

中华人民共和国建材行业标准

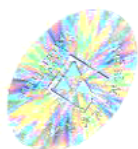
JC/T 478.2—2013
代替 JC/T 478.2—1992

建筑石灰试验方法 第 2 部分:化学分析方法

Standard test methods for building lime—
Part 2: Methods for chemical analysis

2013-04-25 发布

2013-09-01 实施



中华人民共和国工业和信息化部 发布

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

JC/T 478《建筑石灰试验方法》分为两个部分：

——第 1 部分：物理试验方法；

——第 2 部分：化学分析方法。

本标准为 JC/T 478 的第 2 部分。

本部分代替 JC/T 478.2—1992《建筑石灰试验方法 化学分析方法》。与 JC/T 478.2—1992 相比，除编辑性修改外主要技术变化如下：

- 增加了规范性引用文件(见第 2 章)；
- 增加了术语和定义(见第 3 章)；
- 删除了二氧化硅的测定有关的内容(见 1992 年版的 3.1)；
- 删除了三氧化二铁的测定有关的内容(见 1992 年版的 3.2.2)；
- 删除了三氧化二铝的测定有关的内容(见 1992 年版的 3.2.3)；
- 增加了通用仪器、材料和试剂(见第 4 章)；
- 增加了一般规定(见第 5 章)；
- 修改了灼烧失量测定有关的内容(见第 6 章, 1992 年版的 3.3)；
- 修改了酸不溶物测定有关内容(见第 7 章、第 8 章, 1992 年版的 3.4)；
- 修改了氧化钙，氧化镁含量的测定有关的内容(见第 9 章, 1992 年版的 3.2.4 及 3.2.5)；
- 增加了铁、铝等混合氧化物的测定有关的内容(见 9.4.2 的注)；
- 修改了二氧化碳测定有关的内容(见第 10 章, 1992 年版的 3.3)；
- 增加了三氧化硫的测定有关的内容(见第 11 章)；
- 增加了有效氧化钙的测定有关的内容(见第 12 章)。

本标准由中国建筑材料联合会提出并归口。

本标准起草单位：苏州中石钙化物工程技术有限公司、常熟大众钙化物有限公司、中国石灰协会。

本标准主要起草人：薛用芳、王世珍、乔学礼、吴志芳、尹保明。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

——GB 1595—1979、JC/T 478.2—1992。

建筑石灰试验方法

第 2 部分：化学分析方法

1 范围

本部分规定了建筑生石灰和建筑消石灰的化学分析方法的术语和定义、通用仪器、材料和试剂、一般规定、灼烧失量、酸不溶物-盐酸法(基准法)、酸不溶物-高氯酸法(代用法)、氧化钙、氧化镁、二氧化碳、三氧化硫和有效氧化钙含量等。

本部分适用于建筑生石灰、消石灰的化学分析方法，其他用途石灰亦可参照使用。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件，仅注日期的版本适用于本文件。凡是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—2008 水泥化学分析方法

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 8170 数字修约规则与极限数值的标示和判定

JC/T 619 石灰术语

JC/T 620 石灰取样方法

3 术语和定义

JC/T 619 界定的术语和定义适用于本文件。

4 通用仪器、材料和试剂

4.1 通用仪器设备

- 4.1.1 天平：量程为 200 g，精度 0.000 1 g。
- 4.1.2 玻璃容量器皿：容量瓶、烧杯、滴定管、移液管等。
- 4.1.3 干燥器：内置干燥剂。
- 4.1.4 滤纸：无灰快速、中速、慢速滤纸。
- 4.1.5 坩埚：瓷坩埚或铂金坩埚。
- 4.1.6 高温炉：温度可调，最高使用温度 1 000℃。
- 4.1.7 烘箱：温度可调，最高使用温度 300℃。
- 4.1.8 磁力搅拌器。
- 4.1.9 二氧化碳测定装置：见 GB/T 176—2008 中 6.21。

4.2 试剂和材料

4. 2. 1 试剂纯度

在所有分析测定中都采用分析纯或优级纯试剂。

4. 2. 2 水的纯度

一般用蒸馏水，或符合 GB/T 6682 的实验室用水。

4. 2. 3 试剂浓度

4. 2. 3. 1 浓酸和浓氢氧化铵

浓酸和浓氢氧化铵的密度见表 1。

表1

名称	密度 g/cm ³
盐酸(HCl)	1. 19
硝酸(HNO ₃)	1. 42
高氯酸(HClO ₄)	1. 60
硫酸(H ₂ SO ₄)	1. 84
氢氧化铵(NH ₄ OH)	0. 90

