

现行
建筑
材料
规范
大全



1

中国建筑工程工业出版社

现行建筑材料规范大全

1

中国建筑工业出版社

(京)新登字 035 号

现行建筑材料规范大全

(共十六卷)

本社编

中国建筑工业出版社出版、发行(北京西郊百万庄)

新华书店经销

中国建筑工业出版社印刷厂印刷(北京阜外南礼士路)

开本: 787×1092毫米 1/32 印张: 172⁵/₈ 插页: 2 字数: 3660千字

1993年5月第一版 1993年5月第一次印刷

印数: 1—15,100册 定价: 125.00元

ISBN7-112-01884-6/TU·1428

(6909)

中华人民共和国国家标准

水泥化学分析方法

Method for chemical analysis of cement

GB 176—87

国家建筑材料工业局批准

国家标准局发布

1987-07-15批准 1988-02-01实施

本标准适用于硅酸盐水泥、普通硅酸盐水泥、矿渣硅酸盐水泥、火山灰硅酸盐水泥、粉煤灰硅酸盐水泥以及制备上述水泥的熟料和适合采用本标准方法的其他水泥的化学成分分析。

1 总则

1.1 本标准凡并列有A、B测定方法的，均可根据实际情况任选。在有争议时，以A法为准。

1.2 送检的试样，应是具有代表性的均匀样品，并全部通过孔径为0.08mm的筛，数量不得少于50g。试样应装入带有磨口塞的瓶中，瓶口须密封。

1.3 所用分析天平不应低于四级，天平与砝码应定期进行检定。

1.4 称取试样时应准确至0.0002g。试剂的用量与分析步骤应严格按照本标准方法的规定进行。

1.5 化学分析用的水应是蒸馏水或去离子水；所用试剂应为分析纯或优级纯试剂；用于标定的试剂，除另有说明外，应为基准试剂。对于蒸馏水或去离子水以及所用试剂如有怀疑时应进行检验。

所用酸或氨水，凡未注浓度者均为浓酸或浓氨水。

1.6 所用滴定管、容量瓶、移液管应进行校正。

1.7 在进行化学分析时，除另有说明外，必须同时做烧失量的测定；其他各项测定应同时进行空白试验，并对所测结果加以校正。

1.8 各项分析结果（%）的数值，经修约后应保留至小数点后第二位。

2 试剂配制

2.1 普通试剂的配制

2.1.1 氢氧化钠无水乙醇溶液(约0.01N): 将0.2g氢氧化钠溶于500mL无水乙醇中。

2.1.2 氟化钾($\text{KF} \cdot 2\text{H}_2\text{O}$)溶液[15%(W/V)]: 称取15g氟化钾($\text{KF} \cdot 2\text{H}_2\text{O}$), 放在塑料杯中, 加入50mL水溶解后, 再加20mL硝酸, 用水稀释至100mL。加固体氯化钾至饱和, 搅拌并放置过夜。倾出上部清液, 贮存于塑料瓶中备用。

2.1.3 氟化钾($\text{KF} \cdot 2\text{H}_2\text{O}$)溶液[2%(W/V)]: 将2g氟化钾($\text{KF} \cdot 2\text{H}_2\text{O}$)溶于100mL水中, 贮存在塑料瓶中。

2.1.4 氯化钾-乙醇溶液[5%(W/V)]: 将5g氯化钾溶于50mL水中, 加入50mL95%乙醇, 混匀。

2.1.5 硝酸银溶液[1%(W/V)]: 将1g硝酸银溶于90mL水中, 加入10L硝酸, 贮存在棕色瓶中。

2.1.6 锶溶液[5%(W/V)]: 称取152.2g氯化锶($\text{SrCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$)置于烧杯中, 加适量水溶解, 再用水稀释至1L, 摇匀。

