

ICS
Q
备案号:24201—2008

JC

中华人民共和国建材行业标准

JC/T 1084—2008

中国 ISO 标准砂化学分析方法

Methods for chemical analysis of China ISO standard sand

2008-06-16 发布

2008-12-01 实施

中华人民共和国国家发展和改革委员会 发布



前 言

本标准参考 ISO 680:1990《水泥试验—化学分析方法》标准。

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。

本标准起草单位:中国建筑材料科学研究总院,厦门艾思欧标准砂有限公司。

本标准主要起草人:刘文长、倪竹君、黄小楼、崔健、张亚珍、温玉刚。

本标准为首次发布。

中国 ISO 标准砂化学分析方法

1 范围

本标准规定了中国 ISO 标准砂化学分析方法的基本要求、试剂和材料、仪器与设备、试样的制备、烧失量的测定等。

本标准适用于中国 ISO 标准砂。

2 规范性引用标准

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件,其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本标准,然而,鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件,其最新版本适用于本标准。

GB/T 6682 分析试验室用水规格和试验方法

3 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,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。各项分析结果均以质量分数计,附着氯离子数值以%表示至小数点后四位,其他成分数值以%表示至小数点后二位。

3.3 允许差

本标准所列允许差均为绝对偏差。

同一试验室的允许差是指:同一试验室同一分析人员(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本标准相关的允许差规定。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),测定结果与前两次或任一次分析结果之差值符合本标准相关允许差的规定时,则取其平均值。否则,应查找原因,重新进行试验。

不同试验室的允许差是指:不同试验室采用本标准方法对同一试样各自进行分析时,所得分析结果的允许差应符合本标准相关的允许差规定。

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。

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 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 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(ρ),单位为克每立方厘米(g/cm^3)。

4.1 盐酸(HCl)

密度(ρ) $1.18\text{g}/\text{cm}^3 \sim 1.19\text{g}/\text{cm}^3$,质量分数 36%~38%。

4.2 氢氟酸(HF)

密度(ρ) $1.13\text{g}/\text{cm}^3$,质量分数 40%。

4.3 硝酸(HNO_3)

密度(ρ) $1.39\text{g}/\text{cm}^3 \sim 1.42\text{g}/\text{cm}^3$,质量分数 65%~68%。

4.4 硫酸(H_2SO_4)

密度(ρ) $1.84\text{g}/\text{cm}^3$,质量分数 95%~98%。

4.5 冰乙酸(CH_3COOH)

密度(ρ) $1.049\text{g}/\text{cm}^3$,质量分数 99.8%。

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

密度(ρ) $0.90\text{g}/\text{cm}^3 \sim 0.91\text{g}/\text{cm}^3$,质量分数 25%~28%。

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

体积分数 95%或无水乙醇。

4.8 盐酸(1+1);(1+2);(1+5)

4.9 硫酸(1+1);(1+4)

4.10 氨水(1+1);(1+2)

4.11 氢氧化钾溶液(200g/L)

将 200g 氢氧化钾溶于水中,加水稀释至 1L。贮存于塑料瓶中。

4.12 硝酸银溶液(5g/L)

将 5g 硝酸银溶于水中,加 10mL 硝酸(4.3),用水稀释至 1L。

4.13 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于电炉上加热溶化,待气泡停止发生后,冷却、敲碎、贮存于磨口瓶中。

4.14 EDTA-铜溶液

按 $[c(\text{EDTA})=0.010\text{mol}/\text{L}]$ EDTA 标准滴定溶液(4.28)与 $[c(\text{CuSO}_4)=0.010\text{mol}/\text{L}]$ 硫酸铜标准滴定溶液(4.29)的体积比(4.29.2),准确配制成等物质的量浓度的混合溶液。

4.15 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(4.5),用水稀释至 1L,摇匀。

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(4.5),用水稀释至 1L,摇匀。

4.17 pH10 缓冲溶液

将 67.5g 氯化铵(NH_4Cl)溶于水中,加 570mL 氨水(4.6),加水稀释至 1L,摇匀。

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

4.19 酒石酸钾钠溶液(100g/L)

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

4.20 氢氧化钠溶液 [$c(\text{NaOH})=0.5\text{mol/L}$]

