

JC

# 中华人民共和国建材行业标准

JC/T 312—2009  
代替 JC/T 312—2000

---

## 明矾石膨胀水泥化学分析方法

Methods for chemical analysis of alunite expansive cement

2009 - 12 - 04 发布

2010 - 06 - 01 实施



中华人民共和国工业和信息化部 发布

## 前 言

本标准 of JC/T 312—2000《明矾石膨胀水泥化学分析方法》标准的修订版。

本标准与 JC/T 312—2000 相比,主要变化如下:

——全硫的测定,增列了库仑滴定法(代用法)(本版的第 19 章);

——全硫测定基准法中硫酸钡灼烧温度改为 800 ℃~950 ℃(本版的第 17.2 条,JC/T 312—2000 版的第 16.1.2 条);

——允许差改为重复性限和再现性限(本版的第 23 章;JC/T 312—2000 版的第 9.4 条、第 10.4 条、第 11.4 条、第 12.4 条、第 13.4 条、第 14.4 条、第 15.4 条、第 16.4 条、第 17.4 条、第 18.4 条、第 19.4 条)。

本标准的生效日起,同时代替 JC/T 312—2000。

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、中国建筑材料检验认证中心。

本标准参加起草单位:北京中科建自动化设备有限公司。

本标准起草人:刘文长、崔健、刘胜、王文茹、倪竹君、王瑞海。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为:

——JC/T 312—1982、JC/T 312—2000。

# 明矾石膨胀水泥化学分析方法

## 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。

## 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 12573 水泥取样方法

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法(GB/T 6682—2008,ISO 3696:1987/MOD)

## 3 术语和定义

### 3.1 重复性条件

在同一实验室,由同一操作员使用相同的设备,按相同的测定方法,在短时间内对同一被测对象相互独立进行的测定条件。

### 3.2 再现性条件

在不同的实验室,由不同的操作员使用不同设备,按相同的测定方法,对同一被测对象相互独立进行的测定条件。

### 3.3 重复性限

一个数值在重复性条件(3.1)下,两个测定结果的绝对差不大于此数的概率为 95%。

### 3.4 再现性限

一个数值在再现性条件(3.2)下,两个测定结果的绝对差不大于此数的概率为 95%。

## 4 试验的基本要求

### 4.1 试验次数与要求

每项测定次数为两次,用两次测定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,必须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、滴定度和结果的表示

用“克(g)”表示质量,精确至 0.000 1 g。滴定管体积用“毫升(mL)”表示,精确至 0.05 mL。滴定度单位用“毫克每毫升(mg/mL)”表示。

标准滴定溶液的滴定度和体积比经修约后保留有效数字四位。

除另有说明外,各项分析结果均以质量分数计。各项分析结果以“%”表示至小数后二位。

### 4.3 空白试验

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,为避免产生火焰,在氧化性气氛中缓慢干燥、灰化,灰化至无黑色炭颗粒后,放入高温炉(6.5)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,通过反复灼烧,每次 15 min,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 $\text{Cl}^-$ 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(5.15),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。

### 5 试剂和材料

分析过程中,所用水符合 GB/T 6682 规定的三级水要求;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。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。

除另有说明外,%表示“质量分数”。本标准使用的市售浓液体试剂具有下列密度( $\rho$ ),单位为克每立方厘米( $\text{g}/\text{cm}^3$ ):

#### 5.1 盐酸(HCl)

$\rho=1.18 \text{ g}/\text{cm}^3 \sim 1.19 \text{ g}/\text{cm}^3$ ,质量分数 36%~38%。

#### 5.2 氢氟酸(HF)

$\rho=1.13 \text{ g}/\text{cm}^3$ ,质量分数 40%。

#### 5.3 硝酸( $\text{HNO}_3$ )

$\rho=1.39 \text{ g}/\text{cm}^3 \sim 1.41 \text{ g}/\text{cm}^3$ ,质量分数 65%~68%。

#### 5.4 硫酸( $\text{H}_2\text{SO}_4$ )

$\rho=1.84 \text{ g}/\text{cm}^3$ ,质量分数 95%~98%。

#### 5.5 冰乙酸( $\text{CH}_3\text{COOH}$ )

$\rho=1.049 \text{ g}/\text{cm}^3$ ,质量分数 99.8%。

#### 5.6 氨水( $\text{NH}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$ )

$\rho=0.90 \text{ g}/\text{cm}^3 \sim 0.91 \text{ g}/\text{cm}^3$ ,质量分数 25%~28%。

#### 5.7 乙醇( $\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$ )

体积分数 95%或无水乙醇。

#### 5.8 盐酸(1+1);(1+2);(1+11);(1+5)

#### 5.9 硫酸(1+2);(1+1);(1+9)

#### 5.10 磷酸(1+1)

#### 5.11 氨水(1+1);(1+2)

#### 5.12 氢氧化钠(NaOH)

#### 5.13 氢氧化钾(KOH)

#### 5.14 氢氧化钾溶液(200 g/L)

将 200 g 氢氧化钾(5.13)溶于水中,加水稀释至 1 L。贮存于塑料瓶中。

#### 5.15 硝酸银溶液(5 g/L)

将 5 g 硝酸银( $\text{AgNO}_3$ )溶于水中,加 10 mL 硝酸( $\text{HNO}_3$ ),用水稀释至 1 L。

#### 5.16 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,过滤后使用。用时现配。

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

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、砸碎、贮存于磨口瓶中。

## 5.18 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 1 L。

5.19 氯化亚锡( $\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ )

## 5.20 氯化亚锡-磷酸溶液

将 1 000 mL 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 850 mL~950 mL 时,停止加热。待溶液温度降至 100 °C 以下时,加入 100 g 氯化亚锡(5.19)。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)。

## 5.21 氨性硫酸锌溶液(100 g/L)

将 100 g 硫酸锌( $\text{ZnSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ )溶于 300 mL 水后加入 700 mL 氨水,用水稀释至 1 L,静置 24 h,过滤后使用。

## 5.22 明胶溶液(5 g/L)

将 0.5 g 明胶(动物胶)溶于 100 mL 70 °C~80 °C 的水中,用时现配。

## 5.23 淀粉溶液(10 g/L)

将 1 g 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 100 mL,再煮沸约 1 min,冷却后使用。

## 5.24 二安替比林甲烷溶液(30 g/L 盐酸溶液)

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。

5.25 高碘酸钾( $\text{KIO}_4$ )

## 5.26 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。

## 5.27 EDTA-铜溶液

按 EDTA 标准滴定溶液(5.48)与硫酸铜标准滴定溶液(5.49)的体积比(5.49.2),准确配制成等浓度的混合溶液。

## 5.28 pH 3 的缓冲溶液

将 3.2 g 无水乙酸钠( $\text{CH}_3\text{COONa}$ )溶于水中,加 120 mL 冰乙酸( $\text{CH}_3\text{COOH}$ ),用水稀释至 1 L,摇匀。

## 5.29 pH 4.3 的缓冲溶液

将 42.3 g 无水乙酸钠( $\text{CH}_3\text{COONa}$ )溶于水中,加 80 mL 冰乙酸( $\text{CH}_3\text{COOH}$ ),用水稀释至 1 L,摇匀。

## 5.30 pH10 的缓冲溶液

将 67.5 g 氯化铵( $\text{NH}_4\text{Cl}$ )溶于水中,加 570 mL 氨水,加水稀释至 1 L,摇匀。

## 5.31 氢氧化钠溶液(150 g/L)

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

## 5.32 pH 6.0 的总离子强度配位缓冲液

将 294.1 g 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(5.31)调整溶液 pH 值至 6.0,然后加水稀释至 1 L。

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

## 5.34 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 1 L。

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

## 5.36 氯化钾(KCl):颗粒粗大时,应研细后使用

## 5.37 氟化钾溶液(150 g/L)

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

#### 5.38 氯化钾溶液(20 g/L)

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

#### 5.39 氯化钾溶液(50 g/L)

将 50 g 氯化钾( $\text{KCl}$ )溶于水中,用水稀释至 1 L。

#### 5.40 氯化钾-乙醇溶液(50 g/L)

将 5 g 氯化钾( $\text{KCl}$ )溶于 50 mL 水中,加入 50 mL 乙醇 95%(体积分数),混匀。

#### 5.41 五氧化二钒( $\text{V}_2\text{O}_5$ )

#### 5.42 二氧化钛( $\text{TiO}_2$ )标准溶液

##### 5.42.1 标准溶液的配制

称取 0.100 0 g 经高温灼烧过的光谱纯二氧化钛( $\text{TiO}_2$ ),精确至 0.000 1 g,置于铂(或瓷)坩埚中,加入 2 g 焦硫酸钾(5.17),在 500 °C~600 °C 下熔融至透明。熔块用硫酸(1+9)浸出,加热至 50 °C~60 °C 使熔块完全溶解,冷却后移入 1 000 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。

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。

##### 5.42.2 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 mL、2.50 mL、5.00 mL、7.50 mL、10.00 mL、12.50 mL、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(5.16)、5 mL 95%(体积分数)乙醇、20 mL 二安替比林甲烷溶液(5.24),用水稀释至标线,摇匀。放置 40 min 后,使用分光光度计(6.9)、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。

#### 5.43 氧化钾( $\text{K}_2\text{O}$ )、氧化钠( $\text{Na}_2\text{O}$ )标准溶液

##### 5.43.1 氧化钾、氧化钠标准溶液的配制

称取 0.792 g 已于 105 °C~110 °C 烘过 2 h 的光谱纯氯化钾( $\text{KCl}$ )和 0.943 g 已于 105 °C~110 °C 烘过 2 h 的光谱纯氯化钠( $\text{NaCl}$ ),精确至 0.000 1 g,置于烧杯中,加水溶解后,移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至标线,摇匀。贮存于塑料瓶中。此标准溶液每毫升相当于 0.5 mg 氧化钾、氧化钠。

##### 5.43.2 工作曲线的绘制

吸取按第 5.43.1 条配制的每毫升相当于 0.5 mg 氧化钾、氧化钠的标准溶液 0 mL、1.00 mL、2.00 mL、4.00 mL、6.00 mL、8.00 mL、10.00 mL、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。使用火焰光度计(6.10)按仪器使用规程进行测定。用测得的读数作为相对应的氧化钾、氧化钠含量的函数,绘制工作曲线。

#### 5.44 碘酸钾标准滴定溶液[ $c(1/6 \text{KIO}_3)=0.03 \text{ mol/L}$ ]

将 5.4 g 碘酸钾( $\text{KIO}_3$ )溶于 200 mL 新煮沸过的冷水中,加入 5 g 氢氧化钠(5.12)及 150 g 碘化钾( $\text{KI}$ ),溶解后移入棕色玻璃下口瓶中,再以新煮沸过的冷水稀释至 5 L,摇匀。

