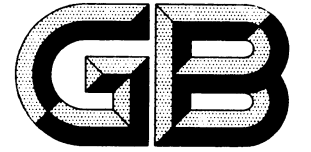


ICS 91.100.10
Q 11



中华人民共和国国家标准

GB/T 176—1996
eqv ISO 680:1990

GB/T 176—1996

水泥化学分析方法

Method for chemical analysis of cement

中华人民共和国
国家标准
水泥化学分析方法
GB/T 176—1996

*

中国标准出版社出版
北京复兴门外三里河北街16号
邮政编码:100045
电话:68522112

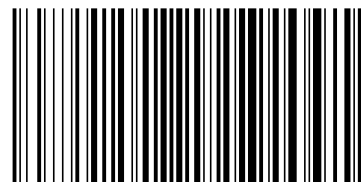
中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
新华书店北京发行所发行 各地新华书店经售
版权专有 不得翻印

*

开本 880×1230 1/16 印张 2¼ 字数 61 千字
1996年8月第一版 1998年1月第三次印刷
印数 7 601—9 000

*

书号: 155066·1-13064 定价 17.00 元



GB/T 176—1996

1996-05-15 发布

1996-12-01 实施

国家技术监督局 发布

V_{32} ——测定溶液稀释的总体积, mL;

m_{36} ——试料的质量, g。

27.4 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%。

28 游离氧化钙的测定(代用法)

28.1 乙二醇法

28.1.1 方法提要

乙二醇在 65~70°C 时与水泥熟料中游离氧化钙作用生成乙二醇钙, 经过滤分离残渣后, 以甲基红-溴甲酚绿作指示剂, 用盐酸标准滴定溶液滴定。

28.1.2 分析步骤

称取约 1 g 试样(m_{37}), 精确至 0.000 1 g, 置于干燥的内装有一根搅拌子的 200 mL 锥形瓶中, 加 40 mL 乙二醇(见 4.46), 盖紧锥形瓶, 用力摇荡, 在 65~70°C 水浴上加热 30 min, 每隔 5 min 摇荡一次(也可用机械连续振荡代替)。

用安有合适孔隙干滤纸的烧结玻璃过滤漏斗抽气过滤(如果过滤速度慢, 应在烧结玻璃过滤漏斗上紧密塞一个带有钠石灰管的橡皮塞)。用无水乙醇(见 4.45)或热的乙二醇(见 4.46)仔细洗涤锥形瓶和沉淀共三次, 每次用量 10 mL。卸下滤液瓶, 用 $[c(\text{HCl})=0.1 \text{ mol/L}]$ 盐酸标准滴定溶液(见 4.67)滴定至溶液颜色由褐色变为橙色。

28.1.3 结果表示

游离氧化钙的质量百分数 X_{fCaO} 按式(49)计算:

$$X_{\text{fCaO}} = \frac{T_{\text{CaO}} \times V_{33}}{m_{37} \times 1000} \times 100 = \frac{T_{\text{CaO}} \times V_{33} \times 0.1}{m_{37}} \quad \dots\dots\dots (49)$$

式中: X_{fCaO} ——游离氧化钙的质量百分数, %;

T_{CaO} ——每毫升盐酸标准滴定溶液相当于氧化钙的毫克数, mg/mL;

V_{33} ——滴定时消耗盐酸标准滴定溶液的体积, mL;

m_{37} ——试料的质量, g。

28.2 甘油酒精法

28.2.1 方法提要

以硝酸银为催化剂, 使试样与甘油无水乙醇溶液在微沸的温度下作用生成甘油钙, 以酚酞为指示剂, 用苯甲酸无水乙醇标准滴定溶液滴定。

28.2.2 分析步骤

称取约 0.5 g 试样(m_{38}), 精确至 0.000 1 g, 置于 150 mL 干燥的锥形瓶中, 加入 15 mL 甘油无水乙醇溶液(见 4.50), 摇匀。装上回流冷凝器, 在放有石棉网的电炉上加热煮沸 10 min, 至溶液呈红色时取下锥形瓶, 立即以 $[c(\text{C}_6\text{H}_5\text{COOH})=0.1 \text{ mol/L}]$ 苯甲酸无水乙醇标准滴定溶液(见 4.68.1)滴定至红色消失。再将冷凝器装上, 继续加热煮沸至红色出现, 再取下滴定。如此反复操作, 直至在加热 10 min 后不出现红色为止。

