

# 实用

邵春山  
编著

## 水泥生产控制分析

中国建材工业出版社

TQ172.6  
4-232

# 实用水泥生产控制分析

邵春山 编著

中国建材工业出版社

900040

## 图书在版编目(CIP)数据

实用水泥生产控制分析/邵春山编著. -北京:中国建材工业出版社,1999.10  
ISBN 7-80090-946-8

I. 实… II. 邵… III. 水泥-生产过程-过程控制-分析 IV. TQ172.6

中国版本图书馆 CIP 数据第 44154 号

### 内 容 简 介

本书较系统地介绍了水泥企业从原材料到产品的生产控制分析的主要内容。包括水泥生产工艺基础知识、原料及燃料控制分析、水泥生料控制分析、水泥熟料及水泥控制分析的实用技术。书中贯彻执行现行国家标准 GB/T 176-1996《水泥化学分析方法》,并在参考有关化学分析的大量文献资料的基础上,总结作者多年来从事水泥生产控制、水泥化学分析的实践经验,列出了行之有效的快速而准确的水泥生产控制分析技术,实用性较强,对全国中小水泥企业提高分析测试水平、保证产品质量具有积极作用。可供水泥企业化验室主任、质检人员及建材科研单位、大专院校、质检站人员阅读参考,也可作为职工培训、继续教育的参考教材。

### 实用水泥生产控制分析

邵春山 编著

责任编辑 赵从旭

特约编辑 张绍周

\*

中国建材工业出版社

(北京海淀区三里河路 11 号 邮政编码:100831)

新华书店北京发行所发行 各地新华书店经售

北京艺辉胶印厂印刷

开本:850mm×1168mm 1/32 印张:8.375 字数:200千字

1999年10月第1版 1999年10月第1次印刷

印数 1—2000册 定价:16.00元

ISBN 7-80090-946-8/TU·234

# 序

水泥企业化验室在水泥生产实践中起着十分重要的作用。其主要任务是通过对原材料、燃料、生料、熟料、出厂水泥品质的检验,为控制水泥熟料的烧成工艺、制得合格水泥产品,尽可能快地提供准确的分析数据。为此,水泥行业的科技工作者不断研究开发新的快速分析方法和分析仪器,使水泥生产控制分析技术水平不断得到提高。

河南建筑材料研究设计院邵春山高级工程师(河南省水泥质检站副站长)具有多年的水泥生产控制、水泥化学分析及其情报信息工作的实践经验,在《水泥》等杂志上发表了不少论文,报道自己的研究成果,还收集出版过数本资料汇编,为我国水泥行业生产控制人员所熟知。最近,他以自己多年实践经验为基础,收集整理分散见于全国书刊上有关水泥化学分析的大量文献资料,编著了这本《实用水泥生产控制分析》。

本书贯彻执行现行国家标准 GB/T 176-1996《水泥化学分析方法》,采用的是最先进的分析技术。例如,以银坩埚熔样制备试验溶液;以氯化铵重量法或氟硅酸钾容量法测定二氧化硅;以直接滴定法测定三氧化二铝;以原子吸收光谱法测定氧化镁;以盐酸和氢氧化钠测定不溶物;等等,都是依据修订后的国家标准。

本书除标准方法外,还系统地列入了包括作者在内很多科技工作者近年来研究成功且经实践证明为准确而快速的实用控制分析技术。例如:在同一份溶液中,快速分步测定氧化钙和氧化镁;对于三氧化二铁的测定,采用硫酸-磷酸-高氯酸联合分解试样,使溶样、脱炭同时进行,并以硫酸分解开始产生白烟判断试样的分解程度,以最短的时间完成试样的分解;列出了水泥生料中三氧化二铁三种无汞的实用测定方法:改进的铝片还原法,二氯化锡-三氯化

