



中华人民共和国建材行业标准

JC/T 312-2000

20012935

明矾石膨胀水泥化学分析方法

Methods for chemical analysis of
alunite expansive cement

2000-06-26 发布

2000-10-01 实施

国家建筑材料工业局 发布

目 次

前言	1
1 范围	1
2 引用标准	1
3 试验的基本要求	2
4 试剂和材料	7
5 仪器与设备	8
6 试样的制备	8
7 烧失量的测定	8
8 系统分析试样溶液的制备	8
9 二氧化硅的测定	9
10 三氧化二铁的测定	9
11 三氧化二铝的测定	10
12 二氧化钛的测定	10
13 氧化钙的测定	11
14 氧化镁的测定	11
15 硫化物硫的测定	12
16 总硫量的测定	13
17 硫酸盐硫的测定	14
18 氧化钾和氧化钠的测定	15
19 氟的测定	

前 言

本标准 of JC/T 312-1982(1996)《明矾石膨胀水泥化学分析方法》的修定版。

本标准等效采用 ISO 680:1990(E)《水泥—试验方法—化学分析(Cement—Test method—Chemical analysis)》。

本标准与原 JC/T 312-1982 相比主要修改点有:

——三氧化二铝的测定与 ISO 680:1990(E)《水泥—试验方法—化学分析(Cement—Test method—Chemical analysis)》中规定的 EDTA 直接配位滴定法相同,代替铜盐回滴法。

——用二安替比邻甲烷比色法代替苦杏仁酸置换法测定二氧化钛。

——全硫量的测定取消了燃烧中和法,在保留氢氧化钾—镍坩埚熔样硫酸钡重量法的同时,增列了碘量法。并规定氢氧化钾—镍坩埚熔样硫酸钡重量法为标准法,碘量法为代用法;有争议时,以标准法为准。

——硫化物硫的测定参照 ISO 680:1990(E)《水泥—试验方法—化学分析(Cement—Test method—Chemical analysis)》有关内容进行修订,采用碘量法。

——增列了氟的测定方法。

本标准自实施之日起,同时代替 JC/T 312-1982(1996)《明矾石膨胀水泥化学分析方法》。

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材研究所。

本标准起草人:刘文长 汤菊萍 张 静 罗邦茜 崔 健

本标准首次发布于 1982 年。

本标准委托中国建筑材料科学研究院水泥科学与新型建材研究所负责解释。

中华人民共和国建材行业标准

明矾石膨胀水泥化学分析方法

JC/T 312-2000

Methods for chemical analysis of
alunite expansive cement

代替 JC/T 312-1982(1996)

1 范围

本标准规定了明矾石膨胀水泥的化学分析方法。

本标准适用于明矾石膨胀水泥的化学分析。

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为本标准的条文。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 12573-1990 水泥取样方法

3 试验的基本要求

3.1 试验次数与要求

每项测定的试验次数规定为两次,用两次试验平均值表示测定结果。

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

3.2 质量、体积、体积比、滴定度结果的表示

质量单位用“克(g)”表示,精确至 0.0001g;滴定管体积单位用“毫升(mL)”表示,精确至 0.05mL;滴定度单位用“毫克/毫升(mg/mL)”表示;滴定度和体积比经修约后保留有效数字四位。各项分析结果均以百分数计,表示至小数二位。

3.3 允许差

本标准所列允许差均为绝对偏差,用百分数表示。同一实验室的允许差是指:同一分析实验室同一分析人员(或两个分析人员),采用本标准方法分析同一试样时,两次分析结果应符合允许差规定。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),则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。

不同实验室的允许差是指:两个实验室采用本标准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规定。

3.4 灼烧

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

3.5 恒量

经第一次灼烧、冷却、称量后,通过连续对每次 15min 的灼烧。然后用冷却、称量的方法来检查恒定的质量,当连续两次称量之差小于 0.0005g 时,即达到恒量。

3.6 检查 Cl^- 离子(硝酸银检验)

按规定洗涤沉淀数次后,用数滴水洗漏斗的下端,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 4.8),观察试管中溶液是否浑浊。如果浑浊,继续洗涤并定期检查,直至用硝酸银检验不再浑浊为止。

4 试剂和材料

分析过程中,只应使用蒸馏水或同等纯度的水;所有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)”。本标准使用的市售浓液体试剂应具有下列密度 ρ (20℃,单位 g/cm³)或浓度%(m/m):

——盐酸(HCl)	1.18g/cm ³ ~1.19g/cm ³ 或 36%~38%
——氢氟酸(HF)	1.13g/cm ³ 或 40%
——硝酸(HNO ₃)	1.39g/cm ³ ~1.41g/cm ³ 或 65%~68%
——硫酸(H ₂ SO ₄)	1.84g/cm ³ 或 95%~98%
——冰醋酸(CH ₃ COOH)	1.049g/cm ³ 或 99.8%
——磷酸(H ₃ PO ₄)	1.68g/cm ³ 或 85%
——氨水(NH ₃ ·H ₂ O)	0.90g/cm ³ ~0.91g/cm ³ 或 25%~28%

在化学分析中,所用酸或氨水,凡未注明浓度者均指市售的浓酸或氨水。用体积比表示试剂稀释程度,例如:盐酸(1+2)表示:1份体积的浓盐酸与2份体积的水相混合。

4.1 盐酸(1+1);(1+2);(1+11);(1+5)。

4.2 硫酸(1+2);(1+1);(1+9)。

4.3 磷酸(1+1)。

4.4 氨水(1+1);(1+2)。

4.5 氢氧化钠(NaOH)。

4.6 氢氧化钾(KOH)。

4.7 氢氧化钾溶液(200g/L):将200g氢氧化钾(见4.6)溶于水中,加水稀释至1L。贮存于塑料瓶中。

4.8 硝酸银溶液(5g/L):将5g硝酸银(AgNO₃)溶于水中,加10mL硝酸(HNO₃),用水稀释至1L。

4.9 抗坏血酸溶液(5g/L):将0.5g抗坏血酸(V.C)溶于100mL水中,过滤后使用。用时现配。

4.10 焦硫酸钾(K₂S₂O₇):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、研碎、贮存于磨口瓶中。

