

水泥化学分析

建筑材料科学研究院 编著

中国建筑工业出版社

81.59
401
C.2

水泥化学分析

建筑材料科学研究院 编著

中国建筑工业出版社

本书分两篇。第一篇系统地介绍了络合滴定等化学分析方法和一些仪器分析方法的基础理论知识，对水泥及其原材料成分分析的方法原理、应用范围、测定条件等作了较详细的叙述；介绍了实验误差的基本概念、表示方法、计算，以及分析样品的制备、试样的分解等。第二篇详尽地介绍了水泥及其原材料的各种系统分析方法，包括分析步骤与结果计算，并对各种试剂的配制方法作了介绍，便于分析中应用。

本书可供水泥生产检验人员、矿物原料检验人员、水泥科研工作者和院校师生参考。

*

*

*

责任编辑：程佛根

水泥化学分析

建筑材料科学研究院 编著

*

中国建筑工业出版社出版(北京西郊百万庄)
新华书店北京发行所发行 各地新华书店经售
中国建筑工业出版社印刷厂印刷(北京阜外南礼士路)

*

开本：850×1168毫米 1/32 印张：25 字数：653 千字

1982年8月第一版 1982年8月第一次印刷

印数：1—7,400册 定价：3.60元

统一书号：15040·4240

前 言

我们曾于1965年和1971年先后编写了《水泥化学分析与岩相检验》和《水泥快速化学分析》两书，为水泥科研工作和生产检验提供了较新的测试方法。

在此后的一段时间里，水泥生产检验技术又有了很大的改进和提高，出现了很多新的测试手段和分析方法，为适应生产检验工作的需要，我们总结了近几年来我院水泥化验室科研成果和实践经验，在前两书有关内容的基础上，重新编写成《水泥化学分析》一书。全书共分为两篇。

为了适应水泥生产检验人员的需要，在第一篇里比较系统地介绍了络合滴定法、离子交换法、火焰光度法、比色法、离子选择性电极法和实验误差等有关基础理论知识。此外，对分析方法原理部分，在原书的基础上作了全面的修改和补充。在介绍各种测定方法时，力求理论联系实际，对每一测定方法的基本原理、应用范围以及各项操作的实验条件，都作了较系统的叙述，以便读者根据不同的物料情况，正确掌握并灵活地运用本书所介绍的有关分析方法。

第二篇是介绍从原料到成品的整个生产过程中的有关分析方法，着重介绍了适用于水泥生产的各种新的快速化学分析方法。

本书主要供水泥生产检验人员阅读。对从事矿物原料检验和水泥科学研究人员以及硅酸盐大专院校的师生，也有一定的参考价值。

本书由胡庸仆、丁超然编写。书中离子选择性电极法的基础理论、方法原理及其有关的分析方法是由张中、张锦昌执笔的。康萃文、隋琴香、肖颀平曾结合本书的编写工作，对有关分析方法的测定条件进行了试验。全书由隋琴香校阅。

本书第一篇中“络合滴定法”，部分内容取材于南京化学学

院 **马玉珪** 编写的《络合滴定法原理及其在水泥化学分析中的应用》。该篇的“离子选择性电极法”由中国计量科学研究院谢声洛等审阅；“实验误差”由煤炭科学研究院煤化学研究所罗颖都和南开大学数学系周概容审阅；全篇经 **马玉珪** 审阅。第二篇的“煤分析”由煤炭科学研究院煤化学研究所陈文敏提供了有关参考资料，并进行了审阅。在此一并致谢。

在编写过程中，我们虽力图使本书内容能反映我国当前水泥生产检验的技术水平，但限于编者的学识和经验之不足，谬误之处尚希读者指正。

编 者

· 1979年8月

目 录

第一篇 总 论

第一章 基础理论知识	1
第一节 络合滴定法	1
一、络合物简述	1
二、氨羧络合剂及其分析特性	4
三、EDTA络合物的稳定性	7
四、酸度对络合物形成的影响	8
五、辅助络合剂对络合物形成的影响	17
六、络合物的条件常数	20
七、络合滴定曲线	24
八、提高络合滴定选择性的途径	32
九、金属指示剂	45
十、络合滴定的方式	70
十一、络合滴定的误差	74
十二、EDTA标准溶液	79
第二节 离子交换法	81
一、离子交换树脂的种类	81
二、离子交换的基本原理	83
三、离子交换树脂的化学性能	86
四、离子交换的操作方法	90
五、离子交换树脂的选择	94
六、离子交换树脂的处理与再生	96
第三节 比色法	98
一、比色分析法概述	98
二、比色分析法的基本原理	99
三、比色分析法的操作技术	104
四、显色反应和显色剂的选择	115
五、影响比色分析准确度的因素	118

