

水泥及水泥瓦料

化学分析方法



水泥及水泥原料的化学分析方法

建筑工程部水泥研究院 編

建筑工程出版社出版

· 1958 ·

內 容 提 要

本書介紹水泥生产方面的化学分析方法，从原料到成品整个生产过程都涉及到，有水泥原料的化学分析、原料混合物(半料)的化学分析、水泥的化学分析及混合材料的化学分析四部分，其中包括一些新品种水泥的化学分析及快速分析。本書編纂得比較系統全面，可供水泥厂化驗室工作人員及有关的分析工作者作参考之用。

水泥及水泥原料的化学分析方法

建筑工程部水泥研究院 編

編 輯：謝子深 張煜根 曾鏡鴻 設 計：閻正堅

1958年12月第1版 1958年12月第1次印刷 10,060册

850×1168 · 1/32 · 160千字 · 印張6³/₄ · 定價(10) 0.97元

建筑工程出版社印刷厂印刷 · 新华書店发行 · 書号：1470

建筑工程出版社出版(北京市西郊百万庄)

(北京市書刊出版业營業許可証出字第052)

編者的話

大跃进以来,在水泥工业面前摆着巨大的任务,要求我們水泥工业工作者不断地提高技术水平,更好地完成自己所担当的任务。

水泥原料的化学分析和生产檢驗,是建厂和日常生产不可缺少的工作之一,我們編写这本书,是为了給水泥厂分析工作者及有关的技术人員提供一些分析方面的資料,以便共同搞好这一工作。

本书是以我院化驗室多年的工作經驗和研究結果为基础而編写的。在化学分析方法中,所遇到的实际問題和理論都是比較复杂的,我們很难論述完美无缺,尚希讀者多加批評和提供宝贵意見,以便再版时更正。

水泥研究院

1958.11.

目 录

編 者 的 話

第一章 水泥原料的化学分析

第一节 粘土的化学分析

§ 1. 附着水分的測定	1
§ 2. 燒失量的測定	2
§ 3. 二氧化硅的測定	3
§ 4. 三氧化物的測定	6
§ 5. 氧化鈣的測定	8
§ 6. 氧化鎂的測定	9
I 磷酸盐法	9
II 8-羟基喹啉法	10
III 絡合剂容量法	11
§ 7. 氧化鉄的測定	11
I 高錳酸鉀法	11
II 碘量法	13
§ 8. 氧化铝的測定	16
§ 9. 三氧化砷的測定	16
§ 10. 砷金屬的測定	17
I 火焰光度法	17
II 石灰法	18

第二节 石灰石的化学分析

§ 1. 附着水分的測定	21
§ 2. 燒失量的測定	22
§ 3. 二氧化硅的測定	22
§ 4. 三氧化物的測定	24
§ 5. 氧化鈣的測定	25
§ 6. 氧化鎂的測定	27
I 磷酸盐法	27
II 8-羟基喹啉法	29
III 絡合剂容量法	32

§ 7. 氧化鉄的測定	34
I 高錳酸鉀法	34
II 硫氰酸鉀比色法	36
§ 8. 氧化铝的測定	38

第三节 生石灰和消石灰的 化学分析

§ 1. 附着水分的測定	39
§ 2. 燒失量的測定	39
§ 3. 不溶物的測定	39
§ 4. 三氧化物的測定	40
§ 5. 氧化鈣的測定	40
§ 6. 氧化鎂的測定	40
§ 7. 氧化鉄的測定	40
§ 8. 氧化铝的測定	40
§ 9. 有效鈣的測定	40

第四节 矿渣的化学分析

§ 1. 附着水分的測定	43
§ 2. 二氧化硅的測定	43
§ 3. 三氧化物的測定	45
§ 4. 氧化亞錳的測定	46
I 重量法	46
II 过硫酸铵比色法	47
§ 5. 氧化鈣的測定	49
§ 6. 氧化鎂的測定	50
I 磷酸盐法	50
II 8-羟基喹啉法	51
III 絡合剂容量法	51
§ 7. 氧化亞鉄的測定	51