2.1.7 铯溶液[5%(W/V)]: 称取63.4g氯化铯(光谱纯)置于烧杯中, 加适量水溶解, 然后稀释至1L。

2.1.8 CMP混合指示剂: 准确称取1g钙黄绿素, 1g甲基百里香酚蓝, 0.2g酚酞, 与50g已在105~110°C烘干过的硝酸钾混合研细, 保存在磨口瓶中备用。

2.1.9 酸性铬蓝K-萘酚绿B(1:2.5)混合指示剂: 称取1g酸性铬蓝K[$\text{C}_{16}\text{H}_7(\text{OH})_3(\text{NaSO}_3)_2\text{N}$]与2.5g萘酚绿B和50g已在105~110°C烘干过的硝酸钾混合研细, 贮存于

磨口瓶中。

2.1.10 EDTA-Cu溶液:按0.015M EDTA标准溶液与0.015M硫酸铜标准溶液的体积比,准确配制成等摩尔浓度的混合溶液。

2.1.11 二安替比林甲烷溶液[3%(W/V)]盐酸溶液:将15g二安替比林甲烷溶于500mL 1N盐酸中,过滤后使用。

2.1.12 淀粉溶液[1%(W/V)]:将1g可溶性淀粉置于小烧杯中,加水调成糊状后,加入沸水冲至100mL,再煮沸约1min,冷却后使用。

2.1.13 溴酚蓝指示剂[0.2%(W/V)]乙醇溶液:将0.2g溴酚蓝溶于100mL 20%乙醇中。

2.1.14 甘油无水乙醇溶液:将220mL甘油放入500mL烧杯中,在有石棉网的电炉上加热,于不断搅拌下分次加入30g硝酸锶,直至溶解。然后在160~170°C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°C后将其倒入1L无水乙醇中。加0.05g酚酞指示剂,以约0.01N氢氧化钠无水乙醇溶液中和至微红色。

2.1.15 碳酸钠-硼砂混合熔剂:将2份重量的无水碳酸钠与1份重量的无水硼砂混匀研细,贮存于磨口瓶中。

2.1.16 氯化亚锡-磷酸溶液[5%(W/V)]:将1000mL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850~900mL时,关闭电炉。待溶液温度降至100°C以下时,加入50g氯化亚锡($\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$),继续加热至溶液透明,并无大气泡冒出时为止(此溶液的使用期一般以不超过2周为宜)。

2.1.17 氯化亚锡-盐酸溶液[5%(W/V)]:称取5g氯化亚锡($\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$),放在烧杯中,加入100mL盐酸(1+

1), 在通风橱中于电炉上慢慢加热至溶解, 冷却后使用(此溶液的使用期一般以不超过2周为宜)。

2.1.18 锌-氨溶液: 将100g硫酸锌($\text{ZnSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$)溶于300mL水及700mL氨水中, 静置一昼夜后使用(必要时过滤)。

2.1.19 动物胶溶液: [1%(W/V)]; 将1g动物胶溶于100mL 70~80°C的热水中(新配制)。

2.1.20 乙酸-乙酸钠缓冲溶液(pH3): 将3.2g无水乙酸钠溶于水, 加120mL冰乙酸, 然后加水稀释至1L, 摇匀。

2.1.21 乙酸-乙酸钠缓冲溶液(pH4.3): 将42.3g无水乙酸钠溶于水, 加80mL冰乙酸, 然后加水稀释至1L, 摇匀。

2.1.22 总离子强度络合缓冲液(pH6.0): 将294.1g柠檬酸钠溶于水, 用盐酸(1+1)和15%氢氧化钠溶液调整溶液的pH至6.0, 然后加水稀释至1L。

2.1.23 氨水-氯化铵缓冲溶液(pH10): 将67.5g氯化铵溶于水, 加570mL氨水, 然后用水稀释至1L。

2.1.24 H型732苯乙烯强酸性阳离子交换树脂(1×12): 将250g钠型732苯乙烯强酸性阳离子交换树脂(1×12)用250mL 95%乙醇浸泡过夜, 然后倾出乙醇, 再用水浸泡6~8h; 将树脂装入离子交换柱(直径约5cm, 长约70cm)中, 用1500mL 3N盐酸溶液以每分钟5mL的流速进行淋洗。然后再用蒸馏水逆洗交换柱中的树脂, 直至流出液中的氯根反应消失为止(用1%硝酸银溶液检查)。将树脂倒出, 用布氏漏斗以抽气泵或抽气管抽滤, 然后贮存于广口瓶中备用(树脂久放后, 使用时应用水倾洗数次)。