28.2.3 结果表示

游离氧化钙的质量百分数 X_{fCaO} 按式(50)计算:

$$X_{\text{fCaO}} = \frac{T_{\text{CaO}} \times V_{34}}{m_{38} \times 1000} \times 100 = \frac{T_{\text{CaO}} \times V_{34} \times 0.1}{m_{38}} \quad \dots\dots\dots (50)$$

式中: X_{fCaO} ——游离氧化钙的质量百分数, %;

T_{CaO} ——每毫升苯甲酸无水乙醇标准滴定溶液相当于氧化钙的毫克数, mg/mL;

目 次

前言	(III)
1 范围	(1)
2 引用标准	(1)
3 试验的基本要求	(1)
4 试剂和材料	(2)
5 仪器与设备	(12)
6 水泥试样的制备	(12)
7 烧失量的测定(基准法)	(12)
8 不溶物的测定(基准法)	(13)
9 二氧化硅的测定(基准法)	(14)
10 三氧化二铁的测定(基准法)	(15)
11 三氧化二铝的测定(基准法)	(15)
12 氧化钙的测定(基准法)	(16)
13 氧化镁的测定(基准法)	(16)
14 硫酸盐-三氧化硫的测定(基准法)	(17)
15 二氧化钛的测定(基准法)	(18)
16 一氧化锰的测定(基准法)	(18)
17 氧化钾和氧化钠的测定(基准法)	(19)
18 硫化物的测定(基准法)	(20)
19 二氧化硅的测定(代用法)	(20)
20 三氧化二铝的测定(代用法)	(21)
21 氧化钙的测定(代用法)	(22)
22 氧化镁的测定(代用法)	(22)
23 三氧化二铁的测定(代用法)	(24)
24 一氧化锰的测定(代用法)	(24)
25 氧化钾和氧化钠的测定(代用法)	(25)
26 硫酸盐-三氧化硫的测定(代用法)	(25)
27 氟的测定(代用法)	(27)
28 游离氧化钙的测定(代用法)	(28)

26.1.2 分析步骤

称取约 0.5 g 试样(m_{32}),精确至 0.000 1 g,置于 100 mL 的干燥反应瓶中,加 10 mL 磷酸,置于电炉上加热至沸,然后继续在微沸温度下加热至无大气泡、液面平静、无白烟出现时为止。放冷,加入 10 mL 氯化亚锡-磷酸溶液(见 4.21),按 5.13 中仪器装置图连接各部件。

开动空气泵,保持通气速度为每秒钟 4~5 个气泡,于电压 200 V 下加热 10 min,然后将电压降至 160 V,加热 5 min 后停止加热,取下吸收杯,关闭空气泵。

用水冲洗插入吸收液内的玻璃管,加 10 mL 明胶溶液(见 4.23),用滴定管加入 15.00 mL [$c(1/6\text{KIO}_3)=0.03 \text{ mol/L}$]碘酸钾标准滴定溶液(见 4.58),在搅拌下一次加入 30 mL 硫酸(1+2),用 [$c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3)=0.03 \text{ mol/L}$]硫代硫酸钠标准滴定溶液(见 4.60)滴定至淡黄色,加入 2 mL 淀粉溶液(见 4.24),再继续滴定至蓝色消失。

26.1.3 结果表示

三氧化硫的质量百分数 X_{SO_3} 按式(45)计算:

$$X_{\text{SO}_3} = \frac{T_{\text{SO}_3} \times (V_{29} - K_1 \times V_{30})}{m_{32} \times 1000} \times 100 = \frac{T_{\text{SO}_3} \times (V_{29} - K_1 \times V_{30}) \times 0.1}{m_{32}} \quad \dots(45)$$