BBP 67/08

钛联合还原法,以甲基橙作指示剂以二氯化锡还原法,不仅可避免使用有毒的二氯化汞,而且较目前很多水泥厂正在使用的铝片还原法、三氯化钛法更加简便、快速而准确;在萤石氟化钙的测定中,列入了以含钙乙酸溶液进行分离、以硼酸提取的方法,克服了以往分离不完全的缺点,使方法更加快速、准确;增列了测定水泥中三氧化硫的离子交换-配位滴定法,在保留现行离子交换-中和法快速特点的同时,不受共存的氟、氯、磷的干扰,可从根本上避免因使用化学石膏而产生较大测定误差的因素(这种误差在很多水泥厂中屡屡发生,影响着水泥生产的正常进行);在水泥(黑)生料的全分析中,列入镍坩埚熔样-比色测定硅、铁、铝的方法,以及改进后的二氧化硅氟硅酸钾容量法,这些措施使得在1小时内完成水泥生料中硅、铁、铝、钙四种主要成分的测定成为可能,对于水泥厂使用率值进行生产控制、保证生料的配料质量特别有利;对水泥黑生料,列入了添加晶种时使用烧失量法测定含煤量的方法,比以往方法更加准确;等等。本书所列方法,特别适合于全国众多水泥企业化验室应用于生产控制,可以取得良好效果。也可作为人员培训教材。

本书第一篇,以简要的篇幅叙述了有关水泥生产及原材料的基本知识,是水泥企业化验人员应该掌握的。该篇还叙述了水泥生料配料计算的步骤,并给出了五个实例,其中,添加晶种时的配料计算实例,对于众多使用添加晶种技术的水泥企业具有很好的参考价值。

本书篇幅短小,条理清晰,内容丰富,实用性强,涵盖了水泥企业从原料到产品的生产控制分析的主要内容。对于已见诸有关书籍的分析原理等,本书不做过多的叙述。对于各成分的测定要点,紧接在各测定步骤之后,以“注释”的形式予以叙述,针对性更强。

相信本书的出版,将对提高全国众多水泥企业的分析测试技术水平、保证水泥产品质量,起到积极作用。

张绍周

1999年9月于北京

# 前 言

本书是专为水泥企业从事化验的分析工、控制工以及质量技术管理人员编写的。其主要内容是水泥生产过程中对原料及燃料、半成品和水泥进行化学分析和生产控制的实用技术；还有分析工和控制工常用的有关水泥工艺知识。这些技术与知识，多数是作者与同事、同行近年来的科研成果和实践经验，对水泥企业进行质量控制具有较强的实用性和针对性。

全书分为两篇八章。书后列有附录及主要参考文献，以便读者参阅。每章的控制分析项目分为内容提要、操作步骤和注释，力求便于读者阅读和应用。有些项目并列了几种测定方法，各企业可根据情选用或改进。

此书在编著过程中，承蒙中国建材工业出版社石景星社长及许多同志的积极支持与帮助。我尤其要感谢的是中国建筑材料科学研究院张绍周（教授级）高级工程师。他在百忙中为我精心审改了全部书稿，提出了许多宝贵意见，并为本书作序。我还要感谢郑州豫新水泥生料配料研究所刘笃新高级工程师审阅了第一篇第四章生料配料计算。对本书参考文献中的所有作者，在此深表谢意。

由于本人学识有限，书中恐有不足不妥之处，敬请读者不吝指正！

编著者

1999年8月于郑州

## 本书常用试剂

1. 盐酸( $\text{HCl}$ ): (1+1); (1+4); (1+5); (3+97)。
2. 硫酸( $\text{H}_2\text{SO}_4$ ) (1+1); (1+9); (4+96)。配制稀硫酸溶液时,一定要在搅拌下将浓硫酸缓缓注入盛于玻璃烧杯的水中,决不能将水注入浓硫酸中!
3. 磷酸-硫酸-高氯酸混合酸: 先按磷酸+硫酸+水=1+1+2的体积比小心混合后(在搅拌下将1体积浓硫酸缓缓注入盛于玻璃烧杯中的2体积水中,再加入1体积浓磷酸),再按每10体积加入1体积高氯酸,混合均匀。
4. 硫酸-磷酸混合酸(1+2): 将150mL浓硫酸缓缓注入500mL水中,冷却后加入300mL磷酸,用水稀释至1L。
5. 草酸-硫酸混合酸(15g/L): 将15g草酸溶于硫酸溶液(4+96)中。
6. 乙酸( $\text{CH}_3\text{COOH}$ )溶液(1+9): 将1体积冰乙酸以9体积水稀释。
7. 含钙乙酸溶液: 称取1.50g碳酸钙置于400mL烧杯中,盖上表面皿,加入约100mL乙酸溶液(1+9),微沸,驱尽二氧化碳,冷却至室温后,用乙酸溶液(1+9)稀释至500mL,摇匀。
8. 硼酸溶液(50g/L): 将50g硼酸溶于1L水中。
9. 硼酸-盐酸混合酸: 称取10g硼酸,置于400mL烧杯中,加入100~200mL水,加热使之溶解,加入200mL浓盐酸,用水稀释至1L。
10. 氨水( $\text{NH}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$ ) (1+1)
11. 无水乙醇( $\text{CH}_3\text{CH}_2\text{OH}$ ): 含量不低于99.5%(体积分数 $\varphi$ )。
12. 氢氧化钾溶液(200g/L): 将200g氢氧化钾( $\text{KOH}$ )溶于水中,加水稀释至1L。

