}_3} = \frac{m_7 \times 50}{m_s \times 1\,000} \times 100 \quad \dots\dots\dots (13)$$

式中:

w_{FeO_3} —— 三氧化二铁的质量分数, %;

m —— 扣除空白试验值后100 mL 测定溶液中三氧化二铁的含量, 单位为毫克(mg);

m_s —— 试料的质量, 单位为克(g);

50 —— 全部试样溶液与所分取试样溶液的体积比。

11 二氧化钛的测定——二安替比林甲烷分光光度法(基准法)

11.1 原理

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。

11.2 分析步骤

从9.2溶液中吸取10.00 mL 试样溶液放入100 mL 容量瓶中, 加入5mL 盐酸(1+1)、10 mL 抗坏血酸溶液(见5.20), 放置5 min, 再加入20 mL 二安替比林甲烷溶液(见5.26)。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(见5.43.2)上查出二氧化钛的含量(mg)。

11.3 结果表示

二氧化钛的质量分数 w_{TiO_2} 按式(14)计算:

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

式中:

w_{TiO_2} —— 二氧化钛的质量分数, %;

- mg —— 扣除空白试验值后100 mL 测定溶液中二氧化钛的含量，单位为毫克(mg);
- ms —— 试料的质量，单位为克(g)；
- 25 —— 全部试样溶液与所分取试样溶液的体积比。

12 三氧化二铝的测定——硫酸锌返滴定铁铝钛含量(基准法)

12.1 原理

加入对铁铝钛过量的 EDTA 标准滴定溶液，控制溶液 pH 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。

12.2 分析步骤

从9.2溶液中吸取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(见5.48)至过量10 mL~15 mL(V_7 ,对铁、铝、钛含量而言),加水稀释至150 mL~200 mL,将溶液加热至 70℃~80℃,用pH4.3 缓冲溶液(见5.31)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滴~3滴半二甲酚橙指示剂溶液(见5.56)，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 pH 5.5 缓冲溶液(见 5.32),向溶液中继续补加5滴~6滴半二甲酚橙指示剂溶液(见5.56),以硫酸锌标准滴定溶液(见5.50)滴定至稳定的红色(V_g)。

12.3 结果的计算与表示

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

$$w_{\text{Al}_2\text{O}_3} = \frac{T_{\text{Al}_2\text{O}_3} \times (V_7 - K_2 \times V_8) \times 10}{m_s \times 1\,000} \times 100 - (w_{\text{Fe}_2\text{O}_3} + w_{\text{TiO}_2}) \times 0.638 \dots\dots\dots (15)$$

式中：

- $w_{\text{Al}_2\text{O}_3}$ —— 三氧化二铝的质量分数，%；
- T_{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_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 标准滴定溶液的毫升数；
- 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；
- ms —— 试料的质量，单位为克(g)；
- $w_{\text{Fe}_2\text{O}_3}$ ；——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。

13 氧化钙的测定 ——EDTA 滴定法(基准法)

13.1 原理

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 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。

13.2 分析步骤

从9.2溶液中吸取25.00 mL 溶液放入400 mL 烧杯中，加入5 mL 盐酸(1+1)及15 mL 氟化钾溶

液(见5.36),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(见5.52),在搅拌下加入氢氧化钾溶液(见5.15)至出现绿色荧光后再过量7 mL~8 mL,此时溶液在pH13以上,用EDTA标准滴定溶液(见5.48)滴定至绿色荧光消失并呈现红色(V_9)。

13.3 结果表示

氧化钙的质量分数 w_{cao} 按式(16)计算

$$w_{\text{cao}} = \frac{T_{\text{cao}} \times (V_9 - V_{90}) \times 10}{m_s \times 1\,000} \times 100 \quad \dots\dots\dots (16)$$

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毫克数,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);

V_{90} ——空白试验滴定时消耗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_s ——试料的质量,单位为克(g)。

14 氧化镁的测定——EDTA 滴定差减法(代用法)

14.1 原理

在pH10的溶液中,以三乙醇胺、酒石酸钾钠为掩蔽剂,用KB混合指示剂,以EDTA标准滴定溶液滴定。

14.2 分析步骤

从9.2溶液中吸取25.00 mL溶液放入400 mL烧杯中,加入15 mL氟化钾溶液(见5.36),用水稀释至约200 mL,加入2 mL酒石酸钾钠溶液(见5.40)、10 mL三乙醇胺溶液(1+2),以氨水(1+1)调节溶液pH为9~10(用精密pH试纸检测),然后加入25 mL pH10缓冲溶液(见5.34)及少许KB混合指示剂(见5.53),用EDTA标准滴定溶液(见5.48)滴定,近终点时应缓慢滴定至纯蓝色(V_{10})。