4. 2. 3. 2 稀释试剂

浓酸或浓氨水的稀释，用其与水的体积比表示稀释程度，例如 H₂SO₄ (5+95) 即 5 体积的浓硫酸用 95 体积的水来稀释。

4. 2. 3. 3 标准溶液

标准溶液的浓度取 2 次标定的平均值。

5 一般规定

5. 1 取样和制样

化学分析用建筑生石灰和建筑消石灰的取样按 JC/T 620 石灰取样方法进行。

取样和制样操作过程要尽可能快，避免吸收空气中的二氧化碳和湿气，样品要储存在密封的容器中。氢氧化钙干基试样指氢氧化钙在 600℃ 下焙烧 2 h 所得样品。

5. 2 坩埚空重

空坩埚加热、冷却直至恒重来测定坩埚空重，其加热温度、冷却的时间、温度与灼烧残渣时相同。

5. 3 灼烧残渣的恒重

若要确定灼烧残渣是否已达到恒重，残渣和坩埚应在规定温度和时间下灼烧，在干燥器中冷却到室温，然后称量。再把残渣和坩埚在同样温度下重新灼烧至少 30min，在干燥器中冷却相同时间达到室温，

再称重。反复灼烧、称量,直到连续两次质量之差不大于0.2mg为止。此时即可认为已达到恒重。每次灼烧间隔时间应为5 min。

5.4 计算

5.4.1 样品及残渣的称量精度应达到0.000 1 g。

5.4.2 对一组观测值的所有运算中,应比单个观测值多留两位以上的有效数字。例如:测定或读数精确至0.1 mg,运算中应增为0.001 mg。

5.4.3 数字修约按GB/T 8170的规定。

6 灼烧失量

6.1 原理

盛有已称量试样的坩埚(已称空重)灼烧至恒重,质量损失的百分数即试样的灼烧失量,记作LOI。

6.2 步骤

将通过150 μm标准筛的样品约1 g放入已称量的坩埚中,盖上盖子,精确称量到0.1 mg(m_1)。另外生石灰也可直接放到1 000℃的高温炉中,免去在400℃高温炉中30 min预灼烧,然后升温到(1 000±20)℃,保持20 min,直至恒重(m_2)。灼烧前后质量之差,用质量百分数表示为灼烧失量(LOI)。

6.3 计算

按公式(1)计算灼烧失量:

$$LOI(\%) = \frac{m_1 - m_2}{m_3} \times 100 \dots\dots\dots (1)$$

式中:

LOI——灼烧失量百分含量, %;

m_1 ——坩埚加样品质量,单位为克(g);

m_2 ——灼烧后坩埚加样品质量,单位为克(g);

m_3 ——样品质量,单位为克(g)。

7 酸不溶物-盐酸法(基准法)

7.1 原理

试样在盐酸中溶解后,经二次蒸干,使硅酸完全脱水。再用稀盐酸处理,经过滤、洗涤,分离出含二氧化硅的不溶物残渣。将两次含有残渣的滤纸合并灰化,所得残渣在高温下灼烧至灰呈白色,然后称量。

7.2 试剂

7.2.1 盐酸(1+1)。

7.2.2 盐酸(5+95)。

7.3 步骤

称 0.5 g 生石灰或消石灰, 或 1 g 经磨细并通过 250 μm 筛的石灰石样品 (m_5), 放入带盖的坩埚中, 置于高温炉 950℃ 下灼烧 15 min 以上, 使其完全分解。然后转移到盛有 10 mL 蒸馏水的蒸发皿中, 搅成浆状, 加 5 mL~10 mL 盐酸, 用文火加热, 至完全溶解。

在水浴上将溶液蒸至接近干时, 将蒸发皿放入烘箱中, 烘 1 h, 取出冷却。加 20 mL 盐酸 (1+1), 放在水浴上 10 min, 然后用慢速定量滤纸过滤, 用热的稀盐酸 (5+95) 洗涤。再用热的蒸馏水冲洗两遍, 保留带残渣的滤纸备用。

