

ICS

Q

备案号:24205—2008

JC

中华人民共和国建材行业标准

JC/T 1088—2008

粒化电炉磷渣化学分析方法

Methods for chemical analysis of granulated electric furnace phosphorous slag

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

本标准与 EN 196-2:2005《水泥试验方法—水泥化学分析方法》和 ASTM C 114:2005《水泥化学分析方法》一致性程度为非等效。

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院、中国建筑材料检验认证中心。

本标准主要起草人:闫伟志、王瑞海、王冠杰、温玉刚、黄小楼。

本标准为首次发布。

粒化电炉磷渣化学分析方法

1 范围

本标准规定了粒化电炉磷渣化学分析方法的基准法和代用法。在有争议时,以基准法为准。
本标准适用于建筑材料行业用粒化电炉磷渣及指定采用本标准的其他材料。

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 176—2008 水泥化学分析方法

GB/T 2007.1 散装矿产品取样、制样通则 手工取样方法

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

3 术语和定义

GB/T 15000 系列标准确立的以及下列术语和定义适用于本标准。

3.1 重复性条件 *repeatability conditions*

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

3.2 再现性条件 *reproducibility conditions*

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

3.3 重复性限 *repeatability limit*

一个数值,在重复性条件(3.1)下,两个测试结果的绝对差小于或等于此数的概率为 95%。

3.4 再现性限 *reproducibility limit*

一个数值,在再现性条件(3.2)下,两个测试结果的绝对差小于或等于此数的概率为 95%。

4 试验的基本要求

4.1 试验次数与要求

每项测定的试验次数规定为两次。用两次试验平均值表示测定结果。

分析前试样应于 105℃~110℃烘 2 h,于干燥器中冷却至室温后称样。

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。

4.2 质量、体积和结果的表示

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。

硝酸汞标准滴定溶液对氯离子的滴定度经修约后保留有效数字三位,其他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。氯离子分析结果以%表示至小数点后三位,其他各项分析结果以%表示至小数点后二位。

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(6.4)中,在规定的温度下灼烧。在干燥器(6.3)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。

5 试剂和材料

除另有说明外,所用试剂应不低于分析纯。所用水应符合GB/T 6682中规定的三级水要求。

本标准所列市售浓液体试剂的密度指20℃的密度(ρ),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+2)表示1份体积的浓盐酸与2份体积的水相混合。

5.1 盐酸(HCl)

1.18 g/cm³~1.19 g/cm³,质量分数36%~38%。

5.2 氢氟酸(HF)

1.15 g/cm³~1.18 g/cm³,质量分数40%。

5.3 硫酸(H₂SO₄)

1.84 g/cm³,质量分数95%~98%。

5.4 三乙醇胺[N(CH₂CH₂OH)₃]

1.12 g/cm³,质量分数99%。

5.5 盐酸(1+1);(1+10)

5.6 硫酸(1+1);

5.7 三乙醇胺(1+2)

5.8 氢氧化钠(NaOH)

5.9 无水碳酸钠

将无水碳酸钠(Na₂CO₃)用玛瑙研钵研细至粉末状保存。

5.10 碳酸钠-硼砂混合熔剂(2+1)

将2份质量的无水碳酸钠(Na₂CO₃)与1份质量的无水硼砂(Na₂B₄O₇)混匀研细,贮存于密封瓶中。

5.11 氢氧化钠溶液(200 g/L)

将20 g氢氧化钠(NaOH)溶于水中,加水稀释至100 mL。贮存于塑料瓶中。

5.12 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1L。贮存于塑料瓶中。

5.13 钼酸铵溶液(15 g/L)

将3 g钼酸铵[(NH₄)₆Mo₇O₂₄·4H₂O]溶于100 mL热水中,加入60 mL硫酸(1+1)摇匀。冷却后加水稀释至200 mL,将此溶液保存于塑料瓶中。此溶液在一周内使用。

5.14 抗坏血酸溶液(50 g/L)

将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。

5.15 pH10 的缓冲溶液

将 67.5 g 氯化铵(NH_4Cl)溶于水中,加入 570 mL 氨水($\text{NH}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$),加水稀释至 1L。

5.16 酒石酸钾钠溶液(100 g/L)

将 10 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 100 mL。

5.17 氟化钾溶液(20 g/L)

