

现行
建筑
材料
规范
大全



1

中国建筑工业出版社

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

高铝水泥化学分析方法

GB 205—81

国家标准总局发布
1981年10月1日实施

一、总 则

1. 本标准适用于高铝水泥、高铝水泥-65、铝酸盐自应力水泥、硫铝酸盐水泥和适合采用本方法的其他铝酸盐类水泥以及制备上述水泥的熟料。

2. 本标准中并列的测定方法，可根据实际情况选用。

3. 化学分析用的水应为蒸馏水或去离子水；所用化学试剂应为分析纯或优级纯试剂；用于标定的化学试剂，应为基准试剂或高纯试剂。

对于蒸馏水或去离子水以及化学试剂如有怀疑时应进行检验。

所用之酸或氢氧化铵，凡未注明浓度者均为浓酸或浓氢氧化铵。

为简便起见，凡以百分浓度表示的试剂，均按100mL溶剂中所加溶质的克数配制。

4. 所用分析天平不应低于四级，天平与砝码应定期进行检定。

所用滴定管、容量瓶、移液管应进行校正。

5. 在进行化学分析时，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。

二、试 样

6. 试样必须具有代表性和均匀性。试样重量不得少于100g；细度按0.08mm方孔筛的筛余不得超过15%。用四分法缩减至约25g后，放在玛瑙乳钵中研磨至全部通过孔径为0.08mm方孔筛，装入小试样瓶中，放在干燥器内，供测定用。其余作为原样贮存在试样瓶中，密封保存。

三、测定方法

7. 试样溶液的制备

(1) 试剂

碳酸钾-硼砂 (1:1) 混合熔剂: 将 1 份重量的无水碳酸钾与 1 份重量的无水硼砂混匀研细, 贮存于磨口瓶中。

硝酸 (1:6): 将 1 体积硝酸与 6 体积水混合。

(2) 制备方法

称取 0.5g 试样准确至 0.0001g, 置于铂坩埚中, 加 3g 碳酸钾-硼砂 (1:1) 混合溶剂, 混匀, 再以 1g 溶剂擦洗玻璃棒, 并铺于试样表面。盖上坩埚盖, 从低温开始逐渐升高温度, 至气泡停止发生后, 在 950~1000°C 下继续熔融 3~5 min。然后用坩埚钳夹持坩埚旋转, 使熔融物均匀地附着于坩埚内壁。冷却至室温后, 将坩埚及盖一并放入已加热至微沸的盛有 100mL 硝酸 (1:6) 的 300mL 烧杯中, 并继续保持微沸状态, 直至熔融物完全溶解。用水洗净坩埚及盖, 然后将溶液冷却至室温, 移入 250mL 容量瓶中, 加水稀释至标线, 摇匀。

8. 二氧化硅的测定

硅钼蓝比色法

(1) 试剂与仪器

无水碳酸钠 (经研细后使用)。

盐酸 (1:1): 将 1 体积盐酸与 1 体积水混合。

盐酸 (1:11): 将 1 体积盐酸与 11 体积水混合。

95% 乙醇。

5% 钼酸铵溶液: 将 5g 钼酸铵溶于 100mL 温水中, 过滤

后贮存于塑料瓶内。

0.5%抗坏血酸溶液：将0.5g抗坏血酸溶于100mL水中，过滤后使用（用时配制）。

二氧化硅标准溶液：准确称取0.1000g 二氧化硅（光谱纯，已于1000~1100°C下灼烧30min），置于铂坩埚中，加入1~2g无水碳酸钠，搅拌均匀后，于1000~1100°C下熔融3~5min。冷却，用热水将熔块浸出并盛有约300mL热水的烧杯中，待全部溶解后，冷却至室温，移入1000mL容量瓶中，加水稀释至标线，摇匀，移入塑料瓶中保存。此标准溶液每毫升含有0.10mg二氧化硅。