13. 氢氧化钾溶液(10g/L):将 10g 氢氧化钾(KOH)溶于水,加水稀释至 1L。
14. 氢氧化钾无水乙醇溶液(5g/L):将 5g 氢氧化钾(KOH)溶于 1L 无水乙醇中。
15. 氢氧化钾-三乙醇胺溶液(112g-40mL/500mL):将 112g 氢氧化钾(KOH)溶于 300mL 水中,加入 40mL 三乙醇胺  $[N(CH_2CH_2OH)_3]$ ,加水稀释至 500mL。
16. 氢氧化钠溶液(15g/L):将 15g 氢氧化钠(NaOH)溶于水,加水稀释至 1L。贮存于塑料瓶中。
17. 氢氧化钠无水乙醇溶液(0.4g/L):将 0.2g 氢氧化钠(NaOH)溶于 500mL 无水乙醇中。
18. 氟化钾溶液(300g/L):将 30g 氟化钾( $KF \cdot 2H_2O$ )置于塑料杯中,以 50mL 水溶解,加水稀释至 100mL,贮存于塑料瓶中。
19. 氟化钾溶液(150g/L):将 15g 氟化钾( $KF \cdot 2H_2O$ )置于塑料杯中,以 50mL 水溶解,加水稀释至 100mL,贮存于塑料瓶中。
20. 氟化钾溶液(20g/L):将 20g 氟化钾( $KF \cdot 2H_2O$ )置于塑料杯中,以 50mL 水溶解,加水稀释至 1L,贮存于塑料瓶中。
21. 氯化钾饱和溶液(约 350g/L):将 350g 氯化钾(KCl)溶于水中,用水稀释至 1L。
22. 氯化钾溶液(50g/L):将 50g 氯化钾(KCl)溶于水中,用水稀释至 1L。
23. 氯化钾-乙醇溶液(50g/L):将 50g 氯化钾(KCl)溶于 500mL 水中,用 95%乙醇稀释至 1L。
24. 硫酸铜溶液(5g/L):将 0.5g 硫酸铜( $CuSO_4$ )以少许硫酸(1+1)及水溶解后,用水稀释至 100mL。
25. 硝酸铵溶液(20g/L):将 20g 硝酸铵( $NH_4NO_3$ )溶于水中,用水稀释至 1L。以甲基红为指示剂,用氨水(1+1)中和至呈微碱性反应。
26. 高锰酸钾溶液(100g/L):将 100g 高锰酸钾( $KMnO_4$ )溶于水中,用水稀释至 1L,加数毫升浓硫酸。