4.11 氯化钡溶液(100g/L):将100g二水氯化钡(BaCl₂·2H₂O)溶于水中,加水稀释至1L。

4.12 氯化亚锡(SnCl₂·2H₂O)

4.13 氯化亚锡-磷酸溶液:将1000mL磷酸放在烧杯中,在通风橱中于电热板上加热脱水,至溶液体积缩减至850mL~950mL时,停止加热。待溶液温度降至100℃以下时,加入100g氯化亚锡(见4.12)。继续加热至溶液透明,并无大气泡冒出时为止(此溶液的使用期一般以不超过2周为宜)。

4.14 氨性硫酸锌溶液(100g/L):将100g硫酸锌(ZnSO₄·7H₂O)溶于300mL水后加入700mL氨水,用水稀释至1L,静置24h,过滤后使用。

4.15 明胶溶液(5g/L):将0.5g明胶(动物胶)溶于100mL温度为70℃~80℃的水中,用时现配。

4.16 淀粉溶液(10g/L):将1g淀粉(水溶性)置于小烧杯中,加水调成糊状后,加入沸水稀释至100mL,再煮沸约1min,冷却后使用。

4.17 二安替比林甲烷溶液(30g/L盐酸溶液):将15g二安替比林甲烷(C₂₂H₂₄N₄O₂)溶于500mL盐酸(1+11)中,过滤后使用。

4.18 高碘酸钾(KIO₄)

4.19 碳酸铵溶液(100g/L):将10g碳酸铵[(NH₄)₂CO₃]溶于100mL水中。

4.20 EDTA-铜:按[c(EDTA)=0.015mol/L]EDTA标准滴定溶液(见4.42)与[c(CuSO₄)=

0.015mol/L] 硫酸铜标准滴定溶液(见 4.43)的体积比(见 4.43.2),准确配制等浓度的混合溶液。

4.21 pH3 的缓冲溶液:将 3.2g 无水乙酸钠(CH_3COONa)溶于水中,加 120mL 冰乙酸(CH_3COOH),用水稀释至 1L,摇匀。

4.22 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。

4.23 pH10 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,摇匀。

4.24 无水碳酸钠。

4.25 氢氧化钠溶液(15g/L):将 15g 氢氧化钠(NaOH)溶于水中,加水稀释至 1L,贮存于塑料瓶中。

4.26 pH6.0 的总离子强度配位缓冲液:将 294.1g 柠檬酸钠($\text{C}_6\text{H}_5\text{Na}_3\text{O}_7 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$)溶于水中,用盐酸(1+1)和氢氧化钠溶液(见 4.25)调整 pH 至 6.0,然后加水稀释至 1L。

4.27 三乙醇胺[$\text{N}(\text{CH}_2\text{CH}_2\text{OH})_3$]:(1+2)。

4.28 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。

4.29 盐酸羟胺($\text{NH}_2\text{OH} \cdot \text{HCl}$)。

4.30 氯化钾(KCl):颗粒粗大时,应研细后使用。

4.31 氟化钾溶液(150g/L):称取 150g 氟化钾($\text{KF} \cdot 2\text{H}_2\text{O}$)溶于水中,稀释至 1L,贮存于塑料瓶中。

4.32 氟化钾溶液(20g/L):称取 20g 氟化钾($\text{KF} \cdot 2\text{H}_2\text{O}$)溶于水中,稀释至 1L,贮存于塑料瓶中。

4.33 氯化钾溶液(50g/L):将 50g 氯化钾(KCl)溶于水中,用水稀释至 1L。

4.34 氯化钾-乙醇溶液(50g/L):将 5g 氯化钾(KCl)溶于 50mL 水中,加入 95%(V/V)乙醇($\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$)50mL,混匀。

4.35 二氧化钛(TiO_2)标准溶液

4.35.1 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 焦硫酸钾(见 4.10),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。

4.35.2 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 4.9)、95%(V/V)乙醇 5mL、20mL 二安替比林甲烷溶液(见 4.17),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。

4.36 氢氧化钾(KOH)

4.37 氧化钾(K_2O)、氧化钠(Na_2O)标准溶液

4.37.1 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。

4.37.2 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。

4.37.3 工作曲线的绘制—采用火焰光度法

吸取按4.37.1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4.37.2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。

4.38 碘酸钾标准滴定溶液 [$c(1/6\text{KIO}_3)=0.03\text{mol/L}$]:将5.4g碘酸钾(KIO_3)溶于200mL新煮沸过的冷水中,加入5g氢氧化钠(见4.5)及150g碘化钾(KI),溶解后移入棕色玻璃广口瓶中,再以新煮沸过的冷水稀释至5L,摇匀。

4.39 重铬酸钾基准溶液 [$c(1/6\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7)=0.03\text{mol/L}$]

称取1.4710g已于 $150^\circ\text{C}\sim 180^\circ\text{C}$ 烘过2h的重铬酸钾($\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$),精确至0.0001g,置于烧杯中,用100mL~150mL水溶解后,移入1000mL容量瓶中,用水稀释至标线,摇匀。

4.40 硫代硫酸钠标准滴定溶液 [$c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3)=0.03\text{mol/L}$]

4.40.1 标准滴定溶液的配制

将37.5g硫代硫酸钠($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$)溶于200mL新煮沸过的冷水中,加入约0.25g无水碳酸钠(见4.24),搅拌溶解后移入棕色玻璃广口瓶中,再以新煮沸过的冷水稀释至5L,摇匀。静置14d后使用。