蒸干滤液, 加 5 mL~10 mL 盐酸溶解, 之后的步骤重复如前, 但加 20 mL 盐酸 (1+1) 后, 放在水浴上 2 min, 然后过滤、洗涤。保留滤液以测定钙、镁氧化物用。两次带残渣的滤纸放入坩埚中, 无焰灰化, 再在高温炉中 1 000℃ 下灼烧 30 min。在干燥器中冷却、称量 (m_4)。

7.4 计算

按公式 (2) 计算包含二氧化硅的酸不溶物的含量, 精确到 0.01%:

$$\text{包含二氧化硅的酸不溶物}(\%) = \frac{m_4}{m_5} \times 100 \dots\dots\dots (2)$$

式中:

m_4 ——灼烧后残渣质量, 单位为克 (g);

m_5 ——试样质量, 单位为克 (g)。

8 酸不溶物-高氯酸法(代用法)

8.1 原理

试样由高氯酸和硝酸的混合物所分解, 经加热少许时间, 使硅酸完全脱水。含二氧化硅的不溶物残渣经过滤并洗去酸和盐。烧去含有残渣的滤纸, 所得残渣在高温下灼烧至灰呈白色, 然后称量。

8.2 试剂

8.2.1 浓硝酸。

8.2.2 高氯酸。

8.3 步骤

称 0.5 g 试样 (m_1) 到 250 mL 烧杯中, 用几毫升水仔细浸湿, 再用 10 mL 浓硝酸使之溶解, 之后加 20 mL 高氯酸, 煮沸至出现白色浓烟为止。若此时溶液变黑, 再加入几毫升硝酸至溶液清澈。再加热至发烟。

盖上烧杯缓缓煮沸 15 min, 到硅酸完全脱水, 切勿煮干溶液, 否则氧化硅的分离将不完全。如发生这种情况, 则继续加些高氯酸重复脱水过程。冷却后加 50 mL 水, 加热煮沸, 用中速滤纸立即过滤。用热水充分洗涤滤纸和残渣, 至少 15 次。用 pH 试纸测试至清洗液无酸性。保留滤液作测定氧化钙和氧化镁用。

将带残渣的滤纸放入已称量的坩埚中, 用弱火无焰炭化滤纸 (或在高温炉中于 300℃~400℃ 下炭化), 放入高温炉中逐渐升高温度, 在 1 000℃ 下灼烧 30 min 把炭烧尽。在干燥器中冷却、称量 (m_5)。

注: 高氯酸是活性极高的液体, 应注意, 若不小心, 可能导致爆炸。应绝对避免用有机物质接触热的浓高氯酸, 在加高氯酸之前, 首先应加硝酸破坏样品中任何有机物, 所有的加热蒸发必须在通风良好的通风柜中进行。

8.4 计算

按公式(3)计算包含二氧化硅的酸不溶物的含量,精确到0.01%:

$$\text{包含二氧化硅的酸不溶物}(\%) = \frac{m_6}{m_7} \times 100 \quad (3)$$

式中:

m_6 ——灼烧后残渣质量,单位为克(g);

m_7 ——试样质量,单位为克(g)。

9 氧化钙、氧化镁含量测定(EDTA 滴定法)

9.1 原理

本方法是在石灰的系统分析中,分离氧化硅及沉淀铁、铝等氢氧化物后,通过 EDTA 滴定,分别测定氧化钙和氧化镁含量。本方法也可以直接用盐酸分解,除去二氧化硅和酸不溶物后,通过 EDTA 滴定,分别测定氧化钙和氧化镁含量。

假使干扰元素大量存在,会干扰测定,这种干扰可以加络合剂或屏蔽剂,如三乙醇胺加以屏蔽。

测定氧化钙,可用氢氧化钾溶液调节试液 pH 值为 12~12.5,采用羟基萘酚蓝作指示剂,用 EDTA 滴定到蓝色终点。

测定氧化镁,则加钙镁指示剂,用氢氧化铵-氯化铵缓冲溶液使试液 pH 保持在 10,滴定钙镁氧化物。从滴定消耗钙镁氧化物的 EDTA 溶液体积中减去滴定氧化钙消耗的 EDTA 溶液体积可计算氧化镁的含量。

9.2 试剂

9.2.1 乙二胺四乙酸二钠(EDTA)溶液的质量浓度 $\rho_{\text{EDTA}} = 4 \text{ g/L}$: 在水中溶解 4 g EDTA,稀释至 1 L。