§ 8. 氧化鐵的測定	53	§ 3. 三氧化物的測定	78
§ 9. 氧化鋁的測定	53	§ 4. 硫酸鋇的測定	79
§ 10. 硫化物中硫的測定	53	§ 5. 氧化鈣的測定	80
I 標準法	54	§ 6. 氧化鎂的測定	80
II 快速法	56	§ 7. 三氧化硫的測定	80
§ 11. 三氧化硫的測定	57	§ 8. 氧化鐵的測定	80
		§ 9. 氧化鋁的測定	80

第五節 鐵礦的化學分析

§ 1. 附着水分的測定	58
§ 2. 燒失量的測定	59
§ 3. 二氧化矽的測定	60
§ 4. 三氧化物的測定	61
§ 5. 氧化鈣的測定	62
§ 6. 氧化鎂的測定	62
§ 7. 氧化鐵的測定	62
§ 8. 氧化亞鐵的測定	64
§ 9. 氧化亞錳的測定	65
§ 10. 氧化鋁的測定	65

第六節 礫土的化學分析

§ 1. 附着水分的測定	66
§ 2. 燒失量的測定	66
§ 3. 二氧化矽的測定	67
§ 4. 三氧化物的測定	68
§ 5. 氧化鐵的測定	70
§ 6. 二氧化鈦的測定(比色法)	71
§ 7. 氧化鋁的測定	72
§ 8. 氧化鈣的測定	72
§ 9. 氧化鎂的測定	74
I 磷酸鹽法	74
II 8-羥基喹啉法	75
III 絡合劑容量法	75
§ 10. 全硫量的測定	75

第七節 重晶石化學分析

§ 1. 燒失量的測定	77
§ 2. 二氧化矽的測定	77

第八節 工業碳酸鋇的化學分析

§ 1. 燒失量的測定	81
§ 2. 二氧化矽的測定	81
§ 3. 硫酸鋇的測定	82
§ 4. 氧化鋇的測定	83
§ 5. 氧化鈣的測定	84
§ 6. 氧化鎂的測定	84
§ 7. 氧化鐵的測定	84
§ 8. 氧化鋁的測定	85

第九節 螢石的化學分析

§ 1. 附着水分的測定	87
§ 2. 氧化鈣的測定	87
§ 3. 氟化鈣的測定	88
§ 4. 二氧化矽的測定	89
§ 5. 三氧化物的測定	90
§ 6. 總鈣量的測定	91
§ 7. 氧化鎂的測定	91

第十節 石膏的化學分析

§ 1. 附着水分的測定	92
§ 2. 結晶水的測定	92
§ 3. 不溶物的測定	93
§ 4. 三氧化物的測定	93
§ 5. 氧化鈣的測定	93
§ 6. 氧化鎂的測定	93
§ 7. 氧化鐵的測定	93
§ 8. 氧化鋁的測定	94