14.3 结果的计算与表示

氧化镁的质量分数 w_{mgo} 按式(17)计算:

$$w_{\text{mgo}} = \frac{T_{\text{mgo}} \times [(V_{10} - V_{100}) - (V_9 - V_{90})] \times 10}{m_s \times 1\,000} \times 100 \quad \dots\dots\dots (17)$$

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毫克数,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_{100} ——滴定钙、镁总量时空白试验消耗EDTA标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

V_9 ——按13.2测定氧化钙时消耗EDTA标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL)

V_{90} ——按13.2测定氧化钙时空白试验消耗EDTA标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

m_s ——试料的质量,单位为克(g);

10——全部试样溶液与所分取试样溶液的体积比。

15 氧化镁的测定——原子吸收分光光度法(基准法)

15.1 原理

用锶盐消除硅、铝、钛等的干扰，在空气-乙炔火焰中，于波长285.2 nm处测定溶液的吸光度。

15.2 分析步骤

从9.2溶液中吸取5.00 mL溶液放入100 mL容量瓶中(试样溶液的分取量及容量瓶的容积视氧化镁的含量而定)，加入12 mL盐酸(1+1)及3 mL氯化锶溶液(见5.24)(测定溶液中盐酸的体积分数为6%，锶的浓度为1 mg/mL)。用水稀释至刻度，摇匀。用原子吸收分光光度计(见6.12)，在空气-乙炔火焰中，用镁元素空心阴极灯，于波长285.2 nm处，在与5.44.2相同的仪器条件下测定溶液的吸光度，在工作曲线(见5.44.2)上求出氧化镁的浓度(c_1)。

15.3 结果的计算与表示

氧化镁的质量分数 w_{MgO} 按式(18)计算：

$$w_{MgO} = \frac{c_1 \times 100 \times 50}{m_s \times 10^5} \times 100 = \frac{c_1 \times 0.5}{m_s} \dots\dots\dots (18)$$

式中：

- w_{MgO} ——氧化镁的质量分数，%；
- c_1 ——扣除空白试验值后测定溶液中氧化镁的浓度，单位为微克每毫升($\mu g/mL$)；
- m_s ——试料的质量，单位为克(g)；
- 100——测定溶液的体积，单位为毫升(mL)；
- 50——全部试样溶液与所分取试样溶液的体积比。

16 不溶物的测定——盐酸处理法

16.1 原理

试样以盐酸处理，过滤后，残渣在高温下灼烧，称量。

16.2 分析步骤

称取1 g试样(mg)，精确至0.0001 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，并在持续的搅拌下煮沸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℃~1000℃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(mio)。

16.3 结果的计算与表示

不溶物的质量分数 w_R 按式(19)计算：

$$w_R = \frac{m_{10} - m_{010}}{m_s} \times 100 \dots\dots\dots (19)$$

式中：

- w_R ——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_{010} ——空白试验灼烧后不溶物的质量，单位为克(g)；
- m_s ——试料的质量，单位为克(g)。

17 铝酸盐水泥全硫的测定——艾士卡法(基准法)

17.1 原理

将试样与艾士卡试剂混合灼烧，试样中硫生成硫酸盐，然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。

17.2 分析步骤

称取5 g 试样(m_1)，精确至0.0001g，置于50 mL 瓷坩埚中，再将10 g 艾士卡试剂(见5.25)置于瓷坩埚中，并混合均匀。将坩埚盖斜置于坩埚上放入高温炉内，从室温逐渐加热到800℃~850℃，并在该温度下保持1 h~2 h。

将坩埚从高温炉中取出，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，并煮沸1min~2min，用慢速定量滤纸以倾泻法过滤，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。向滤液中滴入2滴~3滴甲基红指示剂溶液(见5.57)，滴加盐酸(1重D至溶液呈红色，然后加入10 mL盐酸(1+将溶液煮沸直至澄清，在微沸状态下滴加10AL热的氯化钡溶液(见5.23)，在常温下静置12h~24h或温热处静置至少4 h。用慢速定量滤纸过滤，用热水洗，用胶头擦棒和一小片定量滤纸擦洗烧杯及玻璃棒，洗净至检验无氯离子为止(见4.6)。