用过的树脂应浸泡在稀酸中, 当积至一定数量后, 倾出

其中夹带的不溶残渣，然后再按上述方法进行再生。

2.2 标准溶液的配制与标定

2.2.1 0.15N氢氧化钠标准溶液：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内。

标定方法：准确称取约0.8g苯二甲酸氢钾置于400mL烧杯中，加入约150mL新煮沸过的冷水（该冷水用氢氧化钠溶液中和至酚酞呈微红色），使其溶解。然后加入6~7滴酚酞指示剂{1%(W/V)}乙醇溶液}，以氢氧化钠标准溶液滴定至微红色。

氢氧化钠标准溶液对二氧化硅的滴定度按下式计算：

$$T_{\text{SiO}_2} = \frac{G \times 15.02 \times 1000}{V \times 204.2}$$

式中 T_{SiO_2} —— 每mL氢氧化钠标准溶液相当于二氧化硅的mg数；

G —— 苯二甲酸氢钾的重量，g；

V —— 滴定时消耗氢氧化钠标准溶液的体积，mL；

204.2 —— 苯二甲酸氢钾的me；

15.02 —— 二氧化硅的me。

2.2.2 0.06N氢氧化钠标准溶液：将24g氢氧化钠溶于10L水中，充分摇匀后贮存于带胶塞（装有钠石灰干燥管）的硬质玻璃瓶内。

标定方法：准确称取约0.3g苯二甲酸氢钾，置于400mL烧杯中，加入约200mL已用氢氧化钠溶液中和至酚酞呈微红色的煮沸过的冷水，搅拌使其溶解。然后加入6~7滴酚酞指示剂{1%(W/V)}乙醇溶液}，用氢氧化钠溶液滴定至微

红色。

氢氧化钠标准溶液对三氧化硫的滴定度按下式计算：

$$T_{\text{SO}_3} = \frac{a \times 1000 \times 40.03}{V \times 204.2}$$

式中 T_{SO_3} ——每 mL 氢氧化钠标准溶液相当于三氧化硫的 mg 数；

a ——苯二甲酸氢钾的重量，g；

40.03——三氧化硫的 me；

204.2——苯二甲酸氢钾的 me。

2.2.3 碳酸钙标准溶液：准确称取约 0.6 g 已在 105~110°C 烘过 2h 的碳酸钙（高纯试剂），置于 400 mL 烧杯中，加入约 100 mL 水。盖上表面皿，沿杯口滴加盐酸（1+1）至碳酸钙全部溶解后，加热煮沸数分钟。将溶液冷至室温，移入 250 mL 容量瓶中，用水稀释至标线，摇匀。

2.2.4 0.015M EDTA 标准溶液：称取 5.6 g 乙二胺四乙酸二钠置于烧杯中，加约 200 mL 水，加热溶解，过滤，用水稀释至 1 L。

标定方法：吸取 25 mL 碳酸钙标准溶液放入 400 mL 烧杯中，用水稀释至约 200 mL，加入适量的 CMP 混合指示剂，在搅拌下滴加氢氧化钾溶液 [20% (W/V)] 至出现绿色荧光后再过量 1~2 mL，以 0.015M EDTA 标准溶液滴定至绿色荧光消失并呈现红色。