§ 9. 三氧化硫的測定.....94

第十一節 粘土質石膏的化學分析

§ 1. 附着水分的測定.....95

§ 2. 結晶水的測定.....95

§ 3. 二氧化矽的測定.....96

§ 4. 三氧化物的測定.....96

§ 5. 氧化鈣的測定.....96

§ 6. 氧化鎂的測定.....97

§ 7. 氧化鐵的測定.....97

§ 8. 氧化鋁的測定.....97

§ 9. 三氧化硫的測定.....97

第十二節 石棉的化學分析

§ 1. 附着水分的測定.....98

§ 2. 結晶水的測定.....98

§ 3. 二氧化矽的測定.....98

§ 4. 三氧化物的測定.....99

§ 5. 氧化鈣的測定.....99

I 高錳酸鉀法.....99

II 絡合劑容量法.....100

§ 6. 氧化鎂的測定.....102

I 磷酸鹽法.....102

II 絡合劑容量法.....103

§ 7. 氧化亞鐵的測定儀器.....10³

§ 8. 氧化鐵的測定.....104

§ 9. 氧化鋁的測定.....105

§ 10. 矽金屬的測定.....105

第十三節 煤的工業分析

§ 1. 水分的測定.....105

§ 2. 灰分的測定.....106

§ 3. 揮發分的測定.....106

§ 4. 固定碳的測定.....107

§ 5. 發熱量的測定.....10

§ 6. 量熱器水當量的測定.....11

第二章 原料混合物的化學分析

第一節 水泥生料的化學分析

§ 1. 附着水分的測定.....113

§ 2. 燒失量的測定.....114

§ 3. 二氧化矽的測定.....114

§ 4. 三氧化物的測定.....115

§ 5. 氧化鈣的測定.....116

§ 6. 氧化鎂的測定.....118

I 磷酸鹽法.....118

II 8-羥基喹啉法.....11⁹

III 絡合劑容量法.....11

§ 7. 氧化鐵的測定.....119

I 高錳酸鉀法.....119

II 磷酸法.....121

§ 8. 氧化鋁的測定.....122

第二節 礦渣生料的化學分析

§ 1. 附着水分的測定.....123

§ 2. 燒失量的測定.....123

§ 3. 二氧化矽的測定.....123

§ 4. 三氧化物的測定.....123

§ 5. 氧化亞錳的測定.....123

I 重量法.....123

II 過硫酸銨比色法.....124

§ 6. 氧化鈣的測定.....124

§ 7. 氧化鎂的測定.....125

§ 8. 氧化鐵的測定.....125

§ 9. 氧化鋁的測定.....125

第三節 礦渣生料中石灰石摻加量的測定

第四节 水泥生料中碳酸鈣的測定	§ 2. 二氧化硅的測定	135
第五节 水泥生料的快速化学分析	§ 3. 氧化鉄的測定	137
§ 1. 試样溶液的制备	§ 4. 氧化铝的測定	139
	§ 5. 氧化鈣的測定	141
	§ 6. 氧化鎂的測定	142

第三章 水泥的化学分析

第一节 水泥熟料的化学分析	§ 2. 燒失量的測定	164
§ 1. 附着水分的測定	§ 3. 二氧化硅的測定	164
§ 2. 燒失量的測定	§ 4. 三氧化物的測定	165
§ 3. 二氧化硅的測定	§ 5. 氧化鈣的測定	165
I 干涸法	§ 6. 氧化鎂的測定	166
II 氯化鋁法	§ 7. 氧化鉄的測定	166
§ 4. 三氧化物的測定	§ 8. 氧化铝的測定	166
§ 5. 氧化鈣的測定	§ 9. 三氧化硫的測定	167
§ 6. 氧化鎂的測定	第四节 矿渣水泥的化学分析	
I 磷酸盐法	§ 1. 附着水分的測定	167
II 8-羟基喹啉法	§ 2. 二氧化硅的測定	167
III 絡合剂容量法	§ 3. 三氧化物的測定	167
§ 7. 不溶物的測定	§ 4. 氧化亜錳的測定	167
§ 8. 氧化鉄的測定	§ 5. 氧化鈣的測定	168
I 高錳酸鉀法	§ 6. 氧化鎂的測定	168
II 碘量法	§ 7. 氧化亜鉄的測定	168
§ 9. 氧化铝的測定	§ 8. 氧化鉄的測定	168
§ 10. 三氧化硫的測定	§ 9. 氧化铝的測定	169
§ 11. 游离氧化鈣的測定	§ 10. 不溶物的測定	169
I 甘油酒精法	§ 11. 三氧化硫的測定	169
II 甘油酒精(硝酸錳)法	§ 12. 硫化物中硫的測定	169
III 乙二醇快速法	§ 13. 矿渣含量的測定(还原值法)	170
第二节 普通水泥的化学分析	第五节 高鎂水泥的化学分析	
第三节 火山灰質水泥的化学分析	第六节 白水泥的化学分析	
§ 1. 附着水分的測定	第七节 低热水泥和堵塞水泥的化学分析	
	第八节 矾土水泥的化学分析	