第四节	火焰光度法	121
一、	方法原理	122
二、	仪器的构造与操作	123
三、	测定方法	125
四、	影响测定准确度的各种因素	128
五、	抑制和消除干扰的方法	129
第五节	离子选择性电极法	132
一、	离子选择性电极法的基础	132
二、	离子选择性电极的构造与性能	136
三、	离子选择性电极的类型	143
四、	常用的参比电极	150
五、	测量仪器	153
六、	分析方法	155
第二章	实验误差	161
第一节	误差及其表示方法	161
一、	准确度与误差、精密度与偏差的意义	161
二、	误差类型与产生误差的原因	162
三、	误差的表示方法	164
四、	误差的正态分布	167
五、	分析结果的置信范围	173
六、	减少实验误差提高分析结果准确度的措施	175
第二节	化学分析的允许差	180
一、	允许差的概念	180
二、	制定允许差的一般原则	182
三、	实验数据的统计检验	183
四、	允许差的计算方法	190
第三节	有效数字与计算法则	200
一、	有效数字的确定	201
二、	计算法则	202
三、	有效数字在分析实践中的应用	204
附表2-1	t 值表	205
附表2-2	Cochran检验临界值表	206
附表2-3	Grubbs检验临界值表	207

附表2-4 $K(n)$ 值表	208
第三章 分析样品的制备	209
第一节 平均样品的采集	209
第二节 制备样品的方法	211
一、样品的烘干	211
二、样品的破碎与磨细	212
三、样品的混匀	212
四、样品的缩分	213
第三节 制备样品的注意事项	214
第四章 试样的分解	216
第一节 用酸分解	216
第二节 用熔融或半熔(烧结)法分解	219
一、用碳酸钠作熔剂	219
二、用碳酸钾作熔剂	224
三、用碳酸钾钠作熔剂	225
四、用焦硫酸钾作熔剂	225
五、用过氧化钠作熔剂	226
六、用氢氧化钠(钾)作熔剂	228
七、用硼砂作熔剂	230
八、用偏硼酸锂作熔剂	231
第三节 铵盐分解法	231
第五章 水泥与水泥原料主要成分分析原理概述	233
第一节 水分	233
第二节 烧失量	234
第三节 二氧化硅	236
一、氟硅酸钾容量法	236
二、氯化铵凝聚重量法	241
三、动物胶凝聚重量法	244
四、盐酸蒸干重量法	245
五、硅钼蓝比色法	251
第四节 三氧化二铁	256
一、EDTA络合滴定法	256
二、氧化还原法	260

(一) 用氯化亚锡还原,高锰酸钾滴定法 (260)	(二) 用氯化亚锡还原,重铬酸钾滴定法 (264)	(三) 用金属铝片 (或铝丝) 还原, 重铬酸钾滴定法 (266)
(四) 碘量法 (271)		
三、磺基水杨酸比色法 ($\text{pH}4.5\sim5.5$)	274	
第五节 三氧化二铝	281	
一、EDTA络合滴定法	281	
(一) 返滴定法 (282)	(二) 直接滴定法 (292)	
二、铬天青S-溴化十四烷基吡啶比色法	296	
第六节 二氧化钛	306	
一、EDTA络合滴定法	306	
(一) 苦杏仁酸置换-铜盐溶液返滴定法 (306)		
(二) 以二甲酚橙 (或半二甲酚橙) 为指示剂、用铋盐溶液返滴定法 (307)		
二、比色法	309	
(一) 过氧化氢比色法 (310)		
(二) 二安替比林甲烷比色法 (311)		
第七节 氧化亚锰	314	
一、比色法	315	
(一) 过硫酸铵氧化法 (316)	(二) 高碘酸钾氧化法 (317)	
二、EDTA络合滴定法	319	
(一) 用氟化铵掩蔽钙、镁的直接滴定法 (319)	(二) 用过硫酸铵沉淀分离锰的直接滴定法 (320)	
三、氧化还原滴定法	325	
(一) 铋酸盐法 (325)		
(二) 过硫酸铵氧化,亚砷酸盐-亚硝酸盐法 (326)		
(三) 过硫酸铵氧化,硫酸亚铁铵法 (327)		
四、溴水氧化重量法	328	
第八节 氧化钙	330	
一、EDTA络合滴定法	330	
(一) 以NN为指示剂的直接滴定法 (331)	(二) 以甲基百里香酚蓝 (MTB) 为指示剂的直接滴定法 (336)	
(三) 以钙黄绿素为指示剂的直接滴定法 (337)		