#### 5.45 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 1.471 0 g 已于 150 °C~180 °C 烘过 2 h 的重铬酸钾( $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ ),精确至 0.000 1 g,置于烧杯中,用 100 mL~150 mL 水溶解后,移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至标线,摇匀。

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

##### 5.46.1 标准滴定溶液的配制

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

##### 5.46.2 标定

##### 5.46.2.1 硫代硫酸钠标准滴定溶液浓度的标定

取 15.00 mL 重铬酸钾基准溶液(5.39)放入带有磨口塞的 200 mL 锥形瓶中,加入 3 g 碘化钾( $\text{KI}$ )

及 50 mL 水,溶解后加入 10 mL 硫酸(1+2),盖上磨口塞,于暗处放置 15 min~20 min。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 2 mL 淀粉溶液(5.23),再继续滴定至蓝色消失。

另以 15 mL 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,单位为摩尔每升(mol/L);

0.03——重铬酸钾基准溶液的浓度,单位为摩尔每升(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,单位为毫升(mL);

$V_2$ ——滴定时消耗硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

15.00——加入重铬酸钾基准溶液的体积,单位为毫升(mL)。

#### 5.46.2.2 碘酸钾标准滴定溶液与硫代硫酸标准滴定溶液体积比的标定

取 15.00 mL 碘酸钾标准滴定溶液(5.44)放入 200 mL 锥形瓶中,加入 25 mL 水及 10 mL 硫酸(1+2),在摇动下用硫代硫酸钠标准滴定溶液(5.46)滴定至淡黄色,加入约 2 mL 淀粉溶液(5.23),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的体积比按式(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,单位为毫升(mL);

15.00——加入碘酸钾标准滴定溶液的体积,单位为毫升(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)和式(4)计算:

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

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

式中:

$T_{\text{SO}_3}$ ——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,单位为毫克每毫升(mg/mL);

$T_{\text{S}}$ ——每毫升硫代硫酸钠标准滴定溶液相当于硫的毫克数,单位为毫克每毫升(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,单位为摩尔每升(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,单位为毫升(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,单位为毫升(mL)。

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

称取 0.6 g( $m_1$ )已于 105 °C~110 °C 烘过 2 h 的基准碳酸钙( $\text{CaCO}_3$ ),精确至 0.000 1 g,置于 400 mL 烧杯中,加入约 100 mL 水,盖上表面皿,沿杯口加入 10 mL 盐酸(1+1)溶液至碳酸钙全部溶解,加热煮沸数 2 mL~3 mL,取下烧杯,将溶液冷却至室温,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 [ $c(\text{EDTA}) = 0.015 \text{ mol/L}$ ]

##### 5.48.1 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,加约 200 mL 水,加热溶解,过滤,用水稀释至 1 L。

## 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(5.47)放入 400 mL 烧杯中,加水稀释至约 200 mL,加入适量 CMP 混合指示剂(5.56),在搅拌下加入氢氧化钾溶液(5.14)到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(5)计算:

$$c(\text{EDTA}) = \frac{m_1 \times 25 \times 1\,000}{250 \times V_4 \times 100.09} \quad (5)$$

式中:

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

$V_4$ ——滴定时消耗 EDTA 标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

$m_1$ ——按第 5.47 条配制碳酸钙标准溶液的碳酸钙的质量,单位为克(g);

100.09—— $\text{CaCO}_3$  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)、式(7)、式(8)、式(9)计算:

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

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

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

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

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,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);

$T_{\text{CaO}}$ ——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);

$T_{\text{MgO}}$ ——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—— $\text{CaO}$  的摩尔质量,单位为克每摩尔(g/mol);

40.31—— $\text{MgO}$  的摩尔质量,单位为克每摩尔(g/mol)。

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

## 5.49.1 标准滴定溶液的配制

将 3.7 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 1 L,摇匀。

## 5.49.2 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 EDTA 标准滴定溶液(5.48)放入 400 mL 烧杯中,用水稀释到约 150 mL,加入 pH 4.3 的缓冲溶液(5.29),加热至沸,取下稍冷,加入 5~6 滴 PAN 指示剂溶液(5.55),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:

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

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,单位为毫升(mL);

$V_6$ ——滴定时消耗硫酸铜标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL)。

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

### 5.50.1 标准滴定溶液的配制

将 60 g 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。

### 5.50.2 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( $C_8H_5KO_4$ ),精确至 0.000 1 g,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(见 5.58),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:

$$c(\text{NaOH}) = \frac{m_2 \times 1\,000}{V_7 \times 204.2} \dots\dots\dots (11)$$

式中:

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

$V_7$ ——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)。

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:

$T_{\text{SiO}_2}$ ——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)。

## 5.51 氟(F)标准溶液

### 5.51.1 标准溶液的配制

称取 0.276 3 g 已于 500 °C 左右灼烧 10 min(或在 120 °C 烘过 2 h)的优级纯氟化钠(NaF),精确至 0.000 1 g,置于烧杯中,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。此标准溶液每毫升相当于 0.25 mg 氟。

吸取上述标准溶液 20 mL、40 mL、80 mL、120 mL 分别放入 1 000 mL 容量瓶中,加水稀释至刻度,摇匀,此溶液每毫升分别相当于 0.005 mg、0.010 mg、0.020 mg、0.030 mg 氟的系列标准溶液,并分别贮存于塑料瓶中。