将 2g 氢氧化钠(NaOH)溶于 100mL 水中。

4.21 硝酸溶液 [$c(\text{HNO}_3)=0.5\text{mol/L}$]

取 3mL 硝酸(4.3),用水稀释至 100mL。

4.22 氯化钾溶液 (50g/L)

称取 50g 氯化钾(KCl)溶于水中,稀释至 1L。

4.23 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。

4.24 氯化钾-乙醇溶液 (50g/L)

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

4.25 氯离子标准溶液

准确称取 0.3297g 已在 $105^\circ\text{C}\sim 110^\circ\text{C}$ 烘过 2h 的氯化钠(NaCl),溶于少量水中,然后移入 1L 容量瓶中,用水稀释至标线,摇匀。1mL 此溶液含 0.2mg 氯离子。

吸取上述溶液 50.00mL,注入 250mL 容量瓶中,用水稀释至标线,摇匀。1mL 此溶液含 0.04mg 氯离子。

4.26 硝酸汞 [$\text{Hg}(\text{NO}_3)_2$] 标准滴定溶液4.26.1 硝酸汞标准滴定溶液 [$c(\text{Hg}(\text{NO}_3)_2)=0.001\text{mol/L}$] 的配制

称取 0.34g 硝酸汞 [$\text{Hg}(\text{NO}_3)_2\cdot \frac{1}{2}\text{H}_2\text{O}$],溶于 10mL 硝酸(4.3)中,移入 1L 容量瓶内,用水稀释至标线,摇匀。

4.26.2 硝酸汞标准滴定溶液的标定

用微量滴定管准确加入 0.20mg(m_1)氯离子标准溶液于 50mL 锥形瓶中,加入 20mL 乙醇(4.7)及 1~2 滴溴酚蓝指示剂溶液(4.33),用氢氧化钠溶液(4.20)调至溶液呈蓝色,然后用硝酸溶液(4.21)调至溶液刚好变黄,再过量 1 滴(pH 约为 3.5),加入 10 滴二苯偶氮碳酰肼指示剂溶液(4.31),用硝酸汞标准滴定溶液滴定至紫红色出现。

同时进行空白试验,记录消耗的硝酸汞标准滴定溶液的体积为 V_1 ,单位为毫升(mL)。

硝酸汞标准滴定溶液对氯离子的滴定度,按式(1)计算:

$$T_{\text{Cl}^-} = \frac{m_1}{V_2 - V_1} \dots\dots\dots(1)$$

式中:

T_{Cl^-} ——每毫升硝酸汞标准滴定溶液相当于氯离子的毫克数,单位为毫克每毫升(mg/mL);

m_1 ——加入氯离子标准溶液中氯离子的质量,单位为毫克(mg);

V_2 ——标定时消耗硝酸汞标准溶液的体积,单位为毫升(mL);

V_1 ——空白试验消耗硝酸汞标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL)。

4.27 碳酸钙标准溶液 [$c(\text{CaCO}_3)=0.016\text{mol/L}$]

称取 0.4g(m_2)已于 $105^\circ\text{C}\sim 110^\circ\text{C}$ 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。

4.28 EDTA 标准滴定溶液 [$c(\text{EDTA})=0.010\text{mol/L}$]

4.28.1 标准滴定溶液的配制

称取约 3.74g 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,摇匀。

4.28.2 EDTA 标准滴定溶液浓度的标定

吸取 25.00mL 碳酸钙标准溶液(4.27)于 400mL 烧杯中,加水稀释至约 200mL,加入适量 CMP 混合指示剂(4.35),在搅拌下加入氢氧化钾溶液(4.11)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(2)计算:

$$c(\text{EDTA}) = \frac{m_2 \times 25 \times 1000}{250 \times V_3 \times 100.09} \quad \dots\dots\dots(2)$$

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_3 ——滴定时消耗 EDTA 标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

m_2 ——按 4.27 配制碳酸钙标准溶液的碳酸钙的质量,单位为克(g);