EDTA 标准溶液对三氧化二铁、三氧化二铝、氧化钙、氧化镁的滴定度按下式计算：

$$T_{\text{Fe}_2\text{O}_3} = \frac{C \cdot V_1}{V_2} \times \frac{M_{\text{Fe}_2\text{O}_3}}{2M_{\text{CaCO}_3}} = \frac{C \cdot V_1}{V_2} \times 0.7977$$

$$T_{\text{Al}_2\text{O}_3} = \frac{C \cdot V_1}{V_2} \times \frac{M_{\text{Al}_2\text{O}_3}}{2M_{\text{CaCO}_3}} = \frac{C \cdot V_1}{V_2} \times 0.5094$$

$$T_{\text{CaO}} = \frac{C \cdot V_1}{V_2} \times \frac{M_{\text{CaO}}}{M_{\text{CaCO}_3}} = \frac{C \cdot V_1}{V_2} \times 0.5603$$

$$T_{\text{MgO}} = \frac{C \cdot V_1}{V_2} \times \frac{M_{\text{MgO}}}{M_{\text{CaCO}_3}} = \frac{C \cdot V_1}{V_2} \times 0.4028$$

式中 $T_{\text{Fe}_2\text{O}_3}$ ——每mLEDTA标准溶液相当于三氧化二铁的mg数；

$T_{\text{Al}_2\text{O}_3}$ ——每mLEDTA标准溶液相当于三氧化二铝的mg数；

T_{CaO} ——每mLEDTA标准溶液相当于氧化钙的mg数；

T_{MgO} ——每mLEDTA标准溶液相当于氧化镁的mg数；

C ——每mL碳酸钙标准溶液含有碳酸钙的mg数；

V_1 ——吸取碳酸钙标准溶液的体积，mL；

V_2 ——标定时消耗EDTA标准溶液的体积，mL；

$M_{\text{Fe}_2\text{O}_3}$ ——三氧化二铁的分子量；

$M_{\text{Al}_2\text{O}_3}$ ——三氧化二铝的分子量；

M_{CaO} ——氧化钙的分子量；

M_{MgO} ——氧化镁的分子量；

M_{CaCO_3} ——碳酸钙的分子量。

2.2.5 0.015M硫酸铜标准溶液：将3.7g硫酸铜($\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$)溶于水中，加4~5滴硫酸(1+1)，用水稀释至1L，摇匀。

EDTA标准溶液与硫酸铜标准溶液体积比的标定：从滴定管缓慢放出10~15mL 0.015M EDTA标准溶液于100 mL烧杯中，用水稀释至约200mL，加15mL乙酸-乙酸钠缓冲溶液（pH4.3），然后加热至沸，取下稍冷，加5~6滴PAN指示剂[0.2%（W/V）乙醇溶液]，以硫酸铜标准溶液滴定至亮紫色。

EDTA标准溶液与硫酸铜标准溶液的体积比（K）按下式计算：

$$K = \frac{V_1}{V_2}$$

式中 K——每mL硫酸铜标准溶液相当于EDTA标准溶液的mL数；

V_1 ——EDTA标准溶液的体积，mL；

V_2 ——滴定时消耗硫酸铜标准溶液的体积，mL。

2.2.6 三氧化二铁标准溶液：准确称取0.1000g三氧化二铁（高纯试剂，已于950°C灼烧1h），置于300mL烧杯中，加入50mL水，30mL盐酸（1+1），2mL硝酸。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。此标准溶液为每mL含有100μg三氧化二铁。

2.2.7 二氧化钛标准溶液（A）：称取0.100g经高温灼烧过的二氧化钛置于铂（或瓷）坩埚中，加入2g焦硫酸钾，在500~600°C下熔融至透明。熔块用硫酸（1+9）浸出，并加热至50~60°C使熔融物完全溶解。将溶液冷却后，移入1000mL容量瓶中，再以硫酸（1+9）稀释至标线，摇匀。此标准溶液（A）每mL含有0.1mg二氧化钛。

2.2.8 二氧化钛标准溶液（B）：吸取100mL按2.2.7配

制的二氧化钛标准溶液(A), 注入500mL容量瓶中, 用硫酸(1+9)稀释至标线, 摇匀。此标准溶液(B)每mL含有0.02mg二氧化钛。

2.2.9 氧化锰标准溶液A: 称取0.119g硫酸锰($\text{MnSO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$)置于300mL烧杯中, 用水溶解后, 加约1mL硫酸(1+1), 然后移入1000mL容量瓶中, 加水稀释至标线, 摇匀。此溶液为每mL相当于0.05mg氧化锰。