9.2.2 氢氧化钾(KOH)标准溶液的浓度 $c_{\text{KOH}} = 1 \text{ mol/L}$: 在 1 L 蒸馏水中溶解 56 g KOH。

9.2.3 氢氧化铵-氯化铵($\text{NH}_4\text{OH}-\text{NH}_4\text{Cl}$)缓冲溶液(pH4.5): 在 300 mL 蒸馏水中溶解 67.5 g NH_4Cl ,加 570 mL NH_4OH ,稀释到 1 L。

9.2.4 羟基萘酚蓝(钙指示剂)。

9.2.5 钙镁指示剂。

9.2.6 盐酸(HCl) (1+1)。

9.2.7 盐酸(HCl) (1+9)。

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

9.2.9 钙标准溶液(每毫升含有 1.00 mg CaO): 称 1.785 g 基准标准物质 CaCO_3 溶解于 HCl (1+9),用蒸馏水稀释到 1 L。

9.2.10 镁标准溶液(每毫升含有 1.00 mg MgO): 称 0.603 g 金属镁屑溶解于 HCl 中,用蒸馏水稀释到 1 L。

9.2.11 甲基红溶液(2 g/L): 用 1 L 95%的乙醇溶解 2 g 甲基红指示剂。

9.2.12 饱和溴水。

9.3 标定

9.3.1 标准氧化钙溶液标定

用移液管吸取 10 mL 标准 CaO 溶液,放入锥形瓶中,并加 100 mL 蒸馏水。为防止沉淀出钙,加约 10 mL EDTA 滴定液,用约 15 mL KOH (1 mol/L) 溶液,调整 pH 值 12~12.5 并搅拌。加 0.2 g~0.3 g 羟基

萘酚蓝指示剂滴定到蓝色终点。CaO 溶液的滴定度按公式(4)计算。滴定 3 个以上等分试样,取平均值来计算 CaO 溶液的滴定度。

$$T_{(\text{CaO/EDTA})} = \frac{10 \times \rho_{\text{CaO}}}{V_1} \dots\dots\dots (4)$$

式中:

$T_{(\text{CaO/EDTA})}$ ——CaO 溶液的滴定度。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);

ρ_{CaO} ——钙标准溶液质量浓度。每毫升钙标准溶液含 1.00 mg 氧化钙,单位为毫克每毫升(mg/mL);

V_1 ——EDTA 标准滴定溶液滴定时消耗的体积,单位为毫升(mL)。

9.3.2 标准氧化镁溶液标定

用移液管吸取 10 mL 标准 MgO (1.00 mg/mL) 溶液至锥形瓶中,并加 100 mL 蒸馏水。用 10 mL NH_4Cl - NH_4OH 缓冲溶液调节 pH 值到 10,加 0.3 g~0.4 g 钙镁指示剂。用 EDTA 滴定,颜色从红色变成深蓝色,到达终点(蓝色保持至少 30 s)。MgO 溶液的滴定度按公式(5)计算。滴定 3 个以上等分试液,取平均值来计算 MgO 溶液的滴定度。

$$T_{(\text{MgO/EDTA})} = \frac{10 \times \rho_{\text{MgO}}}{V_2} \dots\dots\dots (5)$$

式中:

$T_{(\text{MgO/EDTA})}$ ——MgO 溶液的滴定度。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);

ρ_{MgO} ——镁标准溶液质量浓度。每毫升镁标准溶液含 1.00 mg 氧化镁,单位为毫克每毫升(mg/mL);

V_2 ——EDTA 标准滴定溶液滴定时消耗的体积,单位为毫升(mL)。

9.4 步骤

9.4.1 滤液

9.4.1.1 称 0.5 g 试样(若测试消石灰,在称样之前需将消石灰样品在 600℃下,焙烧 2 h,成干基试样)(m_s),加到 250 mL 烧杯中,加 10 mL HCl (1+1),在加热板上仔细蒸干。溶解残渣于 25 mL HCl (1+9)中,用水稀释到约 100 mL,在较低温度下溶解 15 min,冷却后转移到 250 mL 容量瓶中,稀释到刻度,混合均匀,让其沉降,用中速滤纸过滤,滤液作氧化钙和氧化镁测定。