100.09—— CaCO_3 的摩尔质量,单位为克每摩尔(g/mol)。

4.28.3 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(3)、式(4)、式(5)、式(6)计算:

$$T_{\text{Fe}_2\text{O}_3} = c(\text{EDTA}) \times 79.84 \quad \dots\dots\dots(3)$$

$$T_{\text{Al}_2\text{O}_3} = c(\text{EDTA}) \times 50.98 \quad \dots\dots\dots(4)$$

$$T_{\text{CaO}} = c(\text{EDTA}) \times 56.08 \quad \dots\dots\dots(5)$$

$$T_{\text{MgO}} = c(\text{EDTA}) \times 40.31 \quad \dots\dots\dots(6)$$

式中:

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

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

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

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

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

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

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

56.08——CaO 的摩尔质量,单位为克每摩尔(g/mol);

40.31——MgO 的摩尔质量,单位为克每摩尔(g/mol)。

4.29 硫酸铜标准滴定溶液 [$c(\text{CuSO}_4) = 0.010\text{mol/L}$]

4.29.1 标准滴定溶液的配制

将 2.47g 硫酸铜($\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$)溶于水,加 4~5 滴硫酸(1+1),用水稀释至 1L,摇匀。

4.29.2 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(4.28)于 400mL 烧杯中,用水稀释到约 150mL,加入 15mL pH4.3 的缓冲溶液(4.16),加热至沸,取下稍冷,加入 5~6 滴 PAN 指示剂溶液(4.34),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(7)计算:

$$K = \frac{V_4}{V_5} \quad \dots\dots\dots(7)$$

式中:

K ——EDTA 标准滴定溶液与硫酸铜标准滴定溶液的体积比;

V_4 ——EDTA 标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

V_5 ——滴定时消耗硫酸铜标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL)。

4.30 氢氧化钠标准滴定溶液 [$c(\text{NaOH})=0.20\text{mol/L}$]

4.30.1 氢氧化钠标准滴定溶液 [$c(\text{NaOH})=0.20\text{mol/L}$] 的配制

将 80g 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。

4.30.2 氢氧化钠标准滴定溶液浓度的标定

称取约 1.0g(m_3)苯二甲酸氢钾($\text{C}_8\text{H}_5\text{K}_2\text{O}_4$),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(4.38),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(8)计算:

$$c(\text{NaOH}) = \frac{m_3 \times 1000}{V_6 \times 204.2} \quad \dots\dots\dots(8)$$

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_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);

m_3 ——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(9)计算:

$$T_{\text{SiO}_2} = c(\text{NaOH}) \times 15.02 \quad \dots\dots\dots(9)$$

式中:

T_{SiO_2} ——每毫升氢氧化钠标准滴定溶液相当于二氧化硅的毫克数,单位为毫克每毫升(mg/mL);

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

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

4.31 二苯偶氮碳酰肼溶液(10g/L)

将 1g 二苯偶氮碳酰肼溶于 100mL 乙醇(4.7)中。

4.32 磺基水杨酸钠指示剂溶液(100g/L)

将 10g 磺基水杨酸钠溶于水,加水稀释至 100mL。

4.33 溴酚蓝指示剂溶液(2g/L)

将 0.2g 溴酚蓝溶于 100mL 乙醇(4.7)中。

4.34 1-(2-吡啶偶氮)-2-萘酚指示剂溶液(2g/L)(简称 PAN)

将 0.2g PAN 溶于 100mL 乙醇(4.7)中。

4.35 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℃~110℃烘干过的硝酸钾(KNO_3)混合研细,保存在磨口瓶中。

4.36 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℃~110℃烘干过的硝酸钾(KNO_3),混合研细,保存在磨口瓶中。

4.37 对硝基酚($\text{C}_6\text{H}_4\text{O}_2\text{OH}$)指示剂溶液(2.5g/L)

称取 0.25g 对硝基酚溶于 100mL 水中。

4.38 酚酞指示剂溶液(10g/L)

将 1g 酚酞溶于 100mL 乙醇(4.7)中。

5 仪器与设备

- 5.1 分析天平:感量为 0.0001g。
- 5.2 天平:感量为 0.1g。
- 5.3 铂坩埚:带盖,容量 30mL。
- 5.4 酒精喷灯。
- 5.5 滤纸:快速定量滤纸。
- 5.6 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。
- 5.7 电炉:功率为 1500W,电压可调。
- 5.8 缩分器。