(四) 在硅酸存在下钙的络合滴定 (339)	
(五) 其他络合滴定法 (345)	
二、高锰酸钾滴定法	346
三、重量法	350
第九节 氧化镁	351
一、EDTA络合滴定法	351
(一) 差减法 (352) (二) 用EGTA掩蔽钙的直接滴定法	
(356) (三) 分离钙的直接滴定法 (357)	
二、磷酸盐重量法	358
第十节 硫	361
一、全硫	362
(一) 硫酸钡重量法 (362) (二) 燃烧法 (367)	
二、硫酸盐硫	371
(一) 硫酸钡重量法 (372) (二) 离子交换法 (372)	
三、硫化物硫	392
(一) 碘量标准法 (392) (二) 碘量快速法 (394)	
第十一节 钾、钠	396
一、火焰光度法	397
二、石灰法测定钾、钠总量	402
(一) 重量法 (403) (二) 容量法 (405)	
三、四苯硼酸盐法测定钾	406
四、离子选择性电极法	410
(一) 钾的测定 (410) (二) 钠的测定 (411)	
第十二节 磷	413
一、焦磷酸镁重量法	417
二、磷钼酸铵容量法	419
三、磷钒钼黄比色法	420
第十三节 氟	422
一、离子选择性电极法	422
二、硝酸钍容量法	426
三、比色法	430
第十四节 氯	431
一、硫氰酸盐容量法	432

二、氯化银比浊法·····	434
三、离子选择性电极法·····	437

第二篇 化学分析方法

第六章 试剂的配制方法·····	439
------------------	-----

第一节 普通试剂的配制·····	439
------------------	-----

第二节 标准溶液的配制与标定·····	450
---------------------	-----

第七章 水泥原料分析·····	472
-----------------	-----

第一节 粘土分析·····	472
---------------	-----

甲、系统分析方法之一·····	473
-----------------	-----

一、试样溶液的制备·····	473
----------------	-----

(一) 氢氧化钠熔融分解试样(473) (二) 碳酸钠熔融分解试样(474) (三) 氢氟酸-硫酸分解试样(474)

二、二氧化硅(氟硅酸钾容量法)·····	475
----------------------	-----

(一) 氢氧化钠熔融分解试样(475) (二) 氢氧化钾熔融分解试样(476) (三) 碳酸钾熔融分解试样(477)

三、三氧化二铁(EDTA络合滴定法)·····	477
-------------------------	-----

四、三氧化二铝、二氧化钛(EDTA-苦杏仁酸置换-铜盐回滴法)·····	478
--------------------------------------	-----

五、氧化钙(EDTA络合滴定法)·····	480
-----------------------	-----

六、氧化镁(EDTA络合滴定法)·····	480
-----------------------	-----

乙、系统分析方法之二·····	481
-----------------	-----

七、二氧化硅·····	481
-------------	-----

(一) 两次盐酸蒸干重量法(481)

(二) 动物胶凝聚重量法(483)

八、混合氧化物($R_2O_3 + TiO_2$)·····	484
----------------------------------	-----

九、氧化钙·····	487
------------	-----

(一) 重量法(487) (二) 高锰酸钾容量法(488)

十、氧化镁(磷酸铵镁重量法)·····	489
---------------------	-----

十一、三氧化二铁·····	490
---------------	-----

(一) 重铬酸钾容量法(490) (二) 碘量法(491)

十二、二氧化钛(二安替比林甲烷比色法)·····	492
--------------------------	-----

十三、三氧化二铝(重量差减法)·····	493
----------------------	-----

丙、其他组分的测定	494
十四、附着水分	494
十五、烧失量	494
十六、三氧化硫(硫酸钡重量法)	495
十七、氧化钾、氧化钠(火焰光度法)	495
第二节 石英砂分析	496
一、烧失量	497
二、二氧化硅	497
(一)氢氟酸挥发重量差减法(497)(二)一次盐酸蒸干重量法(钼蓝比色法回收滤液中漏失的硅酸)(498)	
三、三氧化二铁(磺基水杨酸比色法)	501
四、三氧化二铝(铬天青S-溴化十四烷基吡啶比色法)	502
五、氧化钙(EDTA络合滴定法)	503
六、氧化镁(EDTA络合滴定法)	504
七、氧化钾、氧化钠(火焰光度法)	505
第三节 石灰石分析	505
甲、系统分析方法之一	506
一、二氧化硅(氟硅酸钾容量法)	506
(一)碳酸钾熔融分解试样(506)	
(二)氢氧化钾熔融分解试样(507)	
二、EDTA络合滴定铁、铝、钙、镁的试样溶液的制备	507
(一)碳酸钠半熔(烧结)分解试样(507)	
(二)氢氧化钠熔融分解试样(508)	
三、三氧化二铁	508
四、三氧化二铝	509
五、氧化钙	510
六、氧化镁	511
乙、系统分析方法之二	512
七、试样溶液的制备	512
八、二氧化硅(钼蓝比色法)	512
九、三氧化二铁(磺基水杨酸比色法)	512
十、三氧化二铝(铬天青S-溴化十四烷基吡啶比色法)	513
十一、氧化钙、氧化镁(EDTA络合滴定法)	513