27. 钨酸钠溶液(250g/L):称取 25g 钨酸钠( $\text{Na}_2\text{WO}_4$ )溶于适量水中(若浑浊则过滤),加入 5mL 浓磷酸,用水稀释至 100mL。
28. 硝酸银溶液(10g/L):将 10g 硝酸银溶于水,加入 10mL 硝酸,用水稀释至 1L。贮存于棕色瓶中。
29. 氯化钡溶液(100g/L):将 100g 氯化钡( $\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ )溶于水中,用水稀释至 1L。过滤后使用。
30. 氨性硫酸锌溶液:将 100g 硫酸锌( $\text{ZnSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ )溶于 300mL 水及 700mL 氨水中,静置一昼夜,过滤后使用。
31. 二氯化锡水溶液(50g/L):将 5g 二氯化锡( $\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ )加热溶解于 40mL 盐酸(1+1)中,冷却后加水稀释至 100mL,加数粒高纯锡。
32. 二氯化锡-磷酸溶液(50g/L):将 1000mL 浓磷酸放在烧杯中,在通风橱中于电炉上加热脱水至溶液体积缩减至 850~950mL 时,停止加热。待溶液温度降至 100℃ 以下时,加入 50g 二氯化锡( $\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ),继续加热至溶液透明,且无大汽泡冒出时为止(此溶液的使用期以不超过二周为宜)。
33. 三氯化钛溶液(体积分数  $\varphi=5\%$ ):取 1 体积三氯化钛溶液(体积分数  $\varphi=15\%$ ),加入 2 体积盐酸溶液(1+9),混匀。加一层液体石蜡保护。
34. EDTA 溶液(0.1mol/L):将 37.2g 乙二胺四乙酸二钠盐(简称 EDTA)置于烧杯中,加约 200mL 水,加热溶解,过滤,用水稀释至 1L。
35. EGTA 溶液(0.2g/L):将 0.2g 乙二醇二乙醚二胺四乙酸二钠盐(简称 EGTA)置于烧杯中,加约 200mL 水,加热溶解,用水稀释至 1L。
36. 磺基水杨酸钠指示剂溶液(100g/L):将 10g 磺基水杨酸钠溶于水,用水稀释至 100mL。
37. PAN 指示剂溶液(2g/L):将 0.2g PAN[名称为 1-(2-吡啶偶氮)-2-萘酚]溶于 100mL 乙醇( $\varphi=95\%$ )中。
38. 半二甲酚橙指示剂溶液(5g/L):将 0.5g 半二甲酚橙溶于

100mL 水中。

39. 甲基百里香酚蓝指示剂(MTB):将 1g 甲基百里香酚蓝与 20g 已于 105~110℃烘过的硝酸钾混合研细,贮存于磨口瓶中。
40. 钙黄绿素-甲基百里香酚蓝-酚酞(1+1+0.2)混合指示剂(简称 CMP 混合指示剂):准确称取 1.000g 钙黄绿素,1.000g 甲基百里香酚蓝,0.200g 酚酞,与 50g 已在 105℃烘干过的硝酸钾(KNO<sub>3</sub>)混合研细,贮存于磨口瓶中。
41. 酸性铬蓝 K-萘酚绿 B(1+2.5)混合指示剂(简称 K-B 指示剂):称取 1.000g 酸性铬蓝 K,2.5g 萘酚绿 B 与 50g 已在 105℃烘干过的硝酸钾(KNO<sub>3</sub>)混合研细,贮存于磨口瓶中。
42. 酚酞指示剂溶液(10g/L):将 1g 酚酞溶于 100mL 乙醇( $\varphi=95\%$ )中。
43. 甲基红指示剂溶液(2g/L):将 0.2g 甲基红溶于 100mL 乙醇( $\varphi=95\%$ )中。
44. 甲基橙指示剂溶液(1g/L):将 0.1g 甲基橙溶于 100mL 乙醇( $\varphi=95\%$ )中。
45. 溴酚蓝指示剂溶液(2g/L):将 0.2g 溴酚蓝溶于 100mL 乙醇( $\varphi=20\%$ )中。
46. 二苯胺磺酸钠指示剂溶液(5g/L):将 0.5g 二苯胺磺酸钠溶于 100mL 水中,加 5~6 滴硫酸(1+1)。用时现配。
47. 淀粉溶液(10g/L):将 1g 淀粉(水溶性)置于小烧杯中,加水调成糊状后,加入 100mL 沸水,煮沸约 1 分钟,待溶液冷却后,吸取上部清液使用。
48. 铁铵矾指示剂溶液(5g/L):将 0.5g 铁铵矾[ $\text{NH}_4\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$ ]溶于 100mL 硝酸(1mol/L)中。
49. 乙酸-乙酸钠(HAc-NaAc)缓冲溶液(pH3):将 3.2g 无水乙酸钠( $\text{CH}_3\text{COONa}$ )溶于水中,加入 120mL 冰乙酸( $\text{CH}_3\text{COOH}$ ),用水稀释至 1L,摇匀(用 pH 计或精密 pH 试纸检验)。
50. 乙酸-乙酸钠(HAc-NaAc)缓冲溶液(pH4.3):将 42.3g 无水乙酸钠( $\text{CH}_3\text{COONa}$ )溶于水中,加入 80mL 冰乙酸