4.40.2 标定

4.40.2.1 硫代硫酸钠标准滴定溶液浓度的标定

取15.00mL重铬酸钾基准溶液(见4.39)放入带有磨口塞的200mL锥形瓶中,加入3g碘化钾(KI)及50mL水,溶解后加入10mL硫酸(1+2),盖上磨口塞,于暗处放置15min~20min。用少量水冲洗瓶壁及瓶塞,以硫代硫酸钠标准滴定溶液滴定至淡黄色,加入约2mL淀粉溶液(见4.16),再继续滴定至蓝色消失。

另以15mL水代替重铬酸钾基准溶液,按上述分析步骤进行空白试验。

硫代硫酸钠标准滴定溶液的浓度按式(1)计算:

$$c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = \frac{0.03 \times 15.00}{V_2 - V_1} \dots\dots\dots (1)$$

式中: $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3)$ ——硫代硫酸钠标准滴定溶液的浓度, mol/L;

0.03——重铬酸钾基准溶液的浓度, mol/L;

V_1 ——空白试验时消耗硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积, mL;

V_2 ——滴定时消耗硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积, mL;

15.00——加入重铬酸钾基准溶液的体积, mL。

4.40.2.2 碘酸钾标准滴定溶液与硫代硫酸钠标准滴定溶液体积比的标定

取15.00mL碘酸钾标准滴定溶液(见4.38)于200mL锥形瓶中,加25mL水及10mL硫酸(1+2),在摇动下用硫代硫酸钠标准滴定溶液(见4.40)滴定至淡黄色,加入约2mL淀粉溶液(见4.16),再继续滴定至蓝色消失。

碘酸钾标准滴定溶液与硫代硫酸钠标准滴定溶液体积比按式(2)计算:

$$K_1 = \frac{V_3}{15.00} \dots\dots\dots (2)$$

式中: K_1 ——每毫升硫代硫酸钠标准滴定溶液相当于碘酸钾标准滴定溶液的毫升数;

V_3 ——滴定时消耗硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积, mL;

15.00——加入碘酸钾标准滴定溶液的体积, mL。

碘酸钾标准滴定溶液对三氧化硫及对硫的滴定度按式(3)或(4)计算:

$$T_{\text{so}_3} = \frac{c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) \times V_3 \times 40.03}{15.00} \dots\dots\dots (3)$$

$$T_s = \frac{c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) \times V_3 \times 16.03}{15.00} \dots\dots\dots (4)$$

式中: T_{SO_3} ——每毫升硫代硫酸钠标准滴定溶液相当于三氧化硫的毫克数, mg/mL;

T_s ——每毫升硫代硫酸钠标准滴定溶液相当于硫的毫克数, mg/mL;

$c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3)$ ——硫代硫酸钠标准滴定溶液的浓度, mol/L;

K_1 ——碘酸钾标准滴定溶液与硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积比;

V_3 ——滴定时消耗硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积, mL;

15.00——标定体积比 K_1 时加入碘酸钾标准滴定溶液的体积, mL。

4.41 碳酸钙基准溶液 [$c(\text{CaCO}_3)=0.024\text{mol/L}$]

称取约 0.6g (m_1) 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。

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

4.42.1 标准滴定溶液的配制

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

4.42.2 EDTA 标准滴定溶液浓度的标定

吸取 25.00mL 碳酸钙基准溶液 (见 4.41) 于 400mL 烧杯中, 加水稀释至约 200mL, 加入适量 CMP 混合指示剂 (见 4.50), 在搅拌下加入氢氧化钾溶液 (见 4.7) 到出现绿色荧光后再过量 2mL~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 (5) 计算:

$$c(\text{EDTA}) = \frac{m_1 \times 25 \times 1000}{250 \times V_4 \times 100.09} \dots\dots\dots (5)$$

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

V_4 ——滴定时消耗 EDTA 标准滴定溶液的体积, mL;

m_1 ——按 4.41 配制碳酸钙基准溶液的碳酸钙的质量, g;

100.09—— CaCO_3 的摩尔质量, g/mol。

4.42.3 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 (6)、(7)、(8)、(9) 计算:

$$T_{\text{Fe}_2\text{O}_3} = c(\text{EDTA}) \times 79.84 \dots\dots\dots (6)$$

$$T_{\text{Al}_2\text{O}_3} = c(\text{EDTA}) \times 50.98 \dots\dots\dots (7)$$

$$T_{\text{CaO}} = c(\text{EDTA}) \times 56.08 \dots\dots\dots (8)$$

$$T_{\text{MgO}} = c(\text{EDTA}) \times 40.31 \dots\dots\dots (9)$$

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。

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

4.43.1 标准滴定溶液的配制

将 3.7g 硫酸铜($\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$)溶于水中,加 4 至 5 滴硫酸(1+1),用水稀释至 1L,摇匀。

4.43.2 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 10mL~15mL EDTA 标准滴定溶液(见 4.42)于 400mL 烧杯中,用水稀释到约 150mL,加入 pH4.3 的缓冲溶液(见 4.22),加热至沸,取下稍冷,加入 5 至 6 滴 PAN 指示剂溶液(见 4.49),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(10)计算:

$$K_2 = \frac{V_5}{V_6} \dots\dots\dots (10)$$

式中: K_2 ——EDTA 标准滴定溶液与硫酸铜标准滴定溶液的体积比;

V_5 ——EDTA 标准滴定溶液的体积,mL;

V_6 ——滴定时消耗硫酸铜标准滴定溶液的体积,mL。

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

4.44.1 标准滴定溶液配制

将 60g 氢氧化钠(NaOH)溶于水中,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。

4.44.2 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($\text{C}_8\text{H}_5\text{KO}_4$),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 至 7 滴酚酞指示剂溶液(见 4.52),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(11)计算:

$$c(\text{NaOH}) = \frac{m_2 \times 1000}{V_7 \times 204.2} \dots\dots\dots (11)$$