9.4.1.2 若用 7.3 酸不溶物测定中所得滤液来测定钙、镁氧化物,则先加 10 mL~15 mL 盐酸到滤液中,再加 1 mL 饱和溴水到滤液中,以氧化部分还原的铁,煮沸滤液,消除多余的溴水。然后加水至 200 mL~250 mL,加几滴甲基红溶液,加热至沸,再加氢氧化铵(1+1)至溶液呈明显黄色,再加一滴使之过量。加热含沉淀物的溶液至沸,煮沸 50 s~60 s。停止加热使沉淀沉降(不超过 5 min),在沉淀或加热时,若颜色消退,则再加 1~2 滴指示剂,在过滤前,滤液应为明显黄色,否则再加氢氧化铵(1+1)使之变黄。用中速滤纸过滤,并用 20 g/L 的氯化铵热溶液立即洗涤沉淀物 2 次~3 次(注)。

搁置滤液,用 40 mL 热盐酸(1+3)溶解滤纸上的沉淀,热酸通过滤纸进入原来进行沉淀操作的烧杯中。先用热盐酸(1+9),后用热水充分洗涤滤纸。煮沸溶液,用氢氧化铵(1+1)沉淀出氢氧化物(如上所述步骤)。用新的中速滤纸过滤,用 20 g/L 的氯化铵热溶液立即洗涤沉淀物至少 8 次,合并两次滤液,用盐酸酸化滤液,转移到 250 mL 容量瓶中,用蒸馏水稀释到刻度并混匀,供氧化钙和氧化镁分析用(注)。

注:将两次过滤的带沉淀物滤纸放入已称量的坩埚中,慢慢加热直至滤纸炭化,最后在 1050℃~1100℃温度下灼

烧至恒重, 计算此质量占原试样质量的百分比可得出混合氧化物(铁、铝、磷、钛、锰)的含量。

9.4.2 滴定氧化钙

选择以上两种方法中任一种所制备的 250 mL 容量瓶中滤液, 用移液管吸取 20 mL 滤液至锥形瓶中, 用水稀释到 150 mL, 用约 30 mL 氢氧化钾溶液(1 mol/L)调节 pH 到 12, 并搅拌。若试样中已知含显著量(大于 1%)的铁、锰和重金属, 则添加 10 mL 三乙醇胺(1+2)。添加 0.2 g~0.3 g 羟基萘酚蓝指示剂, 滴定至明亮的蓝色终点。

按公式(6)计算氧化钙含量:

$$\text{CaO}(\%) = \frac{T_{(\text{CaO}/\text{EDTA})} \times V_3 \times 12.5}{m_g \times 1000} \times 100 = \frac{T_{(\text{CaO}/\text{EDTA})} \times V_3 \times 1.25}{m_g} \dots\dots\dots (6)$$

式中:

$T_{(\text{CaO}/\text{EDTA})}$ ——氧化钙溶液的滴定度, 单位为毫克每毫升(mg/mL);

V_3 ——EDTA 标准滴定溶液滴定消耗的体积, 单位为毫升(mL);

m_g ——样品质量, 单位为克(g);

12.5——全部试样溶液与分取试样溶液的体积比。

9.4.3 滴定氧化镁

从 250 mL 容量瓶中, 用移液管吸取 20 mL 滤液, 转入锥形瓶中, 用 100 mL 水稀释, 加约 20 mL $\text{NH}_4\text{Cl}-\text{NH}_4\text{OH}$ 缓冲液调节 pH 到 10, 并搅拌。添加 2~3 滴 KCN(20 g/L) 溶液, 或 10 mL 三乙醇胺, 加等量的钙滴定时所消耗的 EDTA 标准溶液毫升数, 然后再加约 0.4 g 钙镁指示剂, 用 EDTA($\rho_{\text{EDTA}} = 4 \text{ g/L}$) 溶液滴定到蓝色终点, 为氧化钙和氧化镁总的滴定量。从总滴定量中减去钙的 EDTA 滴定量, 即得氧化镁的滴定量。

MgO 滴定所消耗的 EDTA 标准溶液的体积按公式(7)计算:

$$V_5 = V_4 - V_3 \dots\dots\dots (7)$$

式中:

V_5 ——相当于 MgO 滴定所消耗的 EDTA 标准溶液的体积, 单位为毫升(mL);

V_4 ——滴定 $\text{CaO}+\text{MgO}$ 所消耗的 EDTA 标准溶液的体积, 单位为毫升(mL);