### 5.51.2 工作曲线的绘制

吸取 5.51.1 中系列标准溶液各 10.00 mL,放入盛有一搅拌子的 50 mL 烧杯中,加入 10.00 mL pH 6.0 的总离子强度配位缓冲液(5.32),将烧杯置于电磁搅拌器(6.8)上,在溶液中插入氟离子选择电极和饱和氯化钾甘汞电极,打开磁力搅拌器(6.8)搅拌 2 min,停搅 30 s。用离子计或酸度计(6.11)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。

## 5.52 甲基红指示剂溶液

将 0.2 g 甲基红溶于 100 mL 乙醇 95%(体积分数)中。

## 5.53 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。

## 5.54 溴酚蓝指示剂溶液

将 0.2 g 溴酚蓝溶于 100 mL 乙醇溶液(1+4)中。

## 5.55 1-(2-吡啶偶氮)-2-萘酚(PAN)指示剂溶液

将 0.2 g PAN 溶于 100 mL 乙醇 95%(体积分数)中。

## 5.56 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 1.000 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 °C~110 °C 烘干过

的硝酸钾( $\text{KNO}_3$ )混合研细,保存在磨口瓶中。

5.57 酸性铬蓝 K-萘酚绿 B 混合指示剂

称取 1.000 g 酸性铬蓝 K 与 2.500 g 萘酚绿 B 和 50 g 已在 105 °C ~ 110 °C 烘干过的硝酸钾( $\text{KNO}_3$ ),混合研细,保存在磨口瓶中。

5.58 酚酞指示剂溶液

将 1 g 酚酞溶于 100 mL 乙醇 95%(体积分数)中。

5.59 电解液

称取 6 g 碘化钾和 6 g 溴化钾,加入 10 mL 冰乙酸,用水稀释至 300 mL,搅拌使其全部溶解。此溶液在棕色试剂瓶中保存。

6 仪器与设备

6.1 天平

精确至 0.000 1 g。

6.2 铂、银或瓷坩埚

带盖,容量 20 mL ~ 30 mL。

6.3 铂皿

容量 70 mL ~ 100 mL。

6.4 镍坩埚

带盖,容量 30 mL ~ 50 mL。

6.5 高温炉

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。温度控制范围:室温 ~ 1 000 °C。

6.6 滤纸

定量滤纸。

6.7 玻璃容量器皿

滴定管、容量瓶、移液管。

6.8 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。

6.9 分光光度计

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

6.10 火焰光度计

带有 768 nm 和 589 nm 的干涉滤光片。

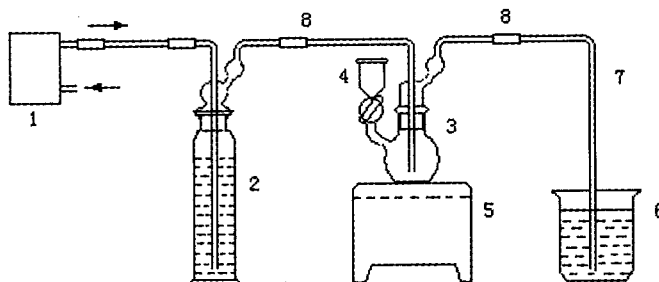
6.11 离子计或酸度计

带有氟离子选择性电极及饱和氯化钾甘汞电极。

6.12 库仑积分测硫仪

由管式高温炉、电解池、磁力搅拌器和库仑积分器组成。

6.13 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 100 mL 硫酸铜溶液(50 g/L)；  
 3——反应瓶(100 mL)；  
 4——分液漏斗；  
 5——电炉(600 W)；  
 6——烧杯；  
 7——玻璃管；  
 8——连接硅胶管。

图 1 仪器装置示意图

## 7 试样的制备

按 GB/T 12573 方法进行取样，样品应是具有代表性的均匀样品。采用四分法缩至约 100 g，经 80 $\mu$ m 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 80 $\mu$ m 方孔筛。将样品充分混匀后，装入带有磨口塞的瓶中并密封。

## 8 烧失量的测定——灼烧差减法

### 8.1 方法提要

试样在 800 $^{\circ}$ C~850 $^{\circ}$ C 的高温炉中灼烧，驱除水分和二氧化碳，同时将存在的易氧化元素氧化。

### 8.2 分析步骤

称取约 1 g 试样( $m_3$ )，精确至 0.000 1 g，置于已灼烧恒量的瓷坩埚中，将盖斜置于坩埚上，放在高温炉(6.5)内从低温开始逐渐升温，在 800 $^{\circ}$ C~850 $^{\circ}$ C 下灼烧 40 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。

### 8.3 结果的计算与表示

烧失量的质量分数  $w_{\text{LOI}}$  按式(13)计算：

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

式中：

- $w_{\text{LOI}}$ ——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)。

## 9 系统分析溶液的制备

称取约 0.5 g 试样( $m_5$ )，精确至 0.000 1 g，置于银坩埚中，加入 6 g~7 g 氢氧化钠(5.12)，在 650 $^{\circ}$ C~700 $^{\circ}$ C 的高温下熔融 30 min。取出冷却，将坩埚放入已盛有 100 mL 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 25 mL~30 mL 盐酸,再加入 1 mL 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 250 mL 容量瓶中,用水稀释至标线,摇匀。此溶液供测定二氧化硅、三氧化二铁、三氧化二铝、二氧化钛、氧化钙、氧化镁用。