丙、其他组分的测定	513
十二、附着水分	513
十三、烧失量	513
十四、单独称样连续测定氧化钙、氧化镁	514
十五、氧化钾、氧化钠（火焰光度法）	515
第四节 生石灰和消石灰分析	516
一、有效钙（蔗糖钙-盐酸滴定法）	517
二、酸不溶物	518
三、三氧化二铁、三氧化二铝、氧化钙、氧化镁（EDTA 络合滴定法）	519
四、单独称样连续测定氧化钙、氧化镁（EDTA络合滴定 法）	519
五、烧失量	519
第五节 粒化高炉矿渣分析	519
甲、系统分析方法之一	520
一、二氧化硅	520
（一）酸溶-氟硅酸钾容量法（520）	
（二）碱熔-氟硅酸钾容量法（521）	
二、EDTA络合滴定铁、铝、锰、钙、镁的试样溶液的制备	522
（一）酸溶试样（522）（二）碱熔试样（522）	
三、三氧化二铁	522
四、三氧化二铝	523
五、二氧化钛（二安替比林甲烷比色法）	524
六、氧化亚锰	525
七、氧化钙	526
八、氧化镁	527
乙、系统分析方法之二	528
九、三氧化硅	528
（一）酸溶-动物胶凝聚重量法（528）	
（二）碱熔-动物胶凝聚重量法（529）	
十、氧化亚锰（过硫酸铵沉淀分离-EDTA络合滴定法）	530
十一、三氧化二铁（EDTA络合滴定法）	531
十二、三氧化二铝、二氧化钛（EDTA-苦杏仁酸置换-铜盐	

回滴法)	532
十三、氧化钙 (EDTA 络合滴定法)	532
十四、氧化镁 (EDTA 络合滴定法)	532
丙、其他组分的测定	532
十五、附着水分	532
十六、氧化亚铁 (重铬酸钾容量法)	532
十七、硫化物硫 (碘量法)	534
十八、三氧化硫 (硫酸盐硫) (硫酸钡重量法)	535
十九、五氧化二磷	536
(一) 磷钼酸铵容量法 (536) (二) 磷钒钼黄比色法 (537)	
二十、氟	538
(一) 硝酸钍容量法 (538) (二) 离子选择性电极法 (539)	
二十一、氧化钾、氧化钠 (火焰光度法)	539
第六节 铁矿石分析	540
一、二氧化硅	540
(一) 盐酸蒸干重量法 (540) (二) 氟硅酸钾容量法 (542)	
二、三氧化二铁 (EDTA-铋盐回滴法)	544
三、三氧化二铝 (EDTA-氟化铵置换-铅盐回滴法)	545
四、三氧化二铝、二氧化钛 (EDTA-苦杏仁酸置换-铜盐回滴 法)	547
五、氧化钙 (EDTA 络合滴定法)	548
六、氧化镁 (EDTA 络合滴定法)	549
七、氧化亚锰 (EDTA 络合滴定法)	550
八、氧化亚铁 (重铬酸钾容量法)	551
九、三氧化二铁的快速测定	551
(一) 磷酸溶样-氯化亚锡还原-重铬酸钾容量法 (552)	
(二) 磷酸溶样-铝片还原-重铬酸钾容量法 (553)	
十、氧化钾、氧化钠 (火焰光度法)	554
十一、附着水分	554
十二、烧失量	554
第七节 明矾石分析	555
一、试样溶液的制备	556
二、二氧化硅 (氟硅酸钾容量法)	556