§ 1. 附着水分的測定	173
§ 2. 燒失量的測定	173
§ 3. 二氧化硅的測定	173
§ 4. 三氧化物的測定	174
§ 5. 氧化鈣的測定	175
§ 6. 氧化鎂的測定	176
I 磷酸鹽法	176
II 8-羥基喹啉法	177
III 絡合劑容量法	177
§ 7. 氧化鐵的測定	177
§ 8. 二氧化鈦的測定	178
§ 9. 氧化亞鐵的測定	178
§ 10. 氧化鋁的測定	178
§ 11. 硫化物中硫的測定	178
§ 12. 不溶物的測定	178

第九節 鋁水泥的化學分析

§ 1. 燒失量的測定	179
§ 2. 二氧化硅的測定	179
§ 3. 硫酸鋁的測定	181
§ 4. 三氧化物的測定	182
§ 5. 氧化鋁的測定	183
§ 6. 氧化鈣的測定	184
§ 7. 氧化鎂的測定	184

§ 8. 氧化鐵的測定	184
-------------	-----

第十節 石膏礦渣水泥的化學分析

§ 1. 附着水分的測定	185
§ 2. 結晶水的測定	185
§ 3. 二氧化硅的測定	185
§ 4. 三氧化物的測定	185
§ 5. 氧化亞鐵的測定	186
§ 6. 氧化鈣的測定	186
§ 7. 氧化鎂的測定	186
§ 8. 氧化亞鐵的測定	186
§ 9. 氧化鐵的測定	186
§ 10. 氧化鋁的測定	186
§ 11. 不溶物的測定	187
§ 12. 三氧化硫的測定	187
§ 13. 硫化物中硫的測定	187

第十一節 高級水泥中氟和磷的測定

§ 1. 氟的測定	187
§ 2. 磷的測定	190
I 容量法(砷量法)	190
II 比色法	193

第四章 混合材料的測定

第一節 混合材料中活性石灰吸收量的測定

第二節 混合材料中可溶硅酸的測定

第三節 混合材料中可溶性氧化鋁的測定

第四節 礦渣活性度的測定

第一章 水泥原料的化学分析

第一节 粘土的化学分析

粘土是組成地壳的各种岩石中分布最广的一种岩石，一般都以高岭土为其代表。但粘土的种类却远較此为复杂。它乃是各种岩石受了地壳表面带所进行的物理作用、物理化学作用和生物化学作用的分解产物，且其中多含有其它杂质，如石英、褐铁矿、云母、长石等。因此，它的成分也很复杂。

作为水泥原料的粘土，一般的化学成分如下：

SiO_2	65%左右
Al_2O_3	15%左右
Fe_2O_3	5%左右
CaO	5%左右
MgO	3%左右
R_2O	4%左右

§ 1. 附着水分的测定

附着水分，即固体表面自周围空气中吸附的水分。这种水分在 $105-110^\circ\text{C}$ 下可被除去。

附着水分不算作物质的组成部分，其含量是以物质的性质、研碎程度和周围空气的湿度而定。一般矿物或岩石的试样捣得愈细，其表面积愈大，吸附水分也就愈多。此外空气湿度增大，吸附的水分也增多。

分 析 步 骤

精确称取试样 1—2 克，放入预先烘干至恒量的并带有磨口

塞的称量瓶中^①。放入105—110° C的烘箱中（应开盖）烘1—2小时。然后用带有胶皮头的钳子将称量瓶由烘箱中取出，放入干燥器中。加盖（但不应盖得太紧），冷却^②。将称量瓶紧密盖好，称量。如此反复烘干称量，直至恒量。