## 10 二氧化硅的测定——氟硅酸钾容量法

### 10.1 方法提要

在有过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滴定。

### 10.2 分析步骤

吸取第 9 章中溶液 50.00 mL 放入 250 mL~300 mL 塑料杯中,加入 10 mL~15 mL 硝酸,搅拌,冷却至 30 °C 以下。加入固体氯化钾(5.36),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 2 g 氯化钾(5.36)及 10 mL 氯化钾溶液(5.37),仔细搅拌(如氯化钾析出量不够,应再补充加入),放置 15 min~20 min。用中速滤纸过滤,用氯化钾溶液(5.39)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 10 mL 30 °C 以下的氯化钾-乙醇溶液(5.40)及 1 mL 酚酞指示剂溶液(5.58),用氢氧化钠标准滴定溶液(5.50)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 200 mL 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(5.50)滴定至微红色。

### 10.3 结果的计算与表示

二氧化硅的质量分数  $w_{SiO_2}$  按式(14)计算:

$$w_{SiO_2} = \frac{T_{SiO_2} \times V_8 \times 5}{m_5 \times 1\,000} \times 100 \quad \dots\dots\dots (14)$$

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);

$V_8$ ——滴定时消耗氢氧化钠标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

$m_5$ ——第 9 章中试料的质量,单位为克(g);

5——全部试样溶液与所分取试样溶液的体积比。

## 11 三氧化二铁的测定——EDTA 直接滴定法

### 11.1 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。

### 11.2 分析步骤

吸取第 9 章中溶液 25.00 mL 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,加入 10 滴磺基水杨酸钠指示剂溶液(5.53),用 EDTA 标准滴定溶液(5.48)缓慢地滴定至亮黄色(终点时溶液温度不低于 60 °C)。保留此溶液供测定三氧化二铝用。

### 11.3 结果的计算与表示

三氧化二铁的质量分数  $w_{Fe_2O_3}$  按式(15)计算:

$$w_{Fe_2O_3} = \frac{T_{Fe_2O_3} \times V_9 \times 10}{m_5 \times 1\,000} \times 100 \quad \dots\dots\dots (15)$$

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);

$V_9$  ——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;

$m_5$  ——第 9 章中试料的质量, 单位为克(g)。

## 12 三氧化二铝的测定——EDTA 直接滴定法

### 12.1 方法提要

将滴定三氧化二铁后的溶液 pH 值调整至 3, 在煮沸下以 EDTA-铜和 PAN 为指示剂, 用 EDTA 标准滴定溶液滴定。

### 12.2 分析步骤

将第 11.2 条中测完铁的溶液用水稀释至约 200 mL, 加 1~2 滴溴酚蓝指示剂溶液(5.54), 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 15 mL pH3 的缓冲溶液(5.29)。加热至微沸并保持 1 min, 加入 10 滴 EDTA-铜溶液(5.27)及 2~3 滴 PAN 指示剂溶液(5.55), 用 EDTA 标准滴定溶液(5.48)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。

### 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(16)计算:

$$w_{\text{Al}_2\text{O}_3} = \frac{T_{\text{Al}_2\text{O}_3} \times V_{10} \times 10}{m_5 \times 1\,000} \times 100 \quad \dots\dots\dots (16)$$

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);

$V_{10}$  ——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;

$m_5$  ——第 9 章中试料的质量, 单位为克(g)。

## 13 二氧化钛的测定——二安替比林甲烷比色法

### 13.1 方法提要

在酸性溶液中  $\text{TiO}^{2+}$  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。

### 13.2 分析步骤

从第 9 章溶液中吸取 25.00 mL 移入 100 mL 容量瓶中, 加入 10 mL 盐酸(1+2)及 10 mL 抗坏血酸溶液(5.16), 静置 5 min。加 5 mL 乙醇 95%、20 mL 二安替比林甲烷溶液(5.24), 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(5.42.2)上查出二氧化钛的含量( $m_6$ )。

### 13.3 结果的计算与表示

二氧化钛的质量分数  $w_{\text{TiO}_2}$  按式(17)计算:

$$w_{\text{TiO}_2} = \frac{m_6 \times 10}{m_5 \times 1\,000} \times 100 \quad \dots\dots\dots (17)$$

式中:

$w_{\text{TiO}_2}$  ——二氧化钛的质量分数, %;

$m_6$  ——100 mL 测定溶液中二氧化钛的含量, 单位为毫克(mg);

10——全部试样溶液与所分取试样溶液的体积比；

$m_5$ ——第9章中试料的质量，单位为克(g)。

#### 14 氧化钙的测定——EDTA 滴定法

##### 14.1 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。

##### 14.2 分析步骤

从第9章溶液中吸取 25.00 mL 放入 400 mL 烧杯中，加入 7 mL 氟化钾溶液(5.38)，搅拌并放置 2 min 以上。加水稀释至约 200 mL，加 5 mL 三乙醇胺(5.33)及适量 CMP 混合指示剂(5.56)，在搅拌下加入氢氧化钾溶液(5.14)至出现绿色荧光后，再过量 7 mL~8 mL(此时溶液 pH>13)，用 EDTA 标准滴定溶液(5.48)滴定至绿色荧光消失并呈红色。

##### 14.3 结果的计算与表示

氧化钙的质量分数  $w_{\text{CaO}}$  按式(18)计算：

$$w_{\text{CaO}} = \frac{T_{\text{CaO}} \times V_{11} \times 10}{m_5 \times 1\,000} \times 100 \dots\dots\dots (18)$$