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

V_7 ——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。

氢氧化钠标准滴定溶液对二氧化硅的滴定度按式(12)计算:

$$T_{\text{SiO}_2} = c(\text{NaOH}) \times 15.02 \dots\dots\dots (12)$$

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。

4.45 氟(F)标准溶液

4.45.1 标准溶液的配制

称取 0.2763g 已于 500℃ 左右灼烧 10min (或在 120℃ 烘过 2h) 的优级纯氟化钠(NaF),精确至 0.0001g,置于烧杯中,加水溶解后移入 500mL 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 0.25mg 氟。

吸取一定体积的上述标准溶液,加水稀释成每毫升相当于 0.005mg、0.010mg、0.020mg、0.030mg 氟的系列标准溶液,并分别贮存于塑料瓶中。

4.45.2 工作曲线的绘制

吸取 4.45.1 中系列标准溶液各 10.00mL,放入盛有一搅拌子的 50mL 烧杯中,加入 10.00mL、pH6.0 的总离子强度配位缓冲液(见 4.26),将烧杯置于电磁搅拌器(见 5.8)上,在溶液中插入氟离子选

择电极和饱和氯化钾甘汞电极(见 5.12),打开磁力搅拌器搅拌 2min,停搅 30s。用离子计或酸度计测量溶液的平衡电位。用单对数坐标纸,以对数坐标为氟的浓度,常数坐标为电位值,绘制工作曲线。

4.46 甲基红指示剂溶液:将 0.2g 甲基红溶于 100mL95%(V/V)乙醇中。

4.47 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。

4.48 溴酚蓝指示剂溶液:将 0.2g 溴酚蓝溶于 100mL 乙醇(1+4)中。

4.49 1-(2-吡啶偶氮)-2-萘酚(PAN)指示剂溶液:将 0.2gPAN 溶于 100mL95%(V/V)乙醇中。

4.50 钙黄绿素—甲基百里香酚蓝—酚酞混合指示剂(简称 CMP 混合指示剂):称取 1.000g 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。

4.51 酸性铬蓝 K—萘酚绿 B 混合指示剂:称取 1.000g 酸性铬蓝 K 与 2.500g 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。

4.52 酚酞指示剂溶液:将 1g 酚酞溶于 100mL95%(V/V)乙醇中。

5 仪器与设备

5.1 天平:不应低于四级,精确至 0.0001g。

5.2 铂、银或瓷坩埚:带盖,容量 18mL~30mL。

5.3 铂皿:容量 50mL~100mL。

5.4 镍坩埚带盖,容量 30mL~50mL。

5.5 马弗炉:隔焰加热炉,在炉膛外围进行电阻加热。应使用温度控制器,准确控制炉温,并定期进行校验。

5.6 滤纸:无灰的快速、中速、慢速三种型号滤纸。

5.7 玻璃容量器皿:滴定管、容量瓶、移液管。

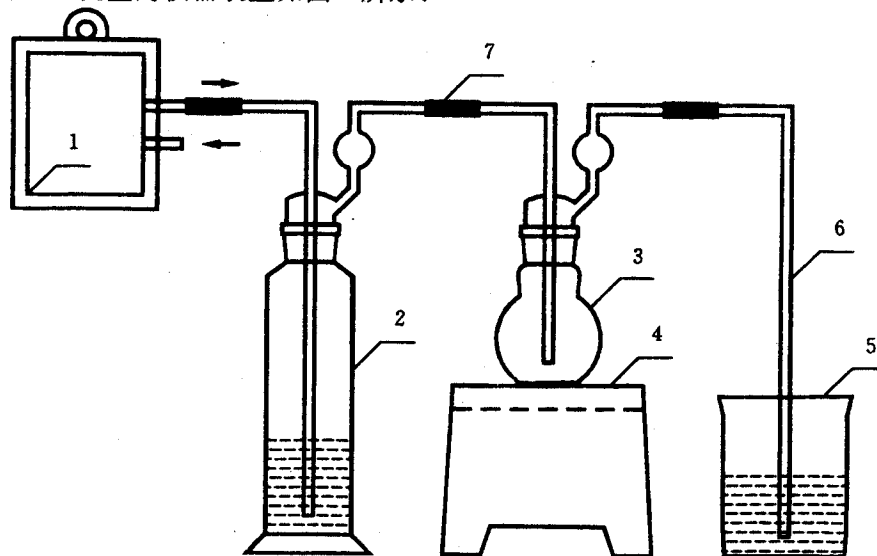
5.8 磁力搅拌器:带有塑料外壳的搅拌子,配备有调速和加热装置。

5.9 分光光度计:可在 400nm~700nm 范围内测定溶液的吸光度,带有 10mm、20mm 比色皿。

5.10 火焰光度计:带有 768nm 和 589nm 的干涉滤光片。

5.11 离子计或酸度计:带有氟离子选择性电极及饱和氯化钾甘汞电极。

5.12 测定硫化物及全硫量的仪器装置如图 1 所示:



1—微型空气泵;2—洗气瓶,内盛 100mL 硫酸铜溶液 (50g/L);3—反应瓶 (100mL);

4—电炉 (600W、与 1~2KVA 调压变压器相连接);

5—吸收杯 (500mL),内盛 300mL 水及 20mL 氨性硫酸锌溶液 (见 4.22);6—导气管;7—硅橡胶管

图 1 仪器装置示意图

6 试样的制备

按 GB 12573 方法进行取样,送往实验室样品应是具有代表性的均匀样品。采用四分法缩至约 100g,经 0.080mm 方孔筛筛析,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 0.080mm 方孔筛。将样品充分混匀后,装入带有磨口塞的瓶中并密封。