将带沉淀的滤纸移入已恒量的镇理坩中，能在低温下灰化完全，然后在温度为800℃~950℃的高温炉内灼烧20 min~40 min,取出坩埚，在空院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(m_2)。

17.3 结果的计算与表示

全硫的质量分数 w_s 按式(20)计算

$$w_s = \frac{(m_2 - m_1) \times 0.1374}{m_1} \times 100 \quad \text{又 } T_{OC} = \dots\dots\dots (20)$$

- 式中：
- w_s —— 试样中全硫的质量分数，%；
 - m_2 —— 硫酸钡的质量，单位为克(g)；
 - m_1 —— 空白试验硫酸钡的质量，单位为克(g)；
 - m_1 —— 试料的质量，单位为克(g)；
 - 0.1374——硫酸钡对硫的换算系数。

18 氧化钾和氧化钠的测定——火焰光度法(基准法)

18.1 原理

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。

18.2 分析步骤

称取0.2 g 试样(m_3)，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滴~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(见5.57),用氨水(1+1)中和至黄色,加入10 mL 碳酸铵溶液(见5.30),搅拌,置于电热板上加热至沸并继续微沸20min~30min。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(见5.45.2)上分别查出氧化钾含量(m_{14})和氧化钠的含量(m_{15})。

18.3 结果的计算与表示

氧化钾的质量分数 w_{K_2O} 和氧化钠的质量分数 w_{Na_2O} 分别按式(21)和式(22)计算:

$$w_{K_2O} = \frac{m_{14}}{m_{13} \times 1\,000} \times 100 \quad \dots\dots\dots (21)$$

$$w_{Na_2O} = \frac{m_{15}}{m_{13} \times 1\,000} \times 100 \quad \dots\dots\dots (22)$$

式中:

w_{K_2O} —— 氧化钾质量分数, %;

w_{Na_2O} —— 氧化钠质量分数, %

m_{14} —— 扣除空白试验值后100mL 测定溶液中氧化钾的含量,单位为毫克(mg);

m_{15} —— 扣除空白试验值后100 mL 测定溶液中氧化钠的含量,单位为毫克(mg)

m_{13} —— 试料的质量,单位为克(g)。

19 氟离子的测定——离子选择电极法

分析方法按照GB/T176 进行。

20 二氧化硅的测定——氟硅酸钾容量法(代用法)

20.1 原理

试样用氢氧化钾溶剂在镍坩埚中熔融,熔块用硝酸溶解后,在有过量的氟离子、钾离子存在的强酸性溶液中,使硅酸形成氟硅酸钾沉淀,经过滤、洗涤及中和残余酸后,加入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进行滴定。

20.2 分析步骤

称取0.2 g试样(m_1),精确至0.0001g,置于镍坩埚中,加4 g~5 g氢氧化钾,盖上坩埚盖(留有缝隙),置于电炉上加热熔融20 min~30min,期间摇动1~2次。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300 mL 塑料杯中,用硝酸(1+20)及温水洗净坩埚和盖(此时溶液体积控制在50 mL 左右),然后加入20 mL 硝酸,冷却至30℃以下,加入10 mL 氟化钾溶液(见5.35),加入适量的固体氯化钾(KCl),仔细搅拌、压碎大颗粒氯化钾,使其完全饱和,并有约2 g 固体氯化钾析出,(此时搅拌,溶液应该比较浑浊,如氯化钾析出量不够,应再补充加入氯化钾,但氯化钾的析出量不宜过多),在10℃~26℃下放置15 min~20min,其间搅拌1次。用中速滤纸过滤,先过滤溶液,固体氯化钾和沉淀留在杯底,溶液滤完后用氯化钾溶液(见5.37)洗涤塑料杯及沉淀,洗涤过程中使固体氯化钾溶解,洗液总量不超过25 mL。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(见5.38)及1 mL 酚酞指示剂溶液(见5.54),将滤纸展开,用氢氧化钠标准滴定溶液(见5.51)中和未洗净的酸,仔细搅动、挤压滤纸并随之擦洗杯壁直至溶液呈红色(过滤、洗涤、中和残余酸的操作应迅速,以防止氟硅酸钾沉淀的水解)。向杯中加入约200 mL 沸水(煮沸后用氢氧化钠标准滴定溶液中和至酚酞呈微红色的沸水),用氢氧化钠标准滴定溶液(见5.51)滴定至微红色(V_n)。