721型分光光度计或类似性能的仪器。

（2）分析步骤

吸取10mL试样溶液，放入100mL容量瓶中，用水稀释至标线，摇匀后吸取10mL溶液（视二氧化硅含量而定）放入100mL容量瓶中，用水稀释至约40mL。加入5mL盐酸（1:1）、8mL95%乙醇、6mL5%钼酸铵溶液，按下述试验温度，放置不同的时间：

温度（°C）	放置时间（min）
10~20	30
20~30	10~20
30~35	5~20

沸水中振摇30s立即以流水冷却然后加20mL盐酸（1:1）、5mL0.5%抗坏血酸溶液，用水稀释至标线，摇匀。放置1h后，用721型分光光度计或类似性能的仪器，以水作参比，使用10mm比色皿，在波长660nm处测定溶液的吸光度。由测得的吸光度，从工作曲线查得二氧化硅的毫克数。

二氧化硅的百分含量（ X_1 ）按下式计算：

$$X_1 = \frac{C \times 250}{G \times 1000} \times 100 \quad (1)$$

式中 C ——在工作曲线上查得每 100mL 被测定溶液中二氧化硅的含量, mg;

G ——试样重量, g;

250 ——全部试样溶液与所分取试样溶液的体积比。

(3) 二氧化硅比色工作曲线的绘制: 准确移取 0、1.00、2.00、3.00、4.00mL 二氧化硅标准溶液分别放入 100mL 容量瓶中, 用水稀释至约 40mL。以下操作按上述分析步骤进行。然后由测得的吸光度与比色溶液浓度的关系绘制工作曲线。

氟硅酸钾容量法

(1) 试剂

无水碳酸钾(经研细后使用)。

氯化钾(经研细后使用)。

硝酸。

15%氟化钾溶液: 将 15g 氟化钾($KF \cdot 2H_2O$)溶于 100mL 水中, 贮存在塑料瓶内。

5%氯化钾溶液: 将 5g 氯化钾溶于 100mL 水中。

5%氯化钾-乙醇溶液: 将 5g 氯化钾溶于 50mL 水中, 加入 50mL 95%乙醇, 混匀。

1%酚酞指示剂溶液: 将 1g 酚酞溶于 100mL 乙醇中。

0.13N 氢氧化钠标准溶液: 将 52g 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桶内。

标定方法: 称取 0.6g 准确至 0.0001g 苯二钾酸氢钾(基

准试剂)，置于400mL烧杯中，加入150mL新煮沸过的冷水（已用氢氧化钠溶液中和至酚酞呈微红色），使其溶解。然后加入5~6滴1%酚酞指示剂溶液，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：

$$T_{\text{SiO}_2} = \frac{G \times 0.01502 \times 1000}{V \times 0.2042} \quad (2)$$

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；

0.01502——每mg当量二氧化硅的克数；

0.2042——每mg当量苯二甲酸氢钾的克数。

(2) 分析步骤

称取0.2g试样准确至0.0001g置于铂坩埚中，加入2g无水碳酸钾，用玻璃棒混匀。盖上坩埚盖，于1000~1100°C下熔融5~10min。放冷后，用热水将熔融物浸出于塑料杯中，并洗净坩埚及盖（控制溶液体积不大于50mL）。盖上表面皿，从杯口加入15mL硝酸，冷却至室温。加入10mL15%氯化钾溶液，于塑料棒搅拌下，加氯化钾至饱和。放置10~20min，以中速滤纸过滤，塑料杯与沉淀用5%氯化钾溶液洗涤2~3次。将沉淀连同滤纸一起置于原塑料杯中，沿杯壁加入10mL5%氯化钾-乙醇溶液及10滴1%酚酞指示剂溶液，用0.13N氢氧化钠标准溶液中和未洗净的酸，仔细搅动滤纸并随之擦洗杯壁，直至溶液呈红色。然后加入200mL沸水（已用氢氧化钠溶液中和至酚酞呈微红色），以0.13N氢氧化钠

标准溶液滴定至微红色。

二氧化硅的百分含量 (X_1) 按下式计算:

$$X_1 = \frac{T_{\text{SiO}_2} \cdot V}{G \times 1000} \times 100 \quad (3)$$

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;