( $\text{CH}_3\text{COOH}$ ),然后加水稀释至 1L,摇匀(用 pH 计或精密 pH 试纸检验)。

51. 六次甲基四胺缓冲溶液(400g/L):将 400g 六次甲基四胺( $\text{C}_6\text{H}_{12}\text{N}_4$ )溶于水中,然后用水稀释至 1L。
52. 柠檬酸钠配位缓冲溶液(pH6.0):将 294.1g 柠檬酸钠( $\text{C}_6\text{H}_5\text{Na}_3\text{O}_7 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ )溶于水中,用盐酸(1+1)和氢氧化钠溶液(15g/L)调节溶液 pH 至 6.0,然后加水稀释至 1L。
53. 氨-氯化铵( $\text{NH}_3\text{-NH}_4\text{Cl}$ )缓冲溶液(pH10):将 67.5g 氯化铵( $\text{NH}_4\text{Cl}$ )溶于水中,加 570mL 氨水,用水稀释至 1L。
54. 二安替比林甲烷溶液(30g/L 盐酸溶液):将 15g 二安替比林甲烷溶于 500mL 盐酸(1mol/L)中,过滤后使用。
55. 铬天青 S(简称 CAS)溶液(0.8g/L):将 0.8g 铬天青 S(2,6-二氯二甲基品红酮二羧酸)溶于 1000mL 乙醇(1+9)中。
56. 钼酸铵溶液(25g/L):将 2.5g 钼酸铵[( $\text{NH}_4$ )<sub>6</sub>Mo<sub>7</sub>O<sub>24</sub> · 4H<sub>2</sub>O]溶于 100mL 水中,放置 24 小时,过滤后使用。
57. 二溴硝基偶氮胂溶液(0.4g/L):将 0.4g 二溴硝基偶氮胂溶于 1L 水中。
58. 硫氰酸钾溶液(20g/L):将 20g 硫氰酸钾(KCNS)溶于 1L 水中。
59. 硫酸亚铁铵溶液(5g/L):将 5g 硫酸亚铁铵溶于 1L 水中,加 5mL 硫酸(1+1)。
60. 氢氧化钠无水乙醇溶液(5g/L)。
61. 溴甲酚绿-甲基红混合指示剂溶液(5-10g/L):将 0.5g 溴甲酚绿和 1g 甲基红溶于 100mL 乙醇中。
62. 氯化锶溶液(150g/L):称取 15g 氯化锶( $\text{SrCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ )置于烧杯中,加适量水溶解,用水稀释至 100mL。
63. 碳酸铵溶液(100g/L):将 10g 碳酸铵[( $\text{NH}_4$ )<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>]溶于 100mL 水中。用时现配。
64. 苦杏仁酸溶液(50g/L):将 50g 苦杏仁酸(苯羟乙酸)[ $\text{C}_6\text{H}_5 \cdot \text{CH}(\text{OH})\text{COOH}$ ]溶于 1L 热水中,用氨水(1+1)调节 pH 至约