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

5.18 五氧化二磷(P_2O_5)标准溶液

5.18.1 五氧化二磷标准溶液的配制

称取 0.1917 g 已于 $105^{\circ}\text{C} \sim 110^{\circ}\text{C}$ 烘过 2 h 的磷酸二氢钾(KH_2PO_4 ,基准试剂),精确至 0.0001 g,置于 300 mL 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。此标准溶液每毫升含 0.1 mg 五氧化二磷。

吸取 50.00 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 0.01 mg 五氧化二磷。

5.18.2 工作曲线的绘制

吸取每毫升含 0.01 mg 五氧化二磷的标准溶液 0 mL、2.00 mL、4.00 mL、6.00 mL、8.00 mL、10.00 mL、15.00 mL、20.00 mL、25.00 mL 分别放入 200 mL 烧杯中,加水稀释至 50 mL,加入 10 mL 铬酸铵溶液(5.13)和 2 mL 抗坏血酸溶液(5.14),加热微沸(1.5 ± 0.5) min,须冷却至室温后,移入 100 mL 容量瓶中,用盐酸(1+10)洗涤烧杯并用盐酸(1+10)稀释至标线,摇匀。用分光光度计,10 mm 比色皿,以水作参比,于波长 730 nm 处测定溶液的吸光度。用测得的吸光度作为相对应的五氧化二磷含量的函数,绘制工作曲线。

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

称取 0.6 g(m_1)已于 $105^{\circ}\text{C} \sim 110^{\circ}\text{C}$ 烘过 2 h 的碳酸钙(CaCO_3 ,基准试剂),精确至 0.0001 g,置于 400 mL 烧杯中,加入约 100 mL 水,盖上表面皿,沿杯口慢慢加入 5 mL~10 mL 盐酸(1+1),搅拌至碳酸钙全部溶解,将溶液加热煮沸。冷却至室温,移入 250 mL 容量瓶中,用水稀释至标线,摇匀。

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

5.20.1 EDTA 标准滴定溶液的配制

称取约 5.6 g EDTA(乙二胺四乙酸二钠, $\text{C}_{10}\text{H}_{14}\text{N}_2\text{O}_8\text{Na}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$)置于烧杯中,加入约 200 mL 水,加热溶解,过滤,加水稀释至 1L,摇匀。

5.20.2 EDTA 标准滴定溶液浓度的标定

吸取 25.00 mL 碳酸钙标准溶液(5.19)放入 400 mL 烧杯中,加水稀释至约 200 mL,加入适量的 CMP 混合指示剂(5.22),在搅拌下加入氢氧化钾溶液(5.12)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。

EDTA 标准滴定溶液的浓度按式(1)计算:

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

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_1 ——滴定时消耗 EDTA 标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

m_1 ——按 5.19 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)。

5.20.3 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、氧化钙、氧化镁的滴定度分别按式(2)、式(3)、式(4)、式(5)计算:

6.3 干燥器

内装变色硅胶。

6.4 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，可控制温度（950±25）℃。

6.5 玻璃容量器皿

滴定管、容量瓶、移液管。

6.6 分光光度计

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

7 试样的制备

按 GB/T 2007.1 方法取样,送往实验室的样品应是具有代表性的均匀性样品。采用四分法或缩分器将试样缩分至约 100 g,经 80 μm 方孔筛筛选,用磁铁吸去筛余物中金属铁,将筛余物经过研磨后使其全部通过孔径为 80 μm 方孔筛,充分混匀,装入试样瓶中,密封保存,供测定用。

8 烧失量的测定——灼烧差减法

8.1 方法提要

试样在(950±25)℃的高温炉中灼烧，驱除二氧化碳和水分，同时将存在的易氧化的元素氧化。

8.2 分析步骤

称取约 1 g 试样(m_2)，精确至 0.000 1 g，放入已灼烧恒量的瓷坩埚中，将盖斜置于坩埚上，放在高温炉(6.4)内，从低温开始逐渐升高温度，在(950±25) °C下灼烧 15 min~20 min，取出坩埚置于干燥器(6.3)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_{LOI} 按式(7)计算:

$$w_{\text{LOI}} = \frac{m_2 - m_3}{m_2} \times 100 \quad \dots \dots \dots \quad (7)$$