7 烧失量的测定

7.1 方法提要

试样在 800℃~850℃ 的马弗炉中灼烧,驱除水分和二氧化碳,同时将存在的易氧化元素氧化。

7.2 分析步骤

称取约 1g 试样(m_3),精确至 0.0001g,置于已灼烧恒量的瓷坩埚中,将盖斜置于坩埚上,放在马弗炉(见 5.5)内从低温开始逐渐升温,在 800℃~850℃ 下灼烧 40min,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 结果表示

烧失量的质量百分数 X_{LOI} 按式(13)计算:

$$X_{LOI} = \frac{m_3 - m_4}{m_3} \times 100 \dots\dots\dots (13)$$

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。

7.4 允许差

同一试验室的允许差为 0.15%。

8 系统分析试样溶液的制备

称取约 0.5g 试样(m_5),精确至 0.0001g,置于银坩埚中,加入 6g~7g 氢氧化钠(见 4.6),在 650℃~700℃ 的高温下熔融 30min。取出冷却,将坩埚放入已盛有 100mL,近沸腾水的烧杯中,盖上表面皿,于电炉上适当加热。待熔块完全浸出后,取出坩埚,在搅拌下一次加入 25mL~30mL 盐酸,再加入 1mL 硝酸。用热盐酸(1+5)洗净坩埚和盖,将溶液加热至沸。冷却,然后移入 250mL 容量瓶中,用水稀释至标线,摇匀。此溶液供测定二氧化硅、三氧化二铁、三氧化二铝、二氧化钛、氧化钙、氧化镁用。

9 二氧化硅的测定

9.1 方法提要

在有过量的氟离子和钾离子存在的强酸性溶液中,使硅酸形成氟硅酸钾(K_2SiF_6)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,然后以酚酞为指示剂,用氢氧化钠标准滴定溶液进行滴定。

9.2 分析步骤

吸取第 8 章溶液 50.00mL 放入 250mL~300mL 塑料杯中,加入 10mL~15mL 硝酸,搅拌,冷却至 30℃ 以下。加入固体氯化钾(见 4.30),仔细搅拌至饱和并有少量氯化钾固体颗粒悬浮于溶液中,再加入 2g 氯化钾(见 4.30)及 10mL 氯化钾溶液(见 4.31),仔细搅拌(如氯化钾析出量不够,应再补充加入),放置 15min~20min。用中速滤纸过滤,用氯化钾溶液(见 4.33)洗涤塑料杯及沉淀 3 次。将滤纸连同沉淀取下,置于原塑料杯中,沿杯壁加入 10mL 30℃ 以下的氯化钾-乙醇溶液(见 4.34)及 1mL 酚酞指示剂溶液(见 4.52),用氢氧化钠标准滴定溶液(见 4.44)中和未洗净的酸,仔细搅动滤纸并随之擦洗杯壁直至溶液呈红色。向杯中加入 200mL 沸水(煮沸并用氢氧化钠溶液中和至酚酞呈微红色),用氢氧化钠标

准滴定溶液(见 4.44)滴定至微红色。

9.3 结果表示

二氧化硅的质量百分数 X_{SiO_2} 按式(14)计算:

$$X_{\text{SiO}_2} = \frac{T_{\text{SiO}_2} \times V_8 \times 5}{m_5 \times 1000} \times 100 \quad \text{..... (14)}$$

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_8 ——滴定时消耗氢氧化钠标准滴定溶液的体积, mL;

m_5 ——试料的质量, g;

5——全部试样溶液与所分取试样溶液的体积比。

9.4 允许差

同一试验室的允许差为 0.25%;

不同试验室的允许差为 0.40%。

10 三氧化二铁的测定

10.1 方法提要

在 pH1.8~2.0 温度为 60℃~70℃ 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。

10.2 分析步骤

从第 8 章溶液中吸取 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 10 滴磺基水杨酸钠指示剂溶液(见 4.47), 用 EDTA 标准滴定溶液(见 4.42)缓慢地滴定至亮黄色(终点时溶液温度不低于 60℃)。保留此溶液供测定三氧化二铝用。

10.3 结果表示

三氧化二铁的质量百分数 $X_{\text{Fe}_2\text{O}_3}$ 按式(15)计算:

$$X_{\text{Fe}_2\text{O}_3} = \frac{T_{\text{Fe}_2\text{O}_3} \times V_9 \times 10}{m_5 \times 1000} \times 100 \quad \text{..... (15)}$$

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

$T_{\text{Fe}_2\text{O}_3}$ ——每毫升 EDTA 标准滴定溶液相当于三氧化二铁的毫克数, mg/mL;

V_9 ——滴定时消耗 EDTA 标准滴定溶液的体积, mL;

10——全部试样溶液与所分取试样溶液的体积比;

m_5 ——第 8 章中试料的质量, g。

10.4 允许差

同一试验室的允许差为 0.15%;

不同试验室的允许差为 0.20%。

11 三氧化二铝的测定

11.1 方法提要

于滴定铁后的溶液中, 调整 pH 至 3, 在煮沸下用 EDTA-铜和 PAN 为指示剂, 用 EDTA 标准滴定溶液滴定。

11.2 分析步骤

将 10.2 中测完铁的溶液用水稀释至约 200mL, 加 1~2 滴溴酚蓝指示剂溶液(见 4.48), 滴加氨水(1+2)至溶液出现蓝紫色, 再滴加盐酸(1+2)至黄色, 加入 15mL pH3 的缓冲溶液(见 4.21)。加热至微

沸并保持 1min, 加入 10 滴 EDTA-铜溶液(见 4.20)及 2~3 滴 PAN 指示剂溶液(见 4.49), 用 EDTA 标准滴定溶液(见 4.42)滴定到红色消失。继续煮沸, 滴定, 直至溶液经煮沸后红色不再出现呈稳定的亮黄色为止。