6 试样的制备

将被检样品采用缩分器(5.8)缩减至约 100g,经玛瑙研钵研磨后使其全部通过 0.045mm 方孔筛。将样品充分混匀后,装入带有磨口塞的瓶中并密封。分析前试样应于 105℃~110℃烘 2h,然后贮存于干燥器中,冷却至室温后称样。

7 烧失量的测定

7.1 方法提要

试样在 950℃~1000℃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。

7.2 分析步骤

称取约 1g(m_4)经过 105℃~110℃烘干 2h 并在干燥器中冷却至室温的试料,精确至 0.0001g,置于已灼烧恒量的铂坩埚中,将盖斜置于铂坩埚上,放在高温炉(5.6)内在 950℃~1000℃下灼烧 1h,取出铂坩埚置于干燥器中冷却至室温,称量。反复灼烧,直至恒量(m_5)。保留恒量试料,用于基准法二测定氧化硅的测定。

7.3 结果表示

烧失量的质量分数 W_{LoI} 按式(10)计算:

$$W_{\text{LoI}} = \frac{m_4 - m_5}{m_4} \times 100 \quad \dots\dots\dots (10)$$

式中:

W_{LoI} ——烧失量的质量分数,%;

m_4 ——试料的质量,单位为克(g);

m_5 ——灼烧后试料的质量,单位为克(g)。

7.4 允许差

同一试验室的允许差为 0.10%。

8 二氧化硅的测定(基准法)

8.1 方法提要

烧失量测定后的恒量试料,经过氢氟酸处理,使试料中的二氧化硅与氢氟酸生成四氟化硅气体,剩余残渣经过高温灼烧恒量,失去的质量即为二氧化硅的质量分数。

8.2 分析步骤

向烧失量测定后的恒量试料中加数滴水使试料润湿,防止试料溅失,然后加入 5 滴硫酸(1+1)和 10mL 氢氟酸(4.2),在电炉上蒸发至近干,取下坩埚,冷却后用少量水洗涤坩埚壁,然后再加入 5mL 氢氟酸(4.2),于低温电炉上蒸发近干,用少量水洗涤坩埚壁,再次蒸干后,升高电炉温度驱尽二氧化硫,直到白烟赶尽。加入 10 滴对硝基酚指示剂溶液(4.37),用氨水(1+1)调节变黄色,继续低温加热蒸干。冷

却后,用湿滤纸擦净铂坩埚外壁,放在高温炉(5.6)内在 $950^{\circ}\text{C}\sim 1000^{\circ}\text{C}$ 下灼烧 30min, 取出铂坩埚置于干燥器中冷却至室温,称量。反复灼烧,直至恒量(m_6)。保留铂坩埚中的残渣,用于三氧化二铁、三氧化二铝、氧化钙和氧化镁的测定。

同时进行空白试验。空白试验中的残渣质量为 m_0 ,单位为克(g)。

8.3 结果表示

二氧化硅的质量分数 W_{SiO_2} 按式(11)计算:

$$W_{\text{SiO}_2} = \frac{m_4 - m_6 + m_0}{m_4} \times 100 \quad \dots\dots\dots(11)$$

式中:

W_{SiO_2} ——二氧化硅的质量分数, %;

m_4 ——试料的质量,单位为克(g);

m_6 ——灼烧后试料的质量,单位为克(g);

m_0 ——空白试验残渣的质量,单位为克(g)。

8.4 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%。

9 系统分析溶液的制备

向保留在铂坩埚中的残渣中加入 4g 焦磷酸钾固体(4.13),在酒精喷灯(5.4)上加热熔融,5min 后,将熔融物均匀地附着在铂坩埚内壁上,取下冷却至室温。将铂坩埚放入已盛有 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,边搅拌边一次性加入 25~30mL 盐酸(4.1),再加入 1mL 硝酸(4.3)。用热盐酸溶液(1+5)洗净铂坩埚和盖,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。供测定三氧化二铁、三氧化二铝、氧化钙、氧化镁用。

10 三氧化二铁的测定

10.1 方法提要

在 pH1.8~2.0、温度为 $60^{\circ}\text{C}\sim 70^{\circ}\text{C}$ 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。