V_3 ——滴定 CaO 所消耗的 EDTA 标准溶液的体积, 单位为毫升(mL)。

按公式(8)计算氧化镁含量:

$$\text{MgO}(\%) = \frac{T_{(\text{MgO}/\text{EDTA})} \times V_5 \times 12.5}{m_g \times 1000} \times 100 = \frac{T_{(\text{MgO}/\text{EDTA})} \times V_5 \times 1.25}{m_g} \dots\dots\dots (8)$$

式中:

$T_{(\text{MgO}/\text{EDTA})}$ ——氧化镁溶液的滴定度, 单位为毫克每毫升(mg/mL);

V_5 ——EDTA 标准滴定溶液滴定消耗的体积, 单位为毫升(mL);

m_g ——样品质量, 单位为克(g);

12.5——全部试样溶液与分取试样溶液的体积比。

10 二氧化碳

二氧化碳含量采用 GB/T 176—2008 中 6.21 条和第 22 章给出的方法测定。

11 三氧化硫

11.1 原理

用氯化钡从石灰的酸化溶液中沉淀出硫酸钡，并换算成等值的 SO₃ 的含量。

11.2 试剂

11.2.1 氯化钡溶液(100 g/L)：在 1 L 水中溶解 100 g 氯化钡(BaCl₂·2H₂O)。

11.2.2 甲基红溶液(2 g/L)：用 1 L 95%的乙醇溶解 2 g 甲基红指示剂。

11.2.3 盐酸(1+1)。

11.2.4 氢氧化铵(1+1)。

11.3 步骤

按表 2 范围选择和称重制备好的样品(*m*₁₀)，放入盛有 50 mL 水的烧杯中：

表2

预计的 SO ₃ % 范围	样品称量 g
0.001~0.500	10.00
0.500~2.50	5.00
2.50~12.5	2.00

搅拌所有样品使团块破碎，较轻的粒子呈悬浮状态。加 50 mL 稀盐酸(1+1)，加热直到反应停止，分解完全。在刚好低于沸点的温度下加热几分钟，加几滴甲基红指示剂，加氢氧化铵(1+1)让溶液变碱性(呈黄色)。加热溶液至沸腾，用中速滤纸过滤，用热水充分洗涤滤渣。稀释滤液至 250 mL，加 5 mL 盐酸(1+1)加热到沸腾，再慢慢加 10 mL 热的氯化钡溶液。继续煮沸并搅拌，直到沉淀形成，然后在室温下放置过夜，务必保持溶液体积在 225 mL~250 mL，若必要，可加水补充。用滤纸过滤，用热水洗涤沉淀物，把有沉淀物的滤纸放在已称量的坩埚中，慢慢地无焰炭化滤纸。在高温炉中 1 000℃ 下至灰呈白色，在干燥器中冷却并称量(*m*₉)。

11.4 计算

按公式(9)计算 SO₃%，精确到 0.001%：

$$SO_3(\%) = \frac{m_9 \times 0.343}{m_{10}} \times 100 \dots\dots\dots (9)$$

式中：
*m*₉——BaSO₄ 质量，单位为克(g)；
*m*₁₀——样品质量，单位为克(g)；
0.343——三氧化硫对硫酸钡的换算因数。

12 有效氧化钙含量

12.1 原理

试样用水消解及分散,加糖形成蔗糖二酸钙以增溶石灰,再用酚酞作指示剂,通过标准酸滴定,测定有效氧化钙。

12.2 试剂

12.2.1 盐酸(HCl)标准溶液 [$c_{\text{HCl}}=1.000\text{ mol/L}$]

用 83 mL 盐酸稀释到 1 L 无二氧化碳的水中。每月应用碳酸钠标定一次。

12.2.2 盐酸标准溶液的标定

称量 20 g 基准标准无水碳酸钠(Na_2CO_3)到坩埚中,在 250°C 下干燥 4 h,在干燥器中冷却。

称量 4.4 g(精确到 0.1 mg)干燥过的碳酸钠(m_{11})到 500 mL 锥形瓶中,加 50 mL 无二氧化碳的水,摇动锥形瓶使碳酸钠溶解,加 2 滴 1 g/L 甲基红乙醇溶液。用待标定盐酸溶液滴定到第一次出现红色,仔细煮沸溶液直到颜色消失。冷却到室温,继续滴定,交替地滴加待标定的盐酸溶液、煮沸和冷却,直到第一次浅红色出现,进一步加热,颜色不褪为止。