式中：

$w_{\text{CaO}}$ ——氧化钙的质量分数，%；

$T_{\text{CaO}}$ ——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)；

$V_{11}$ ——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；

$m_5$ ——第9章中试料的质量，单位为克(g)。

#### 15 氧化镁的测定——EDTA 滴定差减法

##### 15.1 方法提要

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

##### 15.2 分析步骤

从第9章溶液中吸取 25.00 mL 放入 400 mL 烧杯中，加水稀释至约 200 mL，加 1 mL 酒石酸钾钠溶液(5.34)、5 mL 三乙醇胺(5.33)。在搅拌下，用氨水(1+1)调整溶液 pH 值在 9 左右(用精密 pH 试纸检验)。然后加入 25 mL pH10 的缓冲溶液(5.30)及少许酸性铬蓝 K-萘酚绿 B 混合指示剂(5.57)，用 EDTA 标准滴定溶液(5.48)滴定，近终点时，应缓慢滴定至纯蓝色。

##### 15.3 结果的计算与表示

氧化镁的质量分数  $w_{\text{MgO}}$  按式(19)计算：

$$w_{\text{MgO}} = \frac{T_{\text{MgO}} \times (V_{12} - V_{11}) \times 10}{m_5 \times 1\,000} \times 100 \dots\dots\dots (19)$$

式中：

$w_{\text{MgO}}$ ——氧化镁的质量分数，%；

$T_{\text{MgO}}$ ——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)；

$V_{11}$ ——滴定氧化钙时消耗 EDTA 标准滴定溶液的体积，单位为毫升(mL)；

$V_{12}$ ——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)；

10——全部试样溶液与所分取试样溶液的体积比；

$m_5$ ——第9章中试料的质量，单位为克(g)。

## 16 硫化物硫的测定——碘量法

### 16.1 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。

### 16.2 分析步骤

使用 6.13 中规定的仪器装置。称取约 0.5 g 试样( $m_7$ ),精确至 0.000 1 g,置于 100 mL 的干燥的反应瓶底部,加入 1 g 氯化亚锡(5.19)。按 6.13 中仪器装置图连接各部件。由分液漏斗向反应瓶中加入 15 mL 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氨白色烟雾时(一般在加热后 5 min 左右),停止加热,再继续通气 5 min。取下吸收杯,关闭空气泵,用水冲洗吸收液内的玻璃管,加 10 mL 明胶溶液(5.22),用滴定管加入 5.00 mL 碘酸钾标准滴定溶液(5.44),在搅拌下一次加入 30 mL 硫酸(1+2),用硫代硫酸钠标准滴定溶液(5.46)滴定至淡黄色,加入 2 mL 淀粉溶液(5.23),再继续滴定至蓝色消失。

### 16.3 结果的计算与表示

硫化物硫的质量分数  $w_s$  按式(20)计算:

$$w_s = \frac{T_s \times (V_{14} - K_1 V_{13})}{m_7 \times 1\,000} \times 100 \quad \dots\dots\dots (20)$$

式中:

$w_s$ ——硫化物的质量分数,%;

$T_s$ ——每毫升碘酸钾标准滴定溶液相当于硫的毫克数,单位为毫克每毫升(mg/mL);

$V_{13}$ ——加入碘酸钾标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

$V_{14}$ ——滴定时消耗硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积,单位为毫升(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,单位为克(g)。

## 17 全硫的测定——硫酸钡重量法(基准法)

### 17.1 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。

### 17.2 分析步骤

称取约 0.20 g $\pm$ 0.01 g 试样( $m_8$ ),精确至 0.000 1 g,置于镍坩埚(6.4)中。加入 4 g 氢氧化钾(5.13),盖上坩埚盖(留有较大缝隙),放在小电炉上(500 °C~600 °C)熔融 30 min。取下坩埚,放冷。用热水将熔融物浸出于 300 mL 烧杯中,并以数滴盐酸(1+1)和热水洗净坩埚及盖。加入 20 mL 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 mL 烧杯中。

向溶液中加入 1~2 滴甲基红指示剂溶液(5.52),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 10 mL 盐酸(1+1),并将溶液体积调整至 200 mL~250 mL。将溶液加热至沸,在搅拌下滴加 15 mL 氯化钡溶液(5.18),继续煮沸数分钟。然后移至温热处静置 4 h 以上,或静置 12 h~24 h。

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(5.15)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 °C~950 °C 的高温炉内灼烧 30 min。取出坩埚,置于干燥器中冷却至室温,称量。如此反复灼烧,直至恒量。

### 17.3 结果的计算与表示

全硫(以三氧化硫表示)的质量分数( $w_{SO_3}$ )按式(21)计算:

$$(w_{\text{SO}_3\text{全}}) = \frac{m_9 \times 0.343}{m_8} \times 100 \quad \dots\dots\dots (21)$$

式中:

$w_{\text{SO}_3\text{全}}$ ——全硫(以三氧化硫表示)的质量分数, %;

$m_9$ ——灼烧后沉淀的质量, 单位为克(g);

0.343——硫酸钡对三氧化硫的换算系数;