附着水分的百分含量按下式计算：

$$\text{附着水分}\% = \frac{(G - G_1) \times 100}{G}$$

式中：G——干燥前试样重量（克）。

G₁——干燥后试样重量（克）。

§ 2. 烧失量的测定

粘土的烧失量，是由于在高温下粘土中化合水分的失去，有机物的分解和碳酸盐及其他盐类的分解而失去的重量。但在灼烧时也有低价氧化物的氧化而增加重量。因此烧失量是减轻重量与增加重量的代数和。

分 析 步 骤

精确称取试样约1克，放入已灼烧恒量的磁坩埚中。置于高温炉中，从低温升起，在950—1000° C的温度下灼烧30分钟。取出，冷却，称量。如此反复灼烧称量，直至恒量。

烧失量的百分含量按下式计算：

$$\text{烧失量}\% = \frac{(G - G_1) \times 100}{G}$$

式中：G——灼烧前试样重量（克）。

G₁——灼烧后试样重量（克）。

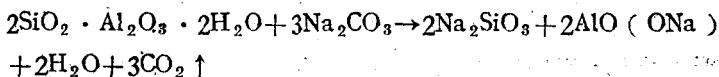
^① 测定水分时，不必每次都把称量瓶干燥至恒量。用毕称量瓶后把它拭净，存放在干燥器内。在称取试样前把它放入烘箱于110° C下烘30分钟，再在干燥器内冷却后即可称量使用。

^② 在干燥器中冷却的时间前后要一致。冷却时间一般为20—30分钟，但可以依天气的冷热而酌量增减。

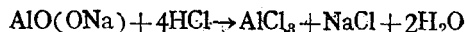
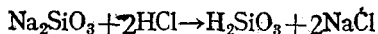
§ 3. 二氧化硅的測定

自然界中的硅酸盐，能否为酸所溶解，主要决定于二氧化硅的含量与硷性氧化物的含量之比。若比值愈大，则愈不易为酸所溶解。反之，硷性氧化物含量愈高，并且硷性愈强，则此硅酸盐愈易为酸溶解，甚至可溶于水。如：硅酸钠可溶于水，硅酸钙不溶于水而溶于酸，硅酸铝则不能为酸完全溶解。粘土亦是一种不溶于酸的硅酸盐。

为了使粘土能够转化为易被酸所溶解的物质，必须增加其硷性氧化物的比值。因此，需将试样与碳酸钠共同熔融，使转化为可溶于酸的物质。以高岭土与碳酸钠熔融为例：



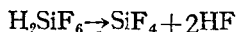
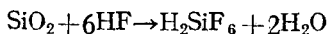
用盐酸处理时，析出硅酸的胶状沉淀并生成金属氯化物：



析出的胶状硅酸，经干涸脱水后，成为不溶性的 $\text{SiO}_2 \cdot \frac{1}{2}\text{H}_2\text{O}$ 状态，再经灼烧即得二氧化硅。

干涸脱水后的硅酸，仍具有较强的吸水性，致使一小部分硅酸仍呈可溶性又回到溶液中去。因此，在分析要求严格时，需将全部滤液再行干涸，进行第二次脱水，以便收回。

在硅酸干涸脱水的过程中，常夹杂铁、铝、钛等盐类，不易完成分离。但在一般分析中，这些杂质可抵消一部分溶解的硅酸，故可略而不计。如分析要求严格，二氧化硅需要进行两次脱水，并用氢氟酸处理。



SiF_4 具有挥发性，处理前后两次重量之差，即为二氧化硅之重量。

試 劑

- (1) 无水碳酸鈉。
- (2) 盐酸(比重1.19)。
- (3) 盐酸(1:1): 将盐酸(比重1.19)以同体积水稀釋。
- (4) 盐酸(3:97): 将盐酸(比重1.19)3毫升以97毫升水稀釋。
- (5) 1%硝酸銀溶液: 将硝酸銀1克溶于90毫升水中, 加5—10毫升硝酸(比重1.42)装入棕色瓶中。