V ——滴定时消耗氢氧化钠标准溶液的体积, mL;

G ——试样重量, g。

9. 三氧化二铁的测定

邻菲罗啉比色法

(1) 试剂与仪器

1%抗坏血酸溶液: 将1g抗坏血酸溶于100mL水中, 过滤后使用(用时配制)。

1%邻菲罗啉溶液: 将1g邻菲罗啉溶于100mL乙酸(1:1)中(用时配制)。

10%乙酸铵溶液: 将10g乙酸铵溶于100mL水中。

三氧化二铁标准溶液: 准确称取0.1000g三氧化二铁(光谱纯, 已于950°C灼烧1h), 置于300mL烧杯中, 加入30mL水、30mL盐酸(1:1), 低温加热, 待完全溶解后, 冷却至室温, 移入1000mL容量瓶中, 加水稀释至标线, 摇匀。此标准溶液每mL含有0.10mg三氧化二铁。

721型分光光度计或类似性能的仪器。

(2) 分析步骤

吸取5mL试样溶液(视三氧化二铁含量而定), 放入100mL容量瓶中, 用水稀释至约50mL。加入5mL1%抗坏

血酸溶液，放置5min再加5mL1%邻非啰啉溶液、2mL10%乙酸铵溶液。在不低于20°C放置30min后，用水稀释至标线，摇匀。用721型分光光度计或类似性能的仪器，以水作参比，使用10mm比色皿，在波长510nm处测定溶液的吸光度。由测得的吸光度，从工作曲线查得三氧化二铁的mg数。

三氧化二铁的百分含量 (X_2) 按下式计算：

$$X_2 = \frac{C \times 50}{G \times 1000} \times 100 \quad (4)$$

式中 C ——在工作曲线上查得每100mL被测定溶液中三氧化二铁的含量，mg；

G ——试样重量，g；

50——全部试样溶液与所分取试样溶液的体积比。

(3) 三氧化二铁比色工作曲线的绘制：准确移取0、1.00、2.00、3.00、4.00mL三氧化二铁标准溶液分别放入100mL容量瓶中，用水稀释至约50mL。以下操作按上述分析步骤进行。然后由测得的吸光度与比色溶液浓度的关系绘制工作曲线。

铋盐回滴络合滴定法

(1) 试剂

硝酸(1:1)：将硝酸与等体积水混合。

氢氧化铵(1:2)：将1体积氢氧化铵与2体积水混合。

10%磺基水杨酸钠指示剂溶液：将10g磺基水杨酸钠溶于100mL水中。

精密试纸：pH0.5~5.0。

0.5%半二甲酚橙指示剂溶液：将0.25g半二甲酚橙溶

于50mL水中。

钙磺素-甲基百里香酚蓝 酚酞（简写CMP）混合指示剂：准确称取1g钙磺素，1g甲基百里香酚蓝，0.2g 酚酞与50g 已在105℃烘过的硝酸钾混合研细，保存于磨口瓶中。

20%氢氧化钾溶液：将20g氢氧化钾溶于100mL水中，贮存于塑料瓶内。

碳酸钙标准溶液：称取0.6g准确至0.0001g碳酸钙（高纯试剂，已于105~110℃烘过2h），置于100mL烧杯中，加入约100mL水，盖上表面皿，沿杯口滴加盐酸（1:1）至碳酸钙全部溶解后，加热煮沸数分钟。将溶液冷却至室温，移入250mL容量瓶中，用水稀释至标线，摇匀。