10.2 分析步骤

从溶液(9)中吸取 50.00mL 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°C ,加入 10 滴磺基水杨酸钠指示剂溶液(4.32),用 EDTA 标准滴定溶液(4.28)缓慢地滴定至亮黄色或无色(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。

10.3 结果表示

三氧化二铁的质量分数 $W_{\text{Fe}_2\text{O}_3}$ 按式(12)计算:

$$W_{\text{Fe}_2\text{O}_3} = \frac{T_{\text{Fe}_2\text{O}_3} \times V_7 \times 5}{m_4 \times 1000} \times 100 \quad \dots\dots\dots(12)$$

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_7 ——滴定时消耗 EDTA 标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

5——全部试样溶液与所分取试样溶液的体积比;

m_4 ——试料的质量,单位为克(g)。

10.4 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%。

11 三氧化二铝的测定

11.1 方法提要

将滴定三氧化二铁后的溶液 pH 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。

11.2 分析步骤

将测完三氧化二铁的溶液(10.2)用水稀释至约 200mL,加 1~2 滴溴酚蓝指示剂溶液(4.33),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(4.15)。加热至微沸并保持 1min,加入 10 滴 EDTA-铜溶液(4.14)及 2~3 滴 PAN 指示剂溶液(4.34),用 EDTA 标准滴定溶液(4.28)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

三氧化二铝的质量分数 $W_{Al_2O_3}$ 按式(13)计算:

$$W_{Al_2O_3} = \frac{T_{Al_2O_3} \times V_8 \times 5}{m_4 \times 1000} \times 100 \quad \dots\dots\dots(13)$$

式中:

$W_{Al_2O_3}$ ——三氧化二铝的质量分数,%;

$T_{Al_2O_3}$ ——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_8 ——滴定时消耗 EDTA 标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

5——全部试样溶液与所分取试样溶液的体积比;

m_4 ——试料的质量,单位为克(g)。

11.4 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%。

12 氧化钙的测定

12.1 方法提要

在 pH13 以上的强碱性溶液中,以三乙醇胺为掩蔽剂,钙黄绿素-甲基百里香酚蓝-酚酞为混合指示剂,用 EDTA 标准滴定溶液滴定。

12.2 分析步骤

从溶液(9)中吸取 50.00mL 溶液放入 400mL 烧杯中,加水稀释至约 200mL,加 5mL 三乙醇胺(4.18)及适量 CMP 混合指示剂(4.35),在搅拌下加入氢氧化钾溶液(4.11)至出现绿色荧光后,再过量 7~8mL (此时溶液 pH>13),用 EDTA 标准滴定溶液(4.28)滴定至绿色荧光消失并呈红色。

12.3 结果表示

氧化钙的质量分数 W_{CaO} 按式(14)计算:

$$W_{CaO} = \frac{T_{CaO} \times V_9 \times 5}{m_4 \times 1000} \times 100 \quad \dots\dots\dots(14)$$

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);

5——全部试样溶液与所分取试样溶液的体积比;

m_4 ——试料的质量,单位为克(g)。

12.4 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%。

13 氧化镁的测定

13.1 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。

13.2 分析步骤

从溶液(9)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(4.19)、5mL 三乙醇胺(4.18)。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(4.17)及少许酸性铬蓝 K-萘酚绿 B 混合指示剂(4.36),用 EDTA 标准滴定溶液(4.28)滴定,近终点时,应缓慢滴定至纯蓝色。

13.3 结果表示

氧化镁的质量分数 W_{MgO} 按式(15)计算:

$$W_{MgO} = \frac{T_{MgO} \times (V_{10} - V_9) \times 5}{m_4 \times 1000} \times 100 \quad \dots\dots\dots(15)$$

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_9 ——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_{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);