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(16)计算:

$$X_{\text{Al}_2\text{O}_3} = \frac{T_{\text{Al}_2\text{O}_3} \times V_{10} \times 10}{m_s \times 1000} \times 100 \quad (16)$$

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_{10} ——滴定时消耗 EDTA 标准滴定溶液的体积, mL;

10——全部试样溶液与所分取试样溶液的体积比;

m_s ——第 8 章中试料的质量, g。

11.4 允许差

同一试验室的允许差为 0.20%;

不同试验室的允许差为 0.30%。

12 二氧化钛的测定

12.1 方法提要

在酸性溶液中 TiO^{2+} 与二安替比林甲烷生成黄色络合物, 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。

12.2 分析步骤

从第 8 章溶液中吸取 25.00mL 溶液注入 100mL 容量瓶中, 加入 10mL 盐酸(1+2)及 10mL 抗坏血酸溶液(见 4.9), 静置 5min。加 5mL 95%(V/V)乙醇、20mL 二安替比林甲烷溶液(见 4.17), 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 4.35.2)上查出二氧化钛的含量(m_6)。

12.3 结果表示

二氧化钛的质量百分数 X_{TiO_2} 按式(17)计算:

$$X_{\text{TiO}_2} = \frac{m_6 \times 10}{m_s \times 1000} \times 100 \quad (17)$$

式中: X_{TiO_2} ——二氧化钛的质量百分数, %;

m_6 ——100mL 测定溶液中二氧化钛的含量, mg;

10——全部试样溶液与所分取试样溶液的体积比;

m_s ——第 8 章中试料的质量, g。

12.4 允许差

同一试验室的允许差为 0.05%;

不同试验室的允许差为 0.10%。

13 氯化钙的测定

13.1 方法提要

预先在酸性溶液中加入适量氟化钾, 以抑制硅酸的干扰, 然后在 pH13 以上的强碱性溶液中, 以三乙醇胺为掩蔽剂, 用钙黄绿素—甲基百里香酚蓝—酚酞混合指示剂, 以 EDTA 标准滴定溶液滴定。

13.2 分析步骤

从第 8 章溶液中吸取 25.00mL 溶液放入 400mL 烧杯中, 加入 7mL 氟化钾溶液(见 4.32), 搅拌并

放置 2min 以上。加水稀释至约 200mL、加 5mL 三乙醇胺(见 4.27)及适量 CMP 混合指示剂(见 4.50),在搅拌下加入氢氧化钾溶液(见 4.7)至出现绿色萤光后,再过量 7mL~8mL(此时溶液 pH>13),用 EDTA 标准滴定溶液(见 4.42)滴定至绿色萤光消失并呈红色。

13.3 结果表示

氧化钙的质量百分数 X_{CaO} 按式(18)计算:

$$X_{\text{CaO}} = \frac{T_{\text{CaO}} \times V_{11} \times 10}{m_s \times 1000} \times 100 \quad \dots\dots\dots (18)$$

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_{11} ——滴定时消耗 EDTA 标准滴定溶液的体积, mL;

10——全部试样溶液与所分取试样溶液的体积比;

m_s ——第 8 章中试料的质量, g。

13.4 允许差

同一试验室的允许差为 0.25%;

不同试验室的允许差为 0.40%。

14 氧化镁的测定

14.1 方法提要

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

14.2 分析步骤

从第 8 章溶液中吸取 25.00mL 溶液放入 40mL 烧杯中,加水稀释至约 200mL,加 1mL 酒石酸钾钠溶液(见 4.28)、5mL 三乙醇胺(见 4.27)。在搅拌下,用氨水(1+1)调整溶液 pH 在 9 左右(用精密 pH 试纸检验)。然后加入 25mL pH10 缓冲溶液(见 4.23)及少许酸性铬蓝 K—萘酚绿 B 混合指示剂(见 4.51),用 EDTA 标准滴定溶液(见 4.42)滴定,近终点时,应缓慢滴定至纯蓝色。

14.3 氧化镁的质量百分数 X_{MgO} 按式(19)计算:

$$X_{\text{MgO}} = \frac{T_{\text{MgO}} \times (V_{12} - V_{11}) \times 10}{m_s \times 1000} \times 100 \quad \dots\dots\dots (19)$$

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_{11} ——滴定氧化钙时消耗 EDTA 标准滴定溶液的体积, mL;

V_{12} ——滴定钙、镁总量时消耗 EDTA 标准滴定溶液的体积, mL;

10——全部试样溶液与所分取试样溶液的体积比;

m_s ——第 8 章中试料的质量, g。

14.4 允许差

同一试验室的允许差为 0.20%;

不同试验室的允许差为 0.30%。

15 硫化物硫的测定

15.1 方法提要

在还原条件下,试样用盐酸分解,产生的硫化氢收集于氨性硫酸锌溶液中,然后用碘量法测定。

15.2 分析步骤

使用 5.12 中规定的仪器装置。称取约 0.5g 试样(m_7),精确至 0.0001g,置于 100mL 的干燥的反应

瓶底部,加入 1g 氯化亚锡(见 4.12)。按 5.12 中仪器装置图连接各部件。由分液漏斗向反应瓶中加入 15mL 盐酸(1+1),迅速关闭活塞。开动空气泵,在保持通气速度为每秒钟 4~5 个气泡的条件下加热反应瓶中的试样,当吸收杯中刚出现氯化氢白色烟雾时(一般约在加热后 5min 左右),停止加热,再继续通气 5min。取下吸收杯,关闭空气泵,用水冲洗吸收液内的玻璃管,加 10mL 明胶溶液(见 4.15),用滴定管加入 5.00mL 碘酸钾标准滴定溶液(见 4.38),在搅拌下一次加入 30mL 硫酸(1+2),用硫代硫酸钠标准滴定溶液(见 4.40)滴定至淡黄色,加入 2mL 淀粉溶液(见 4.16),再继续滴定至蓝色消失。