0.015M乙二胺四乙酸二钠（简写EDTA）标准溶液：称取5.6gEDTA置于烧杯中，加水约200mL，加热溶解，过滤，用水稀释至1L。

EDTA标准溶液对三氧化二铁、二氧化钛、氧化钙、氧化镁滴定度的标定：吸取25mL碳酸钙标准溶液，放入400mL烧杯中，用水稀释至约200mL。加入适量的CMP混合指示剂，在搅拌下滴加20%氢氧化钾溶液至出现绿色荧光后，再过量1~2mL，以0.015MEDTA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、二氧化钛、氧化钙、氧化镁的滴定度按下式计算：

$$T_{\text{Fe}_2\text{O}_3} = \frac{C \times 25}{V} \times \frac{M_{\text{Fe}_2\text{O}_3}}{2M_{\text{CaCO}_3}} = \frac{C \times 25}{V} \times 0.7977 \quad (5)$$

$$T_{\text{TiO}_2} = \frac{C \times 25}{V} \times \frac{M_{\text{TiO}_2}}{M_{\text{CaCO}_3}} = \frac{C \times 25}{V} \times 0.7983 \quad (6)$$

$$T_{\text{CaO}} = \frac{C \times 25}{V} \times \frac{M_{\text{CaO}}}{M_{\text{CaCO}_3}} = \frac{C \times 25}{V} \times 0.5603 \quad (7)$$

$$T_{\text{MgO}} = \frac{C \times 25}{V} \times \frac{M_{\text{MgO}}}{M_{\text{CaCO}_3}} = \frac{C \times 25}{V} \times 0.4027 \quad (8)$$

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

T_{TiO_2} ——每 mL EDTA 标准溶液相当于 二氧化钛的mg数；

T_{CaO} ——每 mL EDTA 标准溶液相当于 氧化钙的mg数；

T_{MgO} ——每mL EDTA 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；

25——吸取碳酸钙标准溶液的体积，mL；

V ——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_{TiO_2} ——二氧化钛的分子量；

M_{CaCO_3} ——碳酸钙的分子量；

M_{CaO} ——氧化钙的分子量；

M_{MgO} ——氧化镁的分子量。

0.015M 硝酸铋标准溶液：将7.3g 硝酸铋 $[\text{Bi}(\text{NO}_3)_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}]$ 溶于1L 硝酸（1:49）中。

EDTA标准溶液与硝酸铋标准溶液体积比的标定：

从10mL 滴定管放出3~5mL 0.015M EDTA标准溶液于300mL 烧杯中，加水稀释至约150mL。以硝酸（1:1）调

节溶液pH为1~1.5(用精密试纸检验),加入2滴0.5%半二甲酚橙指示剂溶液,用10mL滴定管以硝酸铋标准溶液滴定至红色。

EDTA标准溶液与硝酸铋标准溶液的体积比(K_1)按下式计算:

$$K_1 = \frac{V}{V_1} \quad (9)$$

式中 K_1 ——每mL硝酸铋标准溶液相当于EDTA标准溶液的mL数;

V ——EDTA标准溶液的体积, mL;

V_1 ——滴定时消耗硝酸铋标准溶液的体积, mL。

(2) 分析步骤

吸取25mL试样溶液,放入300mL烧杯中,加水稀释至100mL左右。以硝酸(1:1)与氢氧化铵(1:2)调节溶液pH为1.3~1.5(用精密试纸检验),加入2滴10%氨基水杨酸钠指示剂溶液,在不断搅拌下用10mL滴定管滴加0.015M EDTA标准溶液,至红色消失后再过量1~2mL,搅拌并放置1min。加入2滴0.5%半二甲酚橙指示剂溶液,立即用10mL滴定管以0.015M硝酸铋标准溶液滴定至红色。

三氧化二铁的百分含量(X_2)按下式计算:

$$X_2 = \frac{T_{Fe_2O_3}(V - K_1 \cdot V_1) \times 10}{G \times 1000} \times 100 \quad (10)$$

式中 $T_{Fe_2O_3}$ ——每mL EDTA标准溶液相当于三氧化二铁的mg数;

V ——加入EDTA标准溶液的体积, mL;

V_1 ——滴定时消耗硝酸铋标准溶液的体积, mL;

K_1 ——每mL硝酸铋标准溶液相当于EDTA标准溶液的mL数;