20.3 结果的计算与表示

二氧化硅的质量分数 w_{SiO_2} 按式(23)计算:

$$w_{\text{SiO}_2} = \frac{T_{\text{SiO}_2} \times (V_{11} - V_{011})}{m_{16} \times 1\,000} \times 100 \quad \dots\dots\dots (23)$$

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);

V_{011} —— 滴定时空白试验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)。

21 三氧化二铁的测定——硝酸铋返滴法(代用法)

21.1 原理

溶液在常温酸度为 $\text{pH} 1 \sim 1.5$ 的条件下, 加入过量的EDTA 标准滴定溶液, 以光二甲酚橙为指示剂, 用硝酸铋标准滴定溶液返滴定过量的EDTA 标准滴定溶液

21.2 分析步骤

从9.2溶液中吸取25.00mL 溶液, 放入402 mL 烧杯中加水稀释至约 100 mL。以硝酸(1+1)与氨水(1+1)调节溶液 pH 为 $1.3 \sim 1.5$ (用精密试纸检测加入2滴磺基水杨酸钠指示剂溶液(见5.55), 在不断搅拌下用 EDTA 标准滴定溶液《见5.48》滴定至红色消失后再过量1 mL~2 mL (V_{12}), 搅拌并放置1 min。加入2滴半一里酚橙指示剂溶液(见5.56), 立即用 mL 滴定管以硝酸铋标准滴定溶液(见5.49)缓慢滴定至红色(

21.3 结果的计算与表示

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

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

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} —— 滴定时消耗硝酸铋标准滴定溶液的体积, 单位为毫升(mL);

K_1 —— 每毫升硝酸铋标准滴定溶液相当于 EDTA 标准滴定溶液的毫升数, 单位为毫升(mL);

m_s —— 试料的质量, 单位为克(g);

10 —— 全部试样溶液与所分取试样溶液的体积比。

22 二氧化钛的测定——硝酸铋返滴法(代用法)

22.1 原理

在滴定完铁的溶液后，加入少量过氧化氢，使 TiO^{2+} 生成 $\text{TiO}(\text{H}_2\text{O}_2)^{2+}$ 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。

22.2 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(见5.48),在20℃左右,加入3滴~5滴过氧化氢,立即在不断搅拌下用EDTA 标准滴定溶液(见5.48)滴定至呈现稳定的黄色后再过量1 mL~2 mL(V_{14}),放置3 min。加入1滴~2滴半二甲酚橙指示剂溶液(见5.56),用10 mL 滴定管以硝酸铋标准滴定溶液(见5.49)滴定至橙红色(V_{15})。

22.3 结果的计算与表示

二氧化钛的质量分数 w_{TiO_2} 按式(25)计算:

$$w_{\text{TiO}_2} = \frac{T_{\text{TiO}_2} \times (V_{14} - K_1 \times V_{15}) \times 10}{m_s \times 1\,000} \times 100 \quad \dots\dots\dots (25)$$

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毫克数,单位为毫克每毫升(mg/mL); V_{14} ——加入 EDTA 标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

V_{15} ——滴定时消耗硝酸铋标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

K_1 ——每毫升硝酸铋标准滴定溶液相当于 EDTA 标准滴定溶液的毫升数;

m_s ——试料的质量,单位为克(g);

10——全部试样溶液与所分取试样溶液的体积比。

23 三氧化二铝的测定——硫酸锌返滴法(代用法)

23.1 原理

铝离子与 EDTA 标准滴定溶液在 pH3.0~3.8 范围内可定量络合,加入过量的 EDTA 标准滴定溶液,于 pH3.0~3.8 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。

23.2 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(V_{16})。然后在常温下(不低于20℃)用 pH 4.3 缓冲溶液(见5.31)调节溶液 pH3.0~3.8 (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(pH5.5~6.0),加入10 mL pH5.5 缓冲溶液(见5.32),补加7滴~8滴半二甲酚橙指示剂溶液(见5.56),用硫酸锌标准滴定溶液(见5.50)滴定至稳定的橙红色(V_{17})。

23.3 结果的计算与表示

三氧化二铝的质量分数 $w_{\text{Al}_2\text{O}_3}$ 按式(26)计算:

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

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毫克数,单位为毫克每毫升(mg/mL); V_{16} ——加入 EDTA 标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