式中：

w_{LOI} ——烧失量的质量分数, %;

m_2 ——试料的质量,单位为克(g);

m_3 — 灼烧后试料的质量, 单位为克(g)。

9 二氧化硅的测定——氟硅酸钾容量法

按 GB/T 176—2008 中第 23 章进行。

10 三氧化二铁的测定——EDTA 直接滴定法

按 GB/T 176—2008 中第 12 章进行。

11 三氧化二铝的测定——EDTA 直接滴定法

按 GB/T 176—2008 中第 13 章进行。

12 氧化钙的测定——碳酸钙返滴定法

12.1 方法提要

在 pH13 以上强碱性溶液中,以三乙醇胺为掩蔽剂,用 CMP 混合指示剂,加入过量的 EDTA 标

准滴定溶液,用碳酸钙标准滴定溶液回滴过量的 EDTA。

12.2 分析步骤

称取约 0.5 g 试样(m_4),精确至 0.000 1 g,置于银坩埚中,加入 6 g~7 g 氢氧化钠(5.8),盖上坩埚盖(留有缝隙),放入高温炉(6.4)中,从低温升起,在 650℃~700℃的高温下熔融 20 min,其间取出摇动 1 次。取出冷却,将坩埚放入已盛有约 100 mL 沸水的 300 mL 烧杯中,盖上表面皿,在电炉上适当加热,待熔块完全浸出后,取出坩埚,用水冲洗坩埚和盖。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。将溶液加热煮沸,冷却至室温后,移入 250 mL 容量瓶中,用水稀释至标线,摇匀。此溶液 A 供测定氧化钙(12.2)、氧化镁(17.2)用。

从溶液 A 中吸取 25.00 mL 溶液于 400 mL 烧杯中,加入 7 mL~10 mL 氯化钾(5.17)溶液,加水稀释至约 200 mL,加 5 mL 三乙醇胺(1+2)及适量的 CMP 混合指示剂(5.22),在搅拌下加入氢氧化钾溶液(5.12)至出现绿色荧光后再过量 5 mL~8 mL,以 EDTA 标准滴定溶液 [$c(\text{EDTA}) = 0.015 \text{ mol/L}$] (5.20)滴定至绿色荧光消失并呈现稳定的红色,过量 3 mL~5 mL,放置 1 min,然后用碳酸钙标准滴定溶液(5.21)滴定至绿色荧光出现。

12.3 结果的计算与表示

氧化钙的质量百分数 w_{CaO} 按式(8)计算:

$$w_{\text{CaO}} = \frac{T_{\text{CaO}} \times (V_4 - K_1 \times V_5) \times 10}{m_4 \times 1000} \times 100 = \frac{T_{\text{CaO}} \times (V_4 - K_1 \times V_5)}{m_4} \quad \dots\dots\dots \quad (8)$$

式中:

w_{CaO} ——氧化钙的质量分数,%;

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);

V_4 ——加入 EDTA 标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

V_5 ——滴定时消耗碳酸钙标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

K_1 ——EDTA 标准滴定溶液与碳酸钙标准滴定溶液的体积比;

m_4 ——12.2 中试料的质量,单位为克(g)。

13 氧化镁的测定——原子吸收光谱法(基准法)

按 GB/T 176—2008 中第 15 章进行。

14 三氧化硫的测定——硫酸钡重量法

按 GB/T 176—2008 中第 10 章进行。

15 氧化钾和氯化钠的测定——火焰光度法

按 GB/T 176—2008 中第 17 章进行。

16 五氧化二磷的测定——磷钼酸铵比色法

16.1 方法提要

在一定的酸性介质中,磷与钼酸铵和抗坏血酸生成蓝色配合物,于波长 730 nm 处测定溶液的吸光度。

16.2 分析步骤

称取约 0.25 g 试样(m_5),精确至 0.000 1 g,置于铂坩埚中,加入少量水润湿,缓慢加入 3 mL 盐酸、5 滴硫酸(1+1)和 5 mL 氢氟酸,放入通风橱内电热板上缓慢加热,近干时摇动坩埚,以防溅失,蒸发至干,再加入 3 mL 氢氟酸,继续放入通风橱内电热板上蒸发至干。

取下冷却,向经氢氟酸处理后得到的残渣中加入 3g 碳酸钠—硼砂混合熔剂(5.10),混匀,在 950℃

~1 000℃下熔融10 min,用坩埚钳夹持坩埚旋转,使熔融物均匀地附于坩埚内壁,冷却后,将坩埚放入已加热至微沸的盛有10 mL硫酸(1+1)及100 mL水的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,冷却后,转移到250 mL容量瓶中,用水稀释至标线,摇匀。