2.2.10 氧化锰标准溶液B: 准确称取0.5376g四氧化三锰(光谱纯), 置于400mL烧杯中, 加入100mL水, 12mL盐酸(1+1)和6滴过氧化氢, 加热溶解后, 移入1000mL容量瓶中, 冷却, 用水稀释至标线, 摇匀。此标准溶液为每mL相当于500 μg 氧化锰。

2.2.11 氧化锰标准溶液C: 准确吸取100mL按2.2.10配制的氧化锰标准溶液, 注入1000mL容量瓶中, 用水稀释至标线, 摇匀。此标准溶液为每mL相当于50 μg 氧化锰。

2.2.12 氧化镁标准溶液A: 准确称取1.000g氧化镁(已于600°C灼烧1.5h), 置于250mL烧杯中, 加入50mL水, 再缓缓加入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。此标准溶液为每mL含有1000 μg 氧化镁。

2.2.13 氧化镁标准溶液B: 准确吸取25mL按2.2.12配制的氧化镁标准溶液, 注入500mL容量瓶中, 用水稀释至标线, 摇匀。此标准溶液为每mL含有50 μg 氧化镁。

2.2.14 氟标准溶液: 准确称取0.2763g预先在500°C左右灼烧10min(或在120°C烘干2h)的氟化钠(优级纯), 加水溶解后, 移入500mL容量瓶中, 用水稀释至标线, 摇匀。然后将溶液移至塑料瓶内, 保存备用。此溶液为每mL

相当于0.25mg氟。

吸取一定体积的上述溶液，加水稀释成每mL相当于0.005, 0.010, 0.020, 0.030mg氟的标准溶液，并分别保存于塑料瓶中。

2.2.15 氧化钾、氧化钠标准溶液：称取已在130~150°C烘过2h的氯化钾0.792g及氯化钠0.943g，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。此标准溶液每mL相当于氧化钾及氧化钠各0.5mg。

2.2.16 氧化钾标准溶液：准确称取已于130~150°C烘过2h的氯化钾0.792g，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，贮存于塑料器皿中。此标准溶液为每mL相当于500μg氧化钾。

2.2.17 氧化钾标准溶液：准确吸取100mL按2.2.16配制的氧化钾标准溶液，注入1000mL容量瓶中，用水稀释至标线，摇匀，贮存于塑料器皿中。此标准溶液为每mL相当于50μg氧化钾。

2.2.18 氧化钠标准溶液：准确称取0.943g氯化钠（已于130~150°C烘过2h），置于烧杯中，加入适量水溶解后，移入1000mL容量瓶内，用水稀释至标线，摇匀，贮存于塑料器皿中。此标准溶液为每mL相当于500μg氧化钠。

2.2.19 氧化钠标准溶液：准确吸取100mL按2.2.18配制的氧化钠标准溶液，注入1000mL容量瓶中，用水稀释至标线，摇匀，贮存于塑料器皿中。此标准溶液为每mL相当于50μg氧化钠。

2.2.20 0.0300N重铬酸钾标准溶液：称取1.4710g已预先于150~180°C烘干2h的重铬酸钾（基准试剂），放入烧杯中以100~150mL水溶解后，移入1000mL容量瓶中，加水

稀释至标线，摇匀。

2.2.21 0.03N碘酸钾标准溶液：将5.4g碘酸钾溶于200mL新煮沸过的冷水中，加入5g氢氧化钠及150g碘化钾，溶解后移入棕色玻璃下口瓶中，再以同样的水稀释至5L，摇匀。

2.2.22 0.03N硫代硫酸钠标准溶液：将37.5g硫代硫酸钠($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$)溶于200mL新煮沸过的冷水中，加入约0.25g无水碳酸钠，搅拌溶解后移入棕色玻璃下口瓶中，再以同样的水稀释至5L，摇匀，静置14d后使用。