15.3 结果表示

硫化物硫的质量百分数 X_s 按式(20)计算:

$$X_s = \frac{T_s \times (V_{14} - K_1 V_{13})}{m_7 \times 1000} \times 100 \dots\dots\dots (20)$$

式中: X_s ——硫化物硫的质量百分数,%;

T_s ——每毫升碘酸钾标准滴定溶液相当于硫的毫克数,mg/mL;

V_{13} ——加入碘酸钾标准滴定溶液的体积,mL;

V_{14} ——滴定时消耗硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积,mL;

K_1 ——碘酸钾标准滴定溶液与硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积比;

m_7 ——试料的质量,g。

15.4 允许差

同一试验室的允许差为 0.10%;不同试验室的允许差为 0.20%。

16 总硫量的测定

16.1 硫酸钡重量法(标准法)

16.1.1 方法提要

通过熔融,然后用酸分解,将试样中不同形态的硫全部转变成可溶性硫酸盐,用氯化钡溶液将可溶性硫酸盐沉淀,经过滤灼烧后,以硫酸钡形式称量,测定结果以三氧化硫计。

16.1.2 分析步骤

称取约 0.20g±0.01g 试样(m_8),精确至 0.0001g,置于镍坩埚(见 5.4)中。加入 4g 氢氧化钾(见 4.33),盖上坩埚盖(留有较大缝隙),放在小电炉上(500℃~600℃)熔融 30min。取下坩埚,放冷。用热水将熔融物浸出于 300mL 烧杯中,并以数滴盐酸(1+1)和热水洗净坩埚及盖。加入 20mL 盐酸(1+1),将溶液加热煮沸,使熔融物完全分解。用快速滤纸过滤,以热水洗涤 7~8 次,滤液及洗液收集于 400 毫升烧杯中。

向溶液中加入 1~2 滴甲基红指示剂溶液(见 4.44),滴加氨水(1+1)至溶液变黄,再滴加盐酸(1+1)至溶液呈红色。然后加入 10mL 盐酸(1+1),并将溶液体积调整至约 200mL。将溶液加热至沸,在搅拌下滴加 15mL 氯化钡溶液(见 4.11),继续煮沸数分钟。然后移至温热处静置 4h 以上,或静置过夜。

用慢速定量滤纸过滤,并以温水洗涤至氯根反应消失为止用硝酸银溶液(见 4.8)检验。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℃ 的高温炉内灼烧 30min。取出坩埚,置于干燥器中冷至室温,称量。如此反复灼烧,直至恒量。

16.1.3 结果表示

总硫量(以三氧化硫表示)的质量百分数(X_{SO_3})按式(21)计算:

$$X_{SO_3} = \frac{m_9 \times 0.343}{m_8} \times 100 \dots\dots\dots (21)$$

式中: X_{SO_3} ——总硫量(以三氧化硫表示)的质量百分数,%;

m_9 ——灼烧后沉淀的质量,g;

0.343——硫酸钡对三氧化硫的换算系数;

m_8 ——试料质量, g。

16.2 碘量法(代用法)

16.2.1 方法提要

试样用磷酸溶解,借助强还原剂氯化亚锡将试样中硫酸盐还原成硫化物后,用碘量法进行测定,测得结果为总硫量。

16.2.2 分析步骤

称取约 0.2g 试样(m_{10}),精确至 0.0001g,放入洗净烘干的反应瓶中。于带有刻度的 500mL 吸收杯中,加入 300mL 水及 20mL 氨性硫酸锌溶液(见 4.14)。向反应瓶中加入 20mL 氯化亚锡-磷酸溶液(见 4.13)(反应瓶内的进气管须高出液面)。按仪器装置示意图,联接空气泵、洗气瓶、反应瓶及吸收杯(600W 电炉与调压变压器及 240V 交流电压表相联接)。开动空气泵,使通气速度保持每秒 4~5 个气泡。打开电炉,用调压变压器调整输出电压至 200V 加热 10min,再调至 160V 加热 10min。然后于继续通气的情况下将电炉关闭(旋转调压变压器的指针至零)。卸下吸收杯一端的导气管,并用水冲洗(以吸收杯承接)。取下反应瓶,放在耐火板或石棉网上。关闭空气泵。向吸收杯中加入 10mL 明胶溶液(见 4.15)。由滴定管向吸收杯中加入 15mL~20mL 碘酸钾标准滴定溶液(见 4.38),一般应过量 2mL~3mL。在搅拌下向吸收杯中一次快速加入 30mL 硫酸(1+2)。用硫代硫酸钠标准滴定溶液(见 4.40)滴定至淡黄色,然后加入 2mL 淀粉溶液(见 4.16),继续滴定至蓝色消失。同时进行空白试验。

16.2.3 空白试验

于带有刻度的 500mL 吸收杯中,加入 300mL 水及 20mL 锌-氨溶液(见 4.14)。向反应瓶中加入 20mL 氯化亚锡-磷酸溶液(见 4.13)。按 5.12 仪器装置示意图,联接空气泵、洗气瓶、反应瓶及吸收杯。开动空气泵,使通气速度保持每秒 4~5 个气泡。打开电炉,用调压变压器调整输出电压至 200V 加热 10min,再调至 160V 加热 10min。然后于继续通气的情况下将电炉关闭。即旋转调压变压器的指针至零。卸下烧杯一端的导气管,并用水冲洗。取下反应瓶,放在耐火板或石棉网上。关闭空气泵。向吸收杯中加入 10mL 明胶溶液(见 4.15)。由滴定管向吸收杯中加入 5.00mL 碘酸钾标准滴定溶液(见 4.38)。