三、三氧化二铁 (EDTA络合滴定法)	557
四、三氧化二铝、二氧化钛 (EDTA-苦杏仁酸置换-铜盐回滴 法)	558
五、氧化钙 (EDTA络合滴定法)	559
六、氧化镁 (EDTA络合滴定法)	560
七、三氧化硫	561
(一) 硫酸钡重量法 (561) (二) 燃烧-中和法 (562)	
八、结晶水	564
第八节 石膏分析	565
一、酸不溶物 (或 SiO_2)	566
二、三氧化二铁、三氧化二铝、氧化钙、氧化镁 (EDTA络合滴定 法)	567
三、三氧化硫	567
(一) 静态离子交换法 (567) (二) 硫酸钡重量法 (568)	
(三) 燃烧-中和法 (568)	
四、磷石膏中三氧化硫的测定	568
(一) 静态离子交换-钡盐滴定法 (568) (二) 静态离子交换-硫 酸钡重量法 (569)	
五、附着水分	570
六、结晶水	570
七、烧失量	571
第九节 矾土分析	571
甲、系统分析方法之一	572
一、二氧化硅 (氟硅酸钾容量法)	572
二、EDTA络合滴定铁、钛、铝、钙、镁的试样溶液的制备	573
三、三氧化二铁、二氧化钛、三氧化二铝	574
(一) EDTA连续滴定法 (574)	
(二) 铋盐回滴法测定铁、钛、氟化铵置换法测定铝 (577)	
四、氧化钙	580
五、氧化镁	580
乙、系统分析方法之二	581
六、试样溶液的制备	581
七、二氧化硅 (钼蓝比色法)	582

八、三氧化二铁(磺基水杨酸比色法)	583
九、三氧化钛(二安替比林甲烷比色法)	584
十、三氧化二铝(铜铁试剂-三氯甲烷萃取分离, EDTA 络合滴定法)	585
十一、氧化钙(EDTA络合滴定法)	586
十二、氧化镁(EDTA络合滴定法)	586
丙、其他组分的测定	587
十三、附着水分	587
十四、烧失量	587
十五、氧化钾、氧化钠(火焰光度法)	587
第十节 萤石分析	588
一、二氧化硅(氟硅酸钾容量法)	589
二、氧化钙(乙酸提取-EDTA络合滴定法)	589
三、氟化钙	590
(一) 硼酸、盐酸提取-EDTA络合滴定法(590)(二) 三氯化 铝提取-EDTA络合滴定法(591)(三) 碳酸钾、硼砂熔融 -EDTA络合滴定法(591)	
四、EDTA络合滴定铁、铝、钙(总量)、镁的试样溶液的 制备	592
五、三氧化二铁	593
六、三氧化二铝	593
七、氧化钙(总量)	594
八、氧化镁	595
九、附着水分	596
十、烧失量	596
第十一节 镁砂分析	596
一、二氧化硅(氟硅酸钾容量法)	596
二、铁、铝、钙、镁分析溶液的制备	596
三、三氧化二铁(EDTA络合滴定法)	597
四、三氧化二铝(EDTA络合滴定法)	597
五、氧化钙	597
(一) EDTA直接滴定法(597)(二) EDTA返滴定法(598)	
(三) EGTA直接滴定法(599)	

六、氧化镁	599
(一) EDTA-差减法	(599)
(二) EGTA-EDTA 直接滴定法	(600)
七、氧化钾、氧化钠(火焰光度法)	601
八、附着水分	601
九、烧失量	601
第十二节 重晶石分析	601
一、氧化钡(硫酸钡重量法)	602
二、三氧化硫	603
(一) 硫酸钡重量法	(603)
(二) 离子交换法	(604)
三、氧化钙(EDTA络合滴定法)	605
四、氧化镁(EDTA络合滴定法)	606
五、二氧化硅(氟硅酸钾容量法)	607
六、三氧化二铁、三氧化二铝(EDTA络合滴定法)	607
七、烧失量	608
第十三节 煤分析	608
一、工业分析	608
(一) 水分	(608)
(二) 灰分	(611)
(三) 挥发分	(612)
(四) 焦渣特征的鉴定	(613)
(五) 固定碳含量的计算	(614)
(六) 全硫	(614)
二、发热量的测定	617
(一) 热量计法	(617)
(二) 由工业分析结果计算求得	(641)
第十四节 水玻璃分析	647
一、水分	648
二、氧化钠(中和法)	648
三、二氧化硅	649
(一) 氟硅酸钾容量法	(649)
(二) 盐酸蒸干重量法	(650)
四、水玻璃模数的快速测定(中和法)	651
第八章 原料混合物分析	653
第一节 普通水泥生料分析	653
一、试样溶液的制备	653
(一) 氢氧化钠熔融分解试样	(653)
(二) 碳酸钠半熔(烧结)分解试样	(654)
(三) 用石墨粉作垫层的瓷坩埚以碳酸钠熔	