标定方法：

a. 应用0.0300N重铬酸钾标准溶液对硫代硫酸钠溶液当量浓度的标定

用移液管吸取15.00mL 0.0300N重铬酸钾标准溶液，注入带有磨口塞的200mL锥形瓶中，加入3g碘化钾及50mL水，溶解后加入10mL硫酸(1+2)，盖上磨口塞，于暗处放置15~20min。用少量水冲洗瓶壁及瓶塞，以0.03N硫代硫酸钠溶液滴定，至淡黄色时加入约2mL淀粉溶液[1%(W/V)]再继续滴定至蓝色消失。滴定消耗的硫代硫酸钠溶液的mL数记为 V_1 。

硫代硫酸钠标准溶液的当量浓度按下式计算：

$$N = \frac{0.0300 \times 15.00}{V_1}$$

式中 N ——硫代硫酸钠标准溶液的当量浓度；

V_1 ——滴定时消耗硫代硫酸钠的溶液的体积，mL。

b. 碘酸钾标准溶液与硫代硫酸钠标准溶液体积比(K)的标定

由滴定管准确放出15.00mL碘酸钾标准溶液于200mL

锥形瓶中，加25mL水及10mL硫酸(1+2)，在摇动下用0.03 N硫代硫酸钠标准溶液滴定，至淡黄色时加约2mL淀粉溶液[1%(H/P)]，再继续滴定至蓝色消失。滴定消耗的硫代硫酸钠标准溶液的mL数记为 V_1 。

碘酸钾标准溶液与硫代硫酸钠标准溶液的体积比(K)按下式计算：

$$K = \frac{15.00}{V_2}$$

式中 K ——每mL硫代硫酸钠标准溶液相当于碘酸钾标准溶液的mL数；

V_2 ——滴定时消耗硫代硫酸钠标准溶液的体积，mL。

c. 碘酸钾标准溶液对三氧化硫及对硫的滴定度按下式计算：

$$T_{\text{SO}_3} = \frac{N \cdot V_2 \times 40.03}{15.00}$$

$$T_S = \frac{N \cdot V_2 \times 16.03}{15.00}$$

式中 T_{SO_3} ——每mL碘酸钾标准溶液相当于三氧化硫的mg数；

T_S ——每mL碘酸钾标准溶液相当于硫的mg数；

N ——硫代硫酸钠标准溶液的当量浓度；

V_2 ——标定体积比(K)时消耗硫代硫酸钠溶液的体积，mL；

40.03——三氧化硫的mc；

16.03——硫的mc。

2.2.23 0.1N苯甲酸无水乙醇标准溶液：将苯甲酸

(C_6H_5COOH) 置于硅胶干燥器中干燥24h后, 称取12.3g溶于1L无水乙醇中, 贮存在带胶塞(装有硅胶干燥管)的玻璃瓶内。

标定方法: 准确称取0.04~0.05g氧化钙(将高纯试剂碳酸钙在950~1000°C下灼烧至恒重), 置于150mL干燥的锥形瓶中, 加入15mL甘油无水乙醇溶液, 装上回流冷凝器, 在有石棉网的电炉上加热煮沸, 至溶液呈红色后取下锥形瓶, 立即以0.1N苯甲酸无水乙醇标准溶液滴定至红色消失。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10min后不出现红色为止。

苯甲酸无水乙醇标准溶液对氧化钙的滴定度按下式计算:

$$T_{CaO} = \frac{G \times 1000}{V}$$

式中 T_{CaO} ——每mL苯甲酸无水乙醇标准溶液相当于氧化钙的mg数;

G ——氧化钙的重量, g;

V ——滴定时消耗0.1N苯甲酸无水乙醇标准溶液的总体积, mL。

3 分析方法

3.1 二氧化硅的测定

3.1.1 氯化铵重量法(A法)

3.1.1.1 方法提要

试样用盐酸分解(酸不溶性试样预先以少量无水碳酸钠在高温下烧结), 以固体氯化铵于沸水浴上加热蒸发使硅酸凝聚。滤出沉淀, 经高温灼烧恒重后以氢氟酸处理, 再于高