为4(用pH试纸检验)。

65. 酒石酸钾钠溶液(100g/L):将10g 酒石酸钾钠( $\text{KNaC}_4\text{H}_4\text{O}_6 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ )溶于100mL水中。
66. 抗坏血酸溶液(10g/L):将1g 抗坏血酸溶于100mL水中,过滤后使用。用时配制。
67. 三乙醇胺溶液(1+2):将1体积三乙醇胺 $[\text{N}(\text{CH}_2\text{CH}_2\text{OH})_3]$ 以2体积水稀释。
68. 邻菲罗啉溶液(10g/L):将2g 邻菲罗啉溶于200mL水中。
69. 甘油无水乙醇溶液:将220mL 甘油 $[\text{C}_3\text{H}_5(\text{OH})_3]$ 放入500mL干燥烧杯中,在有石棉网的电炉上加热,在不断搅拌下分次加入30g 硝酸锶 $[\text{Sr}(\text{NO}_3)_2]$ ,直至溶解,然后在160~170℃下加热2~3h(甘油在加热后易变成微黄色,但对试验无影响),取下,冷却至60~70℃后将其倒入1L 无水乙醇中。加0.05g 酚酞指示剂,混匀,以氢氧化钠无水乙醇溶液(0.4g/L)中和至微红色。
70. 乙二醇-乙醇溶液(2+1):将1000mL 乙二醇 $[1,2-(\text{CH}_2\text{OH})_2]$ ,含水量小于0.5%(体积分数)置于烧杯中,在加热搅拌下加入45g 硝酸锶和0.06g 酚酞,冷却后加入500mL 无水乙醇。以氢氧化钾-无水乙醇溶液(5g/L)中和至微红色,贮存于干燥的玻璃磨口瓶中,密闭,勿使其吸收空气中的水汽(使用时配制)。
71. 铜-EDTA 溶液:按照EDTA 标准滴定溶液(0.015mol/L)(见85)和硫酸铜标准滴定溶液(0.015mol/L)(见86)的体积比(见86)准确配制成等浓度的混合溶液。
72. 动物胶溶液(10g/L):将1g 纯动物胶放入已加热至70~80℃的100mL水中,搅拌使之溶解。用时配制。
73. 艾氏剂:将1份质量的无水碳酸钠与2份质量的轻质氧化镁混合,研细至小于0.2mm后,混合均匀,贮存于密闭容器中。
74. 碳酸钙基准溶液(2.4mg/mL):称取0.6g( $m$ )已于105~110℃烘干2h的碳酸钙( $\text{CaCO}_3$ ),精确至0.0001g,置于

400mL 烧杯中,加入约 100mL 水,盖上表面皿,沿杯口滴加盐酸(1+1)至碳酸钙全部溶解,加热煮沸数分钟。将溶液冷至室温,移入 250mL 容量瓶中,用水稀释至标线,摇匀。

75. 氧化镁标准溶液(0.1mg/mL):称取 0.1000g 已于 600℃灼烧过 1.5h 的光谱纯氧化镁(MgO),精确至 0.0001g,置于 250mL 烧杯中,加入 50mL 水,再缓慢加入 20mL 盐酸(1+1),低温加热至全部溶解,冷却后移入 1000mL 容量瓶中,用水稀释至标线,摇匀。此标准溶液中氧化镁的质量浓度为 0.1mg/mL。
76. 氧化钾、氧化钠标准溶液(0.5mgK<sub>2</sub>O+0.5mgNa<sub>2</sub>O/mL):准确称取已在 130~150℃烘干 2h 的优级纯氯化钾 0.792g 及氯化钠 0.943g,精确至 0.0001g,置于烧杯中,加水溶解后,移入 1000mL 容量瓶中,用水稀释至标线,摇匀。贮存于塑料瓶中。
77. 二氧化钛标准溶液:称取 0.1000g 经高温灼烧过的二氧化钛(TiO<sub>2</sub>),精确至 0.0001g,置于铂(或瓷)坩埚中,加入 2g 焦硫酸钾,在 500~600℃下熔融至透明。熔块用硫酸(1+9)浸出,加热至 50~60℃使熔块完全溶解,冷却后移入 1000mL 容量瓶中,用硫酸(1+9)稀释至标线,摇匀。此标准溶液每毫升含有 0.1mg 二氧化钛。

吸取 100.00mL 上述标准溶液于 500mL 容量瓶中,用硫酸(1+9)稀释至标线,摇匀,此标准溶液每毫升含有 0.02mg 二氧化钛。

78. 氟标准溶液:称取 0.2763g 已于 500℃左右灼烧 100min(或在 120℃烘干 2h)的优级纯氯化钠(NaF),精确至 0.0001g,置于烧杯中,加水溶解后移入 500mL 容量瓶中,用水稀释至标线,摇匀。贮存于塑料瓶中。此标准溶液每毫升相当于 0.25mg 氟。