分 析 步 驟

精确称取試样約0.5克^①, 置于鉑坩堝中^②。加入2克无水碳酸鈉^③, 用鉑絲或玻棒仔細混合均匀, 再以1克无水碳酸鈉擦洗鉑絲或玻棒, 并鋪于試样表面。置噴灯上以微火加热3—4分鐘, 再逐漸升高温度至試样熔融。待二氧化碳气泡停止发生后, 再以高温(1000°C)灼燒数分鐘^{④⑤}。

^① 粘土試样吸水性特強。因此, 在称取試样时, 必須很快地称量完毕。但除机械加砝碼的电光分析天平可以很快地称量完毕外, 其它天平, 在称量过程中, 都易使試样吸水, 从而影响分析結果。为了避免由于試样吸水而給分析带来的誤差, 可以采取以下方法: (1) 采用減量法称量。即將試样裝于称量瓶中烘干, 将称量瓶冷却并紧密盖好后, 連同称量瓶一起称量, 然后迅速用带胶皮头的鉗子将盖打开, 取出所需試样置于鉑坩堝中, 立即盖上瓶盖再行称量。两次称量之差即为所取之試样重。

(2) 在測定附着水分的同时, 称取未烘干的試样, 然后根据附着水分的百分含量再換算成干燥試样。

^② 在試样中含有有机物和还原性物質較多时, 則將試样置于鉑坩堝中, 在600—800°C温度下灼燒数分鐘, 使有机物分解, 还原性物質能被氧化。然后再加碳酸鈉进行熔融, 以防止侵蝕鉑坩堝。

^③ 有些粘土鉍的含量很高, 較难熔融分解。因此, 需要将試样进一步研細, 熔融所用碳酸鈉之量須增加至8—10倍。同时, 为了避免三氧化物的沉淀体积过大和难以洗滌干净, 可将試样減少至0.3—0.4克。

^④ 一般粘土的熔融在高温(1000°C)灼燒3—5分鐘即可。

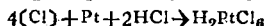
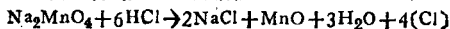
^⑤ 熔融一般粘土尙可采用快速熔融法。其方法如下:

称取0.5克試样, 置于鉑坩堝中。先在600—800°C温度下灼燒3—5分鐘, 然后加入試样量的3倍即1.5克的无水碳酸鈉, 压碎, 混匀。然后将此鉑坩堝放入1000°C的高温爐中保持5分鐘(不宜用噴灯代替, 因噴灯的温度不均匀, 会使熔融物溅出), 立即取出, 冷却。以后的操作同于原操作。

熔融完毕后，用铂或镍坩埚钳，夹持铂坩埚旋转，使熔融物均匀的附于坩埚周壁。冷却后再于高温中灼烧半分钟，至坩埚显暗红色^①。冷却后，以热水浸取熔块^②。将熔块移至磁皿中，盖上表面皿，自磁皿口上滴加盐酸（1:1）。待作用停止后，用热稀盐酸洗净坩埚及坩盖^③，洗液并于磁皿中。用水冲洗表皿及磁皿边缘，将磁皿放在水浴上蒸发干涸。近干时，压碎残渣^④。至无盐酸气味后，取下，冷却，加盐酸（比重1.19）润湿，再于水浴上蒸发^⑤，至无盐酸气味后，继续蒸干1小时，或置105—110°C的烘箱中烘干1小时。取出，冷却，加盐酸（比重1.19）5—10毫升润湿。5分钟后，用30毫升热水冲洗表皿及三角架，并搅拌溶液，使盐类完全溶解。待溶液澄清后，用中密滤纸过滤。用热盐酸（3:97）在磁皿内以倾析法洗涤沉淀3—5次^⑥，再将沉淀移于漏斗中，用胶头扫棒擦洗磁皿，并用热水洗涤磁皿和沉淀^⑦，至氯根反应消失为止（用硝酸银溶液检验）。保存滤液，以供测定三氧化物。