在搅拌下向吸收杯中一次快速加入 30mL 硫酸(1+2)。用硫代硫酸钠标准滴定溶液(见 4.40)滴定至淡黄色后,加入 2mL 淀粉溶液(见 4.16)。继续滴定至蓝色消失。

空白值按式(22)计算:

$$V_{\text{空白}} = 5.00 - K_1 V_{15} \quad (22)$$

式中: $V_{\text{空白}}$ ——空白试验消耗碘酸钾标准滴定溶液的体积, mL;

K_1 ——碘酸钾标准滴定溶液与硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积比;

5.00——加入碘酸钾标准滴定溶液的体积, mL;

V_{15} ——滴定时消耗硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积, mL。

16.3 结果表示

试样中三氧化硫的质量百分数按式(23)计算:

$$X_{\text{SO}_3} = \frac{T_{\text{SO}_3} \times (V_{16} - K_1 V_{17} - V_{\text{空白}})}{m_{10} \times 1000} \times 100 \quad (23)$$

式中: T_{SO_3} ——每毫升碘酸钾标准滴定溶液相当于三氧化硫的毫克数, mg/mL;

V_{16} ——加入碘酸钾标准滴定溶液的体积, mL;

V_{17} ——滴定时消耗硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积, mL;

K_1 ——碘酸钾标准滴定溶液与硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积比;

$V_{\text{空白}}$ ——按式(22)计算得到的空白值, mL;

m_{10} ——试料的质量, g。

16.4 允许差

同一试验室的允许差为 0.25%；

不同试验室的允许差为 0.40%。

17 硫酸盐硫的测定

17.1 方法提要

同 15.1、16.1.1 或 16.2.1 内容。

17.2 分析步骤

同 15.2、16.1.2 或 16.2.2 内容。

17.3 结果表示

硫酸盐硫(以三氧化硫表示)的质量百分数 X_{SO_3} 按式(24)计算:

$$X_{SO_3} = X_{SO_3\text{全}} - X_S \times 2.5 \quad (24)$$

式中: $X_{SO_3\text{全}}$ ——按第 16 章测定的 X_{SO_3} 全数值;

X_S ——按第 15 章测定的 X_S ;

2.5—— SO_3 与 S 摩尔质量的比值。

17.4 允许差

同一试验室的允许差为 0.25%；

不同试验室的允许差为 0.40%。

18 氧化钾和氧化钠的测定

18.1 方法提要

水泥经氢氟酸-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(见 5.10)进行测定。

18.2 分析步骤

称取约 0.2g 试样(m_{11}),精确至 0.0001g,置于铂皿中,用少量水润湿,加 5mL~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 4.46),用氨水(1+1)中和至黄色,加入 10mL 碳酸铵溶液(见 4.19),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 100mL 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 4.37.3.1)上分别查出氧化钾和氧化钠的含量(m_{12})和(m_{13})。

18.3 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(25)和(26)计算:

$$X_{K_2O} = \frac{m_{12}}{m_{11} \times 1000} \times 100 \quad (25)$$

$$X_{Na_2O} = \frac{m_{13}}{m_{11} \times 1000} \times 100 \quad (26)$$

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, %;

m_{12} ——100mL 测定溶液中氧化钾的含量, mg;

m_{13} ——100mL 测定溶液中氧化钠的含量, mg;

m_{11} ——试料的质量, g。

18.4 允许差

同一试验室的允许差: K_2O 与 Na_2O 均为 0.10%;

不同试验室的允许差:K₂O 与 Na₂O 均为 0.15%。

19 氟的测定

19.1 方法提要

在 pH6.0 总离子强度配位缓冲液的存在下,以氟离子选择性电极作指示电极,饱和氯化钾甘汞电极作参比电极,用离子计或酸度计测量含氟溶液的电极电位。

19.2 分析步骤

称取约 0.2g 试样(m_{14}),精确至 0.0001g,置于 100mL 的干烧杯中,加入 10mL 水使其分散,加入 5mL 盐酸(1+1),加热至微沸并保持 1~2min。用快速滤纸过滤,用温水洗涤 5~6 次,冷却,加入 2~3 滴溴酚蓝指示剂溶液(见 4.48)。用盐酸(1+1)和氢氧化钠溶液(见 4.25)调整溶液的酸度,使溶液的颜色刚由蓝色变为黄色,移入 100mL 容量瓶中,用水稀释至标线,摇匀。

吸取 10.00mL 溶液,放入置有一根搅拌子的 50mL 烧杯中,加 10.00mL pH6.0 的离子强度配位缓冲液(见 4.26),将烧杯置于电磁搅拌器(见 5.8)上,在溶液中插入氟离子选择性电极和饱和氯化钾甘汞电极(见 5.11),打开磁力搅拌器搅拌 2min,停止搅拌 30s,用离子计或酸度计测量溶液的平衡电位,由工作曲线(见 4.45.2)上查出氟的浓度。

19.3 结果表示

氟的质量百分数 X_F 按式(27)计算:

$$X_F = \frac{c_7 \times V_{16}}{m_{14} \times 1000} \times 100 \quad \dots\dots\dots (27)$$

式中: X_F ——氟的质量百分数,%;

c_7 ——测定溶液中氟的浓度,mg/mL;

V_{16} ——测定溶液稀释的总体积,mL;

m_{14} ——试料的质量,g。

19.4 允许差

同一试验室的允许差为 0.10%;

不同试验室的允许差为 0.15%。

中华人民共和国建材
行 业 标 准
明矾石膨胀水泥化学分析方法
Methods for chemical analysis of
alunite expansive cement
JC/T 312-2000

*

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

电话: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 12,000
2000 年 9 月第一版 2000 年 9 月第一次印刷
印数 1-400 定价 12.00 元

*

编号 1151