吸取 10.00 mL 上述试样溶液放入 200 mL 烧杯中(试样溶液的分取量视五氧化二磷的含量而定), 加水至 50 mL, 加入 1 滴对硝基酚指示剂溶液(5.24), 滴加氢氧化钠溶液(5.11)至黄色, 再滴加盐酸(1+1)至无色, 加入 10 mL 铬酸铵溶液(5.13)和 2 mL 抗坏血酸(5.14), 加热微沸(1.5 ± 0.5) min, 冷却后, 移入 100 mL 容量瓶中, 用盐酸(1+10)洗涤烧杯并用盐酸(1+10)稀释至标线, 摆匀。用分光光度计, 10 mm 比色皿, 以水作参比, 于波长 730 nm 处测定溶液的吸光度。在工作曲线(5.18.2)上查出五氧化二磷的含量($m\%$)。

16.3 结果的计算与表示

五氧化二磷的质量百分数 $w_{P_2O_5}$ 按式(9)计算:

$$w_{\text{P}_2\text{O}_5} = \frac{m_b \times 5}{m_5 \times 1000} \times 100 = \frac{m_b \times 0.5}{m_5} \quad \dots \dots \dots \quad (9)$$

式中：

$w_{P_2O_5}$ ——五氧化二磷的质量分数, %;

m_6 —— 100 mL 溶液中五氧化二磷的含量, 单位为毫克(mg);

m_5 ——16.2(m_5)中试料的质量,单位为克(g)。

17 氧化镁的测定——EDTA 滴定差减法(代用法)

17.1 方法提要

在 pH 10 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。

17.2 分析步骤

从溶液 A 中吸取 25.00 mL 溶液于 400 mL 烧杯中, 加水稀释至约 200 mL, 依次加入 1 mL 酒石酸钾钠(5.16)和 5 mL 三乙醇胺(5.7), 搅拌。然后加入 25 mL pH 10 缓冲溶液(5.15)及适量的酸性铬蓝 K-萘酚绿 B 混合指示剂(5.23), 以 EDTA 标准滴定溶液 [$c(\text{EDTA}) = 0.015 \text{ mol/L}$] (5.20) 滴定, 近终点时应缓慢滴定至纯蓝色。

17.3 结果表示

氧化镁的质量分数 w_{MgO} 按式(10)计算:

$$w_{\text{MgO}} = \frac{T_{\text{MgO}} \times V_6 \times 10}{m_4 \times 100} \times 100 - 0.7188 w_{\text{CaO}} = \frac{T_{\text{MgO}} \times V_6}{m_4} - 0.7188 w_{\text{CaO}} \quad \dots \dots \dots (10)$$

式中：

w_{MgO} —— 氧化镁的质量分数, %;

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);

V_6 ——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);

m_4 ——12.2中试料的质量,单位为克(g)。

w_{CaO} ——按 12.2 测定的氧化钙的质量分数, %;

0.7188——氯化钙对氯化镁的换算系数。

18 氟离子的测定——离子选择电极法

按 GB/T 176—2008 中第 37 章进行。

19 氯离子的测定——磷酸蒸馏—汞盐滴定法

按 GB/T 176—2008 中第 35 章进行。

20 测定结果的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 测定结果的重复性极限和再现性极限

成 分	测定方法	重复性极限(%)	再现性极限(%)
烧失量	灼烧差减法	0.16	0.25
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
氧化钙	EDTA 反滴定法	0.25	0.40
氧化镁(基准法)	原子吸收光谱法	0.15	0.25
三氧化硫	硫酸钡重量法	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
五氧化二磷	磷钼酸铵比色法	0.15	0.20
氧化镁(代用法)	EDTA 滴定差减法	0.20	0.30
氟离子	离子选择电极法	0.05	0.10
氯离子	磷酸蒸馏—汞盐滴定法	0.003	0.005

中华人民共和国
建材行业标准
粒化电炉磷渣化学分析方法

JC/T 1088—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
地质矿产部印刷厂印刷
版权所有 不得翻印

*

开本 880×1230 1/16 印张 1 字数 21 千字
2008 年 11 月第一版 2008 年 11 月第一次印刷
印数 1—200 定价:13.00 元
书号:1580227·203

*

编号:0582