吸取一定体积的上述标准溶液,加水稀释成每毫升相当于 0.005;0.010;0.020;0.030mg 氟的系列标准溶液,并分别贮存于塑料瓶中。

79. 氢氧化钠标准滴定溶液(0.2500mol/L):将 100g 氢氧化钠溶

于 10L 水中,充分摇匀,贮存于带胶塞(装有钠石灰干燥管)的硬质玻璃瓶或塑料瓶中。

标定方法:准确称取约 1g 苯二甲酸氢钾,精确至 0.0001g,置于 400mL 烧杯中,加入约 150mL 新煮沸过并已用氢氧化钠溶液中和至酚酞呈微红色的冷水,搅拌使其溶解。然后加入 6~7 滴 10g/L 酚酞指示剂溶液,用配好的氢氧化钠标准滴定溶液滴定至微红色。

氢氧化钠标准滴定溶液的浓度按下式计算:

$$c(\text{NaOH}) = \frac{m \times 1000}{V \times 204.2}$$

式中: $c(\text{NaOH})$ ——氢氧化钠标准滴定溶液的浓度, mol/L;

$m$ ——苯二甲酸氢钾的质量, g;

$V$ ——滴定时消耗氢氧化钠标准滴定溶液的体积, mL;

204.2——苯二甲酸氢钾的摩尔质量, g/mol。

浓度的调整:水泥厂化验室中为便于计算,常把配制好的初始溶液的浓度调整至一准确数值(在此为 0.2500mol/L)。调整前需另配前一部分 1~2mol/L 的氢氧化钠溶液,然后按第五章第四节所述方法进行调整。

80. 氢氧化钠标准滴定溶液(0.1500mol/L):将 60g 氢氧化钠溶于 10L 水中,充分摇匀,贮存于带胶塞(装有钠石灰干燥管)的硬质玻璃瓶或塑料瓶中。

标定方法:准确称取约 0.8g 苯二甲酸氢钾,精确至 0.0001g,按 0.2500mol/L 氢氧化钠标准滴定溶液(见 79)的标定方法标定其浓度,并进而按下式计算其对二氧化硅的滴定度:

$$T_{\text{SiO}_2} = c(\text{NaOH}) \times 15.02 = \frac{m \times 15.02 \times 1000}{V \times 204.2}$$

式中: $T_{\text{SiO}_2}$ ——每毫升氢氧化钠标准滴定溶液相当于二氧化硅的毫克数, mg/mL;

$m$ ——称取的苯二甲酸氢钾的质量, g;

$V$ ——滴定时消耗氢氧化钠标准滴定溶液的体积, mL;

15.02—— $(1/4\text{SiO}_2)$ 的摩尔质量, g/mol;

204.2——苯二甲酸氢钾的摩尔质量, g/mol。

81. 氢氧化钠标准滴定溶液(0.0600mol/L): 将 24g 氢氧化钠溶于 10L 水中, 充分摇匀, 贮存于带胶塞(装有钠石灰干燥管)的硬质玻璃瓶或塑料瓶中。

标定方法: 准确称取约 0.3g 苯二甲酸氢钾, 精确至 0.0001g, 按 0.2500mol/L 氢氧化钠标准滴定溶液(见 79)的标定方法标定其浓度, 并进而按下式计算其对三氧化硫的滴定度:

$$T_{\text{SO}_3} = c(\text{NaOH}) \times 40.03 = \frac{m \times 40.03 \times 1000}{V \times 204.2}$$

式中:  $T_{\text{SO}_3}$ ——每毫升氢氧化钠标准滴定溶液相当于三氧化硫的毫克数, mg/mL;

$m$ ——称取的苯二甲酸氢钾的质量, g;

$V$ ——标定时消耗的氢氧化钠标准滴定溶液的体积, mL;

40.03—— $(1/2\text{SO}_3)$ 的摩尔质量, g/mol;

204.2——苯二甲酸氢钾的摩尔质量, g/mol。

82. 氢氧化钠标准滴定溶液(0.0400mol/L): 将 1.6g 氢氧化钠溶于 1L 水中, 充分摇匀, 贮存于带胶塞(装有钠石灰干燥管)的硬质玻璃瓶或塑料瓶中。

标定方法: 称取 0.2g 苯二甲酸氢钾, 精确至 0.0001g, 置于 300mL 烧杯中, 按 0.2500mol/L 氢氧化钠标准滴定溶液(见 79)的标定方法标定其浓度, 并进而按下式计算其对氟的滴定度  $T_F$ :

$$T_F = \frac{m \times 19.00 \times 1000}{V \times 204.2}$$

式中:204.2——苯二甲酸氢钾的摩尔质量,g/mol;