① 冷却后再灼烧半分钟是为了熔融物易于从铂坩埚上脱出。

② 粘土试样中常含有少量的锰，在熔融过程中，变成碱金属的锰酸盐，由熔融物的绿色可以判断出来。因此，当加盐酸溶解熔块时，盐酸会被锰酸氧化而产生（Cl₂），与铂起强烈的作用，生成氯铂酸。



因此，需将熔块用水浸取，移入磁皿之后再加盐酸溶解。而残留在铂坩埚中的少许熔块，亦只能用稀盐酸洗出。

③ 当试样中含有有机物和碳等还原性物质，而在用碳酸钠熔融之前，又未在良好的氧化条件下进行灼烧，或在熔融过程中氧化条件不充分，则试样中的铁将会被还原而与铂作用，形成紫褐色的薄层，或需将空坩埚在高温下灼烧后，才出现紫褐色的薄层。这时，必须反复用热稀盐酸洗涤，否则，将影响三氧化物测定的准确性。

④ 为了使二氧化硅脱水完全，在蒸至近干时，需将残渣小心地压碎。否则，当水分被蒸发、盐类结晶析出时所形成的一层表膜，将阻碍其内部水分的继续蒸发和二氧化硅的脱水。但压碎残渣时需特别小心，切勿使残渣跳出，否则影响分析结果。

⑤ 加盐酸润湿后，再一次置于水浴上蒸干，是为了使第一次蒸干时还有少量可溶性的硅酸能进一步脱水变为不溶性的。

⑥ 用热稀盐酸洗涤沉淀是为了防止铁、铝等氯化物的水解。

⑦ 在漏斗中洗沉淀时，每次都应由滤纸之上部向下洗。每次洗涤时，用水应尽量少，而洗涤的次数可以增多。

將濾紙及沉淀，一并移入已灼燒恒量的磁坩堝中，灰化^①，于950—1000°C高溫下灼燒30—40分鐘。取出，置于干燥器中冷卻，稱量^②，反復灼燒直至恒量。

二氧化硅的百分含量按下式計算：

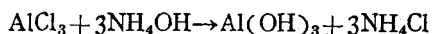
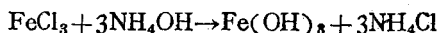
$$\text{SiO}_2\% = \frac{G_1 \times 100}{G}$$

式中：G₁——灼燒后沉淀重量（克）。

G——試樣重量（克）。

§ 4. 三氧化物的測定

三氧化物系在氯化銨存在下，用氫氧化銨溶液使鐵鋁的氯化物沉淀為氫氧化物：



把沉淀濾出并灼燒，便獲得三氧化物的总量。

氯化銨的存在，能控制溶液的鹼度；促使三價金屬氫氧化物沉淀更好的凝聚；并防止二價金屬特別是鎂的沉淀。

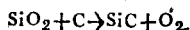
試 劑

(1) 硝酸（比重1.42）。

(2) 氫氧化銨（1:1）：將氫氧化銨（比重0.90）以同體積水稀釋。

(3) 0.2% 甲基紅酒精溶液：將0.2克甲基紅溶于100毫升酒精中。

① 灰化時要用小火緩緩加熱，如在濾紙潮濕的情況下驟加高溫，則濾紙灰化不完全，且可與硅酸化合生成碳化硅，即使再用大火灼燒，也不能使它分解而造成誤差。



② 灼燒后的二氧化硅極易吸水，所以稱量前的冷卻時間應保持一致，并且稱量要迅速。

(4) 2%硝酸铵溶液: 将20克硝酸铵溶于1立升水中, 以甲基红为指示剂, 加氢氧化铵中和至弱硷性反应。

(5) 1%硝酸银溶液。

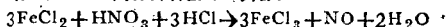
分析步骤

将测定二氧化硅后的滤液, 调整至150—200毫升。加入2—3滴硝酸①(比重1.42), 加热至沸。稍冷, 加入2—3滴甲基红, 在搅拌下慢慢滴加氢氧化铵(1:1)②, 至溶液变黄, 并略有氨味③。再加热至沸④, 取下, 待溶液澄清后, 趁热立即用不密滤纸过滤⑤。用2%热硝酸铵溶液洗涤沉淀⑥, 至氯根反应消失为止⑦(用硝酸银溶液检验)。保存滤液, 以供测定氧化钙。