5——全部试样溶液与所分取试样溶液的体积比;

m_4 ——试料的质量,单位为克(g)。

13.4 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%。

14 附着氯离子含量的测定

14.1 方法提要

在硝酸介质中,加入适量的乙醇,在 pH3.5 左右,以二苯偶氮碳酰肼为指示剂,用硝酸汞标准滴定溶液滴定。

14.2 分析步骤

准确称取 15.0g(m_1)未经粉磨的原标准砂样,精确至 0.1g,置于 300mL 烧杯中,加 100mL 沸水,将烧杯放在电炉上加热煮沸 2min,在加热期间应不断地搅拌。取下,用慢速滤纸过滤,用热水洗涤试样 7~8 次,将滤液及洗液收集于 500mL 烧杯中,加入 5 滴硝酸溶液(4.21),调整溶液体积至 300mL 左右,加 2~3 滴溴酚蓝指示剂溶液(4.33),用氢氧化钠溶液(4.20)调整至蓝色,再滴加硝酸溶液(4.21)至呈黄色并过量 6 滴,加入 50mL 乙醇(4.7),加入 1mL 二苯偶氮碳酰肼指示剂溶液(4.31),用硝酸汞标准滴定溶液(4.26)滴定至溶液由黄色变为紫红色即为终点。

同时进行空白试验,空白试验所消耗硝酸汞标准滴定溶液的体积为 V_{11} ,单位为毫升(mL)。

14.3 结果表示

附着氯离子的质量分数 W_{cl} 按式(16)计算:

$$W_{\text{cl}} = \frac{T_{\text{cl}} \times (V_{12} - V_{11})}{m_7 \times 1000} \times 100 \quad \dots\dots\dots (16)$$

式中:

W_{cl} ——附着氯离子的质量分数, %;

T_{cl} ——每毫升硝酸汞标准滴定溶液相当于附着氯离子的毫克数, 单位为毫克每毫升(mg/mL);

V_{12} ——滴定所消耗硝酸汞标准滴定溶液的体积, 单位为毫升(mL);

V_{11} ——空白试验所消耗硝酸汞标准滴定溶液的体积, 单位为毫升(mL);

m_7 ——试料的质量, 单位为克(g)。

14.4 允许差

同一试验室的允许差为 0.0002%;

不同试验室的允许差为 0.0004%。

15 二氧化硅的测定(代用法)

15.1 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。

15.2 分析步骤

称取 0.1g(m_g)经过 105℃~110℃烘干 2h 并在干燥器中冷却至室温的试料, 精确至 0.0001g, 置于 50mL 的镍坩埚中, 加入 2g~3g 固体氢氧化钾, 盖上镍坩埚盖, 在电炉上加热熔融 5min, 取下冷却。用少量蒸馏水浸取熔块于 400mL 塑料杯中, 加数滴稀硝酸(1+15)清洗镍坩埚及盖子, 再用水冲洗干净, 控制塑料杯中溶液总体积不超过 50mL。在搅拌下一次快速加入 15mL 硝酸(4.3), 冷却至 30℃以下。加入固体氯化钾, 仔细搅拌至溶液饱和并有少量氯化钾析出, 过量 2g。加入 10mL 氯化钾溶液(4.23), 放置 15min, 用中速定量滤纸过滤。用氯化钾溶液(4.22)洗涤滤纸及沉淀 3 次, 将滤纸连同沉淀取下, 置于原塑料杯中, 沿杯壁加入 15mL 30℃以下的氯化钾-乙醇溶液(4.24)及 1mL 酚酞指示剂溶液(4.38), 用氢氧化钠标准滴定溶液(4.30)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 300mL 沸水(煮沸并用氢氧化钠溶液中和至酚酞指示剂呈微红色), 用氢氧化钠标准滴定溶液(4.30)滴定至微红色。

15.3 结果表示

二氧化硅的质量百分数 W_{SiO_2} 按式(17)计算:

$$W_{\text{SiO}_2} = \frac{T_{\text{SiO}_2} \times V_{13}}{m_g \times 1000} \times 100 \quad \dots\dots\dots (17)$$

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_{13} ——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_g ——试料的质量, 单位为克(g)。

15.4 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 0.35%。

中 华 人 民 共 和 国
建 材 行 业 标 准
中国 ISO 标准砂化学分析方法
JC/T 1084—2008

*

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 880×1230 1/16 印张 1 字数 25 千字
2008 年 11 月第一版 2008 年 11 月第一次印刷
印数 1—200 定价 15.00 元
书号:1580227·199

*

编号:0554

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。