式中: X_{SO_3} ——三氧化硫的质量百分数, %;

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_{29} ——加入碘酸钾标准滴定溶液的体积, mL;

V_{30} ——滴定时消耗硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积, mL;

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;

m_{32} ——试料的质量, g。

26.2 硫酸钡-铬酸钡分光光度法

26.2.1 方法提要

样品经盐酸溶解,在 pH2 时,加入过量铬酸钡,使生成与硫酸根等物质的量的铬酸根。在微碱性条件下,使过量铬酸钡重新析出。干过滤后在 420 nm 处测定游离铬酸根离子的吸光度。

如试样中除硫化物(S^{2-})和硫酸盐外,还有其他状态硫存在时,将给测定造成误差。

26.2.2 分析步骤

称取 0.33~0.36 g 试样(m_{34}),精确至 0.000 1 g,置于带有标线的 200 mL 烧杯中,加 4 mL 甲酸(1+1),分散试样,低温干燥,取下。加 10 mL 盐酸(1+2)及 1~2 滴过氧化氢(1+1),将试样搅起后加热至小气泡冒尽,冲洗杯壁,再煮沸 2 min,其间冲洗杯壁 2 次。取下,加水至约 90 mL,加 5 mL 氨水(1+2),并用盐酸(1+1)和氨水(1+1)调节酸度至 pH2(用精密 pH 试纸检验),稀释至 100 mL。加 10 mL 铬酸钡溶液(见 4.47),搅匀。流水冷却至室温并放置,时间不少于 10 min,放置期间搅拌三次。加入 5 mL 氨水(1+2),将溶液连同沉淀转移到 150 mL 容量瓶中,用水稀释至标线,摇匀。用中速滤纸干过滤,收集滤液于 50 mL 烧杯中,使用分光光度计,20 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(见 4.57.3)上查出三氧化硫的含量(m_{33})。

26.2.3 结果表示

三氧化硫的质量百分数 X_{SO_3} 按式(46)计算:

$$X_{\text{SO}_3} = \frac{m_{33}}{m_{34} \times 1000} \times 100 = \frac{m_{33} \times 0.1}{m_{34}} \quad \dots(46)$$

式中: X_{SO_3} ——三氧化硫的质量百分数, %;

m_{33} ——测定溶液中三氧化硫的含量, mg;

m_{34} ——试料的质量, g。

26.3 离子交换法

26.3.1 方法提要

前 言

本标准是根据 ISO 680:1990(E)水泥——试验方法——化学分析(Cement—Test method—Chemical analysis)进行修订的,在技术内容上与该标准等效,以适应我国水泥产品的国际贸易,促进技术和经济交流。

在依据 ISO 680:1990(E)进行本标准修订时,考虑到我国水泥品种多及化学成分的特殊性,保留和补充以下几点内容是必要的。

——在代用法中保留了 GB 176—87 中氟硅酸钾系统的主要成分测定方法、离子交换法与碘量法测定三氧化硫、氟、游离氧化钙等项目,并补充了硫酸钡-铬酸钡分光光度法测定三氧化硫,保留原子吸收光谱法测定铁、锰、镁、钾、钠等。

——以 JIS R5202—1989 中原子吸收光谱法代替 ISO 中 DCTA 配位滴定法测定氧化镁是符合我国实际情况的,且提高了方法的精度和准确性;

——在基准法中保留了 GB 176—87 中钛、钾、钠等项目;

——在配位滴定中本标准仍以目视判定终点。

本标准在编写时结合 GB 176—87 的组织形式,将测定某一成分的基准法和代用法分别列章,有助于在实际中的选择应用。

本标准的生效日期起,同时代替 GB 176—87。

本标准由国家建筑材料工业局提出。

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研究所。

本标准主要起草人:庞立湘、刘志兰、肖扬、郑朝华。

本标准首次发布于 1956 年,第一次修订于 1962 年,第二次修订于 1976 年,第三次修订于 1987 年。

本标准委托中国建筑材料科学研究院水泥科学研究所负责解释。