$m_8$ ——试料质量, 单位为克(g)。

## 18 全硫的测定——碘量法(代用法)

### 18.1 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的硫酸盐还原成硫化物后, 用碘量法进行测定, 测得结果为全硫量。

### 18.2 分析步骤

称取约 0.2 g 试样( $m_{10}$ ), 精确至 0.000 1 g, 放入洗净烘干的反应瓶中。于带有刻度的 500 mL 吸收杯中, 加入 300 mL 水及 20 mL 氨性硫酸锌溶液(5.21)。向反应瓶中加入 20 mL 氯化亚锡-磷酸溶液(5.20)(反应瓶内的进气管须高出液面)。按仪器装置示意图(6.13), 联接空气泵、洗气瓶、反应瓶及吸收杯(600 W 电炉与调压变压器及 240 V 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 200 V 加热 10 min, 再调至 160 V 加热 10 min。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 10 mL 明胶溶液(5.22)。由滴定管向吸收杯中加入 15 mL~20 mL 碘酸钾标准滴定溶液(5.44), 一般应过量 2 mL~3 mL。在搅拌下向吸收杯中一次快速加入 30 mL 硫酸(1+2)。用硫代硫酸钠标准滴定溶液(5.46)滴定至淡黄色, 然后加入 2 mL 淀粉溶液(5.23), 继续滴定至蓝色消失。同时进行空白试验。

### 17.3 结果的计算与表示

试样中全硫(以三氧化硫计)的质量分数  $w_{\text{SO}_3\text{全}}$  按式(22)计算:

$$w_{\text{SO}_3\text{全}} = \frac{T_{\text{SO}_3} \times (V_{16} - K_1 V_{17})}{m_{10} \times 1\,000} \times 100 \quad \dots\dots\dots (22)$$

式中:

$w_{\text{SO}_3\text{全}}$ ——全硫(以三氧化硫计)的质量分数, %;

$T_{\text{SO}_3}$ ——每毫升碘酸钾标准滴定溶液相当于三氧化硫的毫克数, 单位为毫克每毫升(mg/mL);

$V_{16}$ ——加入碘酸钾标准滴定溶液的体积, 单位为毫升(mL);

$V_{17}$ ——滴定时消耗硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积, 单位为毫升(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;

$m_{10}$ ——试料的质量, 单位为克(g)。

## 19 全硫的测定——库仑滴定法(代用法)

### 19.1 方法提要

试样在催化剂的作用下, 于空气流中燃烧分解, 试样中硫生成二氧化硫并被碘化钾溶液吸收, 以电解碘化钾溶液所产生的碘进行滴定。

### 19.2 分析步骤

使用库仑积分测硫仪(6.12), 将管式高温炉升温并保证高温炉内异径管温度控制在 1 150 °C~1 200 °C。

开动供气泵和抽气泵并将抽气流量调节到约 1 000 mL/min。在抽气下, 将约 300 mL 电解液

(5.59)加入电解池内,开动磁力搅拌器。

调节电位平衡:在瓷舟中放入少量含一定硫的试样,并盖一薄层五氧化二钒(5.41),将瓷舟置于一稍大的石英舟上,送进炉内,库仑滴定随即开始。如果试验结束后库仑积分器的显示值为零,应再次调节直至显示值不为零为止。

称取约 0.05 g 试样( $m_{11}$ ),精确至 0.000 1 g,铺于瓷舟中,在试料上覆盖一薄层五氧化二钒(5.41),将瓷舟置于石英舟上,送进炉内,库仑滴定随即开始,试验结束后,库仑积分器显示出的结果通过标准样品进行校正后,得到三氧化硫(或全硫量)的毫克数( $m_{12}$ )。

### 19.3 结果的计算与表示

全硫(以三氧化硫计)的质量分数  $w_{\text{SO}_3}$  按式(23)计算:

$$w_{\text{SO}_3} = \frac{m_{12}}{m_{11} \times 1\,000} \times 100 \times = \frac{m_{12} \times 0.1}{m_{11}} \dots\dots\dots (23)$$

式中:

$w_{\text{SO}_3}$ ——全硫(以三氧化硫计)的质量分数, %;

$m_{12}$ ——库仑积分器上三氧化硫的显示值,单位为毫克(mg);

$m_{11}$ ——试料的质量,单位为克(g)。

## 20 硫酸盐硫的测定——差减法

### 20.1 方法提要

按照第 16 章和第 17 章或第 18、19 章方法得到硫化物硫质量分数值或全硫量的质量分数值,通过差减,得到硫酸盐硫(以三氧化硫计)的质量百分数值。

### 20.2 分析步骤

同第 16.2 条和第 17.2 条或第 18.2、19.2 条内容。

### 20.3 结果的计算与表示

硫酸盐硫(以三氧化硫表示)的质量分数  $w_{\text{SO}_3}$  按式(25)计算:

$$w_{\text{SO}_3} = w_{\text{SO}_3\text{全}} - w_s \times 2.5 \dots\dots\dots (25)$$

式中:

$w_{\text{SO}_3\text{全}}$ ——第 17 章或第 18、19 章中  $w_{\text{SO}_3\text{全}}$  数值, %;

$w_s$ ——第 16 章中  $w_s$  数值, %;