将沉淀及滤纸一并移入已灼烧恒量的磁坩埚中, 再于950—1000°C高温下灼烧30—40分钟。取出, 冷却, 称量。反复灼烧, 直至恒量。

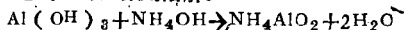
三氧化物的百分含量按下式计算:

① 加入硝酸可使二价铁氧化成三价铁:



② 在润湿二氧化硅残渣时, 已加入5—10毫升盐酸(比重1.19)。因此, 在用氢氧化铵沉淀三氧化物时, 可产生足够量的氯化铵(相当于3—6克), 故无需另加氯化铵。

③ 由于氢氧化铝沉淀完全的pH范围很狭(6.5—7.5之间), 如加入的氢氧化铵过多, pH达到9时, 铝则溶解。



④ 加热至沸, 是为了促使胶体沉淀凝聚。但煮沸时间过长, 则沉淀发粘, 不易过滤和洗涤。

⑤ 沉淀后, 应立即趁热过滤, 否则, 放置过久后, 易吸收空气中的二氧化碳, 使钙有小部份成为碳酸盐而沉淀。如有锰存在时, 更应迅速过滤, 这是由于锰在硷性溶液中极易被空气中的氧所氧化, 会析出二氧化锰水化物的沉淀。同时, 可使溶液过滤迅速。

⑥ 在洗涤胶体沉淀时, 不能间断。否则, 胶体沉淀会干结龟裂, 则难以洗净。在三氧化物沉淀中, 若能加入少许纸浆, 则不仅可使沉淀不至于结块, 易于洗涤, 且有利于沉淀的灰化和灼烧。

⑦ 三氧化物的胶体沉淀, 吸附杂质的能力很强, 尤其是对硷金属的吸附。因此, 除应充分洗涤沉淀外, 在要求较高时, 应将沉淀用盐酸溶解后, 再进行第二次沉淀。

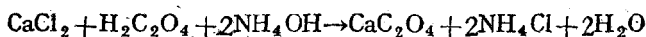
$$R_2O_8\% = \frac{G_1 \times 100}{G}$$

式中： G_1 ——灼燒后試样重量（克）。

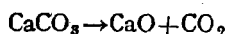
G ——試样重量（克）。

§ 5. 氧化鈣的測定①

溶液中的鈣盐，与草酸在弱酸性或硷性溶液中作用，生成草酸鈣沉淀。而鎂盐則在过量草酸銨的存在下，生成可溶性草酸鎂的复盐，而与鈣分离。



草酸鈣沉淀在灼燒时，先分解成碳酸盐，然后再分解成氧化物。



試 剂

(1) 盐酸（比重1.19）。

(2) 5%草酸溶液：将草酸（ $H_2C_2O_4 \cdot 2H_2O$ ）50克溶于水中，稀釋至1立升（如溶液不清，可过滤以后再稀釋）。

(3) 氫氧化銨（1:1）。

(4) 0.1%草酸銨溶液：将草酸銨1克溶于水中，稀釋至1立升。

分 析 步 驟

将測定三氧化物后的滤液，加盐酸酸化，調整溶液至200—250毫升。煮沸后加入15毫升5%的热草酸溶液，在攪拌下慢慢滴加氫氧化銨（1:1），至溶液变黄。在不攪拌下煮沸3—5分鐘。取下后加2—3滴氫氧化銨（1:1），放置热处半小

① 如試样中氧化鈣含量較高时可采用高錳酸鉀（0.05N）容量法。