V_{17} ——滴定时消耗硫酸锌标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

K。 ——每毫升硫酸锌标准滴定溶液相当于 EDTA 标准滴定溶液的毫升数；

ms —— 试料的质量，单位为克(g);
10 —— 全部试样溶液与所分取试样溶液的体积比。

24 氯离子的测定____自动电位滴定法(基准法)

分析方法按照 GB/T 176 进行。

25 硫铝酸盐水泥硫酸盐三氧化硫的测定——硫酸钡称量法(基准法)

称取0.2 g 试样，精确至0.0001 g, 分析方法按照 GB/T176 进行。

26 铝酸盐水泥全硫的测定——库仑滴定法(代用法)

分析方法按照 GB/T 5762进行。

27 X 射线荧光分析方法(代用法)

分析方法按照 GB/T176 进行。

28 电感耦合等离子体发射光谱法测定三氧化二铁、氧化镁、二氧化钛、氧化钾、氧化钠、 一氧化锰(代用法)

分析方法按照 GB/T 176 进行。

29 允许差

本文件所列允许差均为绝对偏差，以百分数(%)表示。

同一试验室的允许差是指：同一分析试验室同一分析人员(或两名分析人员), 采用本文件所列方法分析同一试样时，两次分析结果应符合允许差(见表2)规定。如超出允许范围，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值符合允许差规定时，则取其平均值，否则，应查找原因，重新按上述规定进行分析。

不同试验室的允许差是指：两个试验室采用本文件所列方法对同一试样各自进行分析时，所得分析结果的平均值之差应符合允许差(见表2)规定。化学分析方法和X 射线荧光分析法测定结果的允许差见表2。

表 2 化学分析方法和 X 射线荧光分析法测定结果的允许差

成分	测定方法	同一实验室允许差/%	不同实验室允许差/%
LOI(烧失量)	灼烧差减法	0.15	0.25
SiO ₂ (二氧化硅)	硅钼蓝分光光度法(基准法) 氟硅酸钾容量法(代用法) X射线荧光分析方法(代用法)	0.20	0.30
Fe ₂ O ₃ (三氧化二铁)	邻菲罗啉分光光度法(基准法) 硝酸铋返滴定法(代用法) 电感耦合等离子体发射光谱法(代用法) X射线荧光分析方法(代用法)	0.15	0.25
Al ₂ O ₃ (三氧化二铝)	硫酸锌返滴定铁铝钛含量(基准法) 硫酸锌返滴定法(代用法) X射线荧光分析方法(代用法)	0.35	0.50

表 2 化学分析方法和X 射线荧光分析法测定结果的允许差(续)

成分	测定方法	同一实验室允许差/%	不同实验室允许差/%
TiO ₂ (二氧化钛)	二安替比林甲烷分光光度法(基准法) 硝酸铋返滴定法(代用法) 电感耦合等离子体发射光谱法(代用法) X射线荧光分析方法(代用法)	0.15	0.25
CaO(氧化钙)	EDTA滴定法(基准法) X射线荧光分析方法(代用法)	0.25	0.40
MgO(氧化镁)	原子吸收分光光度法(基准法) EDTA滴定差减法(代用法) 电感耦合等离子体发射光谱法(代用法) X射线荧光分析方法(代用法)	0.20	0.25
IR(不溶物)	盐酸处理法	0.10	0.25
全硫	艾士卡法(基准法) 库仑滴定法(代用法)	0.02	0.05
K ₂ O(氧化钾)	火焰光度法(基准法) 电感耦合等离子体发射光谱法(代用法) X射线荧光分析方法(代用法)	0.10	0.15
Na ₂ O(氧化钠)	火焰光度法(基准法) 电感耦合等离子体发射光谱法(代用法) X射线荧光分析方法(代用法)	0.05	0.10
F ⁻ (氟离子)	离子选择电极法	0.05	0.10
SO ₃ (硫酸盐三氧化硫)	硫酸钡称量法(基准法) X射线荧光分析方法(代用法)	0.15	0.20
Cl(氯离子)	自动电位滴定法(基准法) X射线荧光分析方法(代用法)	0.005	0.010
MnO(一氧化锰)	电感耦合等离子体发射光谱法(代用法) X射线荧光分析方法(代用法)	0.05	0.10

参 考 文 献

- [1] GSB 08—1533 铝酸盐水泥成分分析标准样品

www.bzxz.net

免费标准下载网