2.5——三氧化硫对硫的换算系数。

## 21 氧化钾和氧化钠的测定——火焰光度法

### 21.1 方法提要

明矾石膨胀水泥经氢氟酸-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(6.10)进行测定。

### 21.2 分析步骤

称取约 0.2 g 试样( $m_{13}$ ),精确至 0.000 1 g,置于铂皿中,用少量水润湿,加 5 mL~7 mL 氢氟酸及 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(5.52),用氨水(1+1)中和至黄色,加入 10 mL 碳酸铵溶液(5.26),搅拌,置于电热板上加热 20 min~30 min。用快速滤纸过滤,以热水洗涤,滤液及洗液盛于 100 mL 容量瓶中,冷却至室温。用盐酸(1+1)中和至溶液呈微红色,用水稀释至标线,摇匀。在火焰光度计(6.10)上,按仪器使用规程进行测定。在工作曲线(5.43.2)上分别查出氧化钾和氧化钠的含量( $m_{14}$ )和( $m_{15}$ )。

### 21.3 结果的计算与表示

氧化钾和氧化钠的质量百分数  $w_{K_2O}$  和  $w_{Na_2O}$  按式(26)和式(27)计算:

$$w_{K_2O} = \frac{m_{14}}{m_{13} \times 1\,000} \times 100 \quad \dots\dots\dots (26)$$

$$w_{Na_2O} = \frac{m_{15}}{m_{13} \times 1\,000} \times 100 \quad \dots\dots\dots (27)$$

式中:

$w_{K_2O}$ ——氧化钾的质量百分数, %;

$w_{Na_2O}$ ——氧化钠的质量百分数, %;

$m_{14}$ ——100 mL 测定溶液中氧化钾的含量, 单位为毫克(mg);

$m_{15}$ ——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)。

## 22 氟的测定——离子选择电极法

### 22.1 方法提要

在 pH 6.0 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。

### 22.2 分析步骤

称取约 0.2 g 试样( $m_{16}$ ), 精确至 0.000 1 g, 置于 100 mL 的干烧杯中, 加入 10 mL 水使其分散, 加入 5 mL 盐酸(1+1), 加热至微沸并保持 1 min~2 min。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(5.54)。用盐酸(1+1)和氢氧化钠溶液(5.31)调整溶液的酸度, 使溶液的颜色刚由蓝色变为黄色, 移入 100 mL 容量瓶中, 用水稀释至标线, 摇匀。

吸取 10.00 mL 溶液, 放入置有一根搅拌子的 50 mL 烧杯中, 加 10.00 mL pH6.0 的离子强度配位缓冲液(5.32), 将烧杯置于电磁搅拌器(6.8)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, 打开磁力搅拌器搅拌 2 min, 停止搅拌 30 s, 用离子计或酸度计测量溶液的平衡电位, 由工作曲线(5.51.2)上查出氟的浓度。

### 22.3 结果的计算与表示

氟的质量分数  $w_F$  按式(28)计算:

$$w_F = \frac{c_7 \times 100}{m_{16} \times 1\,000} \times 100 \quad \dots\dots\dots (28)$$

式中:

$w_F$ ——氟的质量百分数, %;

$c_7$ ——测定溶液中氟的浓度, 单位为毫克每毫升(mg/mL);

100——测定溶液稀释的总体积, 单位为毫升(mL);

$m_{16}$ ——试料的质量, 单位为克(g)。

## 23 重复性限和再现性限

本标准所列重复性限和再现性限为绝对偏差, 以质量分数(%)表示。

在重复性条件下(3.1), 采用本标准所列方法分析同一试样时, 两次分析结果之差应在所列的重复性限(表 1)内。如超出重复性限, 应在短时间内进行第三次测定, 测定结果与前两次或任一次分析结果之差值符合重复性限的规定时, 则取其平均值, 否则, 应查找原因, 重新按上述规定进行分析。

在再现性条件下(3.2), 采用本标准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在所列的再现性限(表 1)内。

化学分析方法测定结果的重复性限和再现性限见表 1。

表 1 化学分析方法测定结果的重复性限和再现性限

| 成 分              | 测定方法       | 重复性限/% | 再现性限/% |
|------------------|------------|--------|--------|
| 烧失量              | 灼烧差减法      | 0.15   | /      |
| 二氧化硅             | 氟硅酸钾容量法    | 0.20   | 0.30   |
| 三氧化二铁            | EDTA 直接滴定法 | 0.15   | 0.20   |
| 三氧化二铝            | EDTA 直接滴定法 | 0.20   | 0.30   |
| 二氧化钛             | 二安替比林甲烷比色法 | 0.05   | 0.10   |
| 氧化钙              | EDTA 滴定法   | 0.25   | 0.40   |
| 氧化镁              | EDTA 滴定差减法 | 0.20   | 0.30   |
| 硫化物硫             | 碘量法        | 0.10   | 0.20   |
| 全硫(以三氧化硫表示)(基准法) | 硫酸钡重量法     | 0.15   | 0.20   |
| 全硫(以三氧化硫表示)(代用法) | 碘量法        | 0.15   | 0.20   |
| 全硫(以三氧化硫表示)(代用法) | 库仑滴定法      | 0.15   | 0.20   |
| 硫酸盐硫(以三氧化硫表示)    | 碘量法        | 0.15   | 0.20   |
| 氧化钾              | 火焰光度法      | 0.10   | 0.15   |
| 氧化钠              | 火焰光度法      | 0.05   | 0.10   |
| 氟离子              | 离子选择电极法    | 0.10   | 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

JC/T 312—2009

\*

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

\*

开本 880 mm×1230 mm 1/16 1.25 印张 字数 39 千字  
2010 年 5 月第一版 2010 年 5 月第一次印刷  
印数 1~500 定价:26.00 元  
书号:1580227·244

\*

编号:0627

---

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