按公式(10)计算盐酸标准溶液的浓度:

$$c_{\text{HCl}} = \frac{m_{11} \times 0.01887}{V_6 / 1000} = \frac{m_{11} \times 18.87}{V_6} \dots\dots\dots (10)$$

式中:

c_{HCl} ——盐酸标准溶液的浓度,单位是摩尔每升(mol/L);

m_{11} ——所用碳酸钠的质量,单位为克(g);

V_6 ——消耗的盐酸体积,单位为毫升(mL)

0.01887—— $(1/2)\text{Na}_2\text{CO}_3$ 摩尔质量的倒数,摩尔每克(mol/g)。

12.2.3 酚酞($\text{C}_{10}\text{H}_{14}\text{O}_4$)指示剂 40 g/L

溶解 4 g 干燥的酚酞于 100 mL 95%的乙醇中。

12.3 步骤

12.3.1 生石灰有效氧化钙测定步骤

12.3.1.1 采样后,经充分混合,取 100 g 有代表性的样品,磨细并通过 No.50(300 μm)筛。快速称取 2.804 g 生石灰样品(m_{12}),仔细倒入盛有约 40 mL 无二氧化碳蒸馏水的 500 mL 锥形瓶中(不要将水加入生石灰中,因易结块,难以完全溶于蔗糖溶液中,而应将生石灰加入水中),立即盖上瓶塞。

12.3.1.2 待剧烈反应结束后,拿掉瓶塞,把锥形瓶放在电热板上,立即把 50 mL 无二氧化碳的沸水加到锥形瓶中,为完全消化生石灰,摇动锥形瓶,快速煮沸 1 min。从电热板上取下,松松地塞入瓶塞,并放在冷水浴中,冷却到室温。

12.3.1.3 加 40 g 纯蔗糖,塞紧瓶塞,摇动,再静置 15 min,让其反应(反应时间 10 min~20 min),在反应期间,每隔 5 min 摇动一次。取下瓶塞,加 4~5 滴酚酞指示剂溶液,用不含二氧化碳蒸馏水向下冲洗瓶塞和瓶的内侧壁。

12.3.1.4 滴定时,用 100 mL 滴定管先加所需的约 90%标准盐酸溶液,然后以约每秒一滴速度仔细滴定,至粉红色第一次消失,保持 3 s,之后不管是否返红,结束滴定。

12.3.2 消石灰有效氧化钙测定步骤

测定消石灰的步骤,除用无二氧化碳的水以外,与生石灰相同,且煮沸和冷却步骤可以省去。

12.4 计算

12.4.1 按公式(11)计算生石灰的有效氧化钙:

$$\text{有效氧化钙}(\text{CaO})(\%) = \frac{c_{\text{HCl}} \times (V_7 / 1000) \times 28.04}{m_{12}} \times 100 = \frac{c_{\text{HCl}} \times V_7 \times 2.804}{m_{12}} \dots\dots\dots (11)$$

式中:

c_{HCl} ——盐酸标准溶液的量浓度, 单位为摩尔每升(mol/L);

V_7 ——所用盐酸标准溶液体积, 单位为毫升(mL);

m_{12} ——试样质量, 单位为克(g);

28.04——(1/2)CaO 摩尔质量, 单位为克每摩尔(g/mol)。

12.4.2 按公式(12)计算消石灰的有效氧化钙:

$$\text{有效氧化钙}[\text{Ca}(\text{OH})_2](\%) = \frac{c_{\text{HCl}} \times (V_8 / 1000) \times 37.04}{m_{13}} \times 100 = \frac{c_{\text{HCl}} \times V_8 \times 3.704}{m_{13}} \dots\dots\dots (12)$$

式中:

c_{HCl} ——盐酸标准溶液的量浓度, 单位为摩尔每升(mol/L);

V_8 ——所用盐酸标准溶液体积, 单位为毫升(mL);

m_{13} ——试样质量, 单位为克(g);

37.04——(1/2)Ca(OH)₂ 摩尔质量, 单位为克每摩尔(g/mol)。

中 华 人 民 共 和 国
建 材 行 业 标 准
建筑石灰试验方法
第 2 部分:化学分析方法
JC/T 478.2—2013

*

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 24千字
2013 年 8 月第一版 2013 年 8 月第一次印刷
印数 1—800 定价 24.00 元
书号:155160·306

*

编号:0947



JC/T 478.2—2013

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。