$T_F$ ——每毫升氢氧化钠标准滴定溶液相当于氟的毫克数,mg/mL;

$m$ ——称取的苯二甲酸氢钾的质量,g;

$V$ ——标定时消耗氢氧化钠标准滴定溶液的体积,mL;

19.00——氟(F)的摩尔质量,g/mol。

83. 氢氧化钠标准滴定溶液(0.0250mol/L):将 10g 氢氧化钠溶于 10L 水中,充分摇匀,贮存于带胶塞(装有钠石灰干燥管)的硬质玻璃瓶或塑料瓶中。

标定方法:同(82)氢氧化钠标准滴定溶液(0.0400mol/L)。

84. 盐酸标准滴定溶液(0.5000mol/L):将 420mL 盐酸注入 9660mL 水中,充分摇匀。

标定方法:

1)用已知浓度的氢氧化钠标准滴定溶液标定

准确吸取 10.00mL 配制好的盐酸初始溶液,注入 400mL 烧杯中,加入约 150mL 煮沸过的蒸馏水和 2~3 滴 10g/L 酚酞指示剂溶液,用已知浓度的氢氧化钠标准滴定溶液滴定至微红色出现。

盐酸标准滴定溶液的浓度按下式计算:

$$c = \frac{c_1 V_1}{10.00}$$

式中:10.00——吸取盐酸标准滴定溶液的体积,mL;

$c$ ——盐酸标准滴定溶液的浓度,mol/L;

•  $c_1$ ——已知氢氧化钠标准滴定溶液的浓度,mol/L;

$V_1$ ——滴定时消耗氢氧化钠标准滴定溶液的体积,mL。

2)用无水碳酸钠标定

准确称取约 0.4g 已在 130℃ 下烘干 2~3h 的碳酸钠,精确至 0.0001g,置于 300mL 烧杯中,加 100mL 水使其完全溶

解。然后加入 2~3 滴 1g/L 甲基橙指示剂溶液,用配制好的盐酸初始溶液滴定至溶液由黄色转变为橙红色。将溶液加热至沸,并保持微沸 3min,然后将烧杯放在冷水中冷却至室温。如此时橙红色变成黄色,再用盐酸初始溶液滴定至出现稳定的橙红色为止。

盐酸标准滴定溶液的浓度按下式计算:

$$c = \frac{m \times 1000}{V \times 53.00}$$

式中: 53.00——(1/2Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>)的摩尔质量, g/mol;

$c$ ——盐酸标准滴定溶液的浓度, mol/L;

$m$ ——称取碳酸钠的质量, g;

$V$ ——滴定时消耗盐酸标准滴定溶液的体积, mL。

在水泥厂化验室中如欲把其浓度准确调整为 0.5000 mol/L,则按照 0.2500mol/L 氢氧化钠标准滴定溶液浓度调整方法,用水或已知浓度为 2~3mol/L 的盐酸溶液进行调整。

85. EDTA 标准滴定溶液(0.015mol/L):称取 5.6g 乙二胺四乙酸二钠二水合物置于烧杯中,加约 200mL 水,加热溶解,过滤,用水稀释至 1L。

标定方法:吸取 25.00mL 碳酸钙基准溶液(见 74),放入 400mL 烧杯中,用水稀释至约 200mL。加入适量的钙黄绿素-甲基百里香酚蓝-酚酞(1+1+0.2)混合指示剂(或甲基百里香酚蓝指示剂),在搅拌下滴加 200g/L 氢氧化钾溶液至出现绿色荧光后再过量 5~6mL(如用甲基百里香酚蓝指示剂,在滴加 200 g/L 氢氧化钾溶液至呈蓝色后再过量 0.5~1mL),以 0.015 mol/L EDTA 标准滴定溶液滴定至绿色荧光消失并转变为粉红色(如用甲基百里香酚蓝为指示剂,则滴定至蓝色消失)为止。

EDTA 标准滴定溶液的浓度按下式计算:

$$c(\text{EDTA}) = \frac{(m \times 25/250) \times 1000}{V(\text{EDTA}) \times M(\text{CaCO}_3)}$$