10——全部试样溶液与所分取试样溶液的体积比；

G ——试样重量，g。

10. 二氧化钛的测定

二安替比林甲烷比色法

(1) 试剂与仪器

焦硫酸钾（经研细后使用）。

盐酸（1:1）。

硫酸（1:9）：将1体积硫酸缓慢注入9体积水中。

1%抗坏血酸溶液。

3%二安替比林甲烷溶液：将15g二安替比林甲烷溶于500mL盐酸（1:11）中，过滤后使用。

二氧化钛标准溶液：准确称取0.1000g二氧化钛（光谱纯，已在950~1000°C下灼烧20min），置于铂（或瓷）坩埚中，加2g焦硫酸钾，于500~600°C下熔融至透明。冷却，熔块以硫酸（1:9）浸出，并加热至50~60°C，待熔块完全溶解后，冷却至室温，移入1000mL容量瓶中，再以硫酸（1:9）稀释至标线，摇匀。此标准溶液每毫升含有0.10mg二氧化钛。

721型分光光度计或类似性能的仪器。

(2) 分析步骤

吸取10mL试样溶液（视二氧化钛含量而定），放入100mL容量瓶中，加入5mL盐酸（1:1）、10mL 1%抗坏血酸溶液，放置5min，再加20mL 3%二安替比林甲烷溶液。用水稀释至标线，摇匀。放置40min后，用721型分光光度计或类似性能的仪器，以水作参比，使用10mm比色皿，在

波长440nm处测定溶液的吸光度。由测得的吸光度，从工作曲线查得二氧化钛的毫克数。

二氧化钛的百分含量 (X_3) 按下式计算：

$$X_3 = \frac{C \times 25}{G \times 1000} \times 100 \quad (11)$$

式中 C —— 在工作曲线上查得每 100mL 被测定溶液中二氧化钛的含量，mg；

G —— 试样重量，g；

25 —— 全部试样溶液与所分取试样溶液的体积比。

(3) 二氧化钛比色工作曲线的绘制：准确移取 0、1.00、2.00、3.00、4.00、5.00、6.00mL 二氧化钛标准溶液分别放入 100mL 容量瓶中，加入 5mL 盐酸 (1:1)、10mL 1% 抗坏血酸溶液、20mL 3% 二安替比林甲烷溶液。以下操作按上述分析步骤进行。然后由测得的吸光度与比色溶液浓度的关系绘制工作曲线。

铋盐回滴络合滴定法

(1) 试剂

0.015M EDTA 标准溶液。

0.015M 硝酸铋标准溶液。

30% 过氧化氢。

0.5% 半二甲酚橙指示剂溶液。

(2) 分析步骤

在滴定铁后的溶液中，加入 0.2~0.5 mL 0.015 M EDTA 标准溶液，在 20°C 左右，加入 5 滴 30% 过氧化氢，立即在不断搅拌下用 10mL 滴定管继续滴加 0.015M EDTA 标准溶液，至呈现稳定的黄色后再过量 1~2mL，放置 3min。

加入1~2滴0.5%二甲酚橙指示剂溶液，用10mL滴定管以0.015M硝酸铋标准溶液滴定至橙红色。

二氧化钛的百分含量 (X_3) 按下式计算：

$$X_3 = \frac{T_{\text{TiO}_2}(V - K_1 \cdot V_1) \times 10}{G \times 1000} \times 100 \quad (12)$$

式中 T_{TiO_2} ——每mL EDTA 标准溶液 相当于 二氧化钛的mg数；

V ——加入EDTA标准溶液的总体积，mL；

V_1 ——滴定时消耗硝酸铋标准溶液的体积，mL；

K_1 ——每mL硝酸铋标准溶液相当于EDTA标准溶液的mL数；

G ——试样重量，g；

10——全部试样溶液与所分取试样溶液的体积比。

11. 三氧化二铝的测定

铜铁试剂-三氯甲烷萃取分离络合滴定法

(1) 试剂与仪器

盐酸。

氢氧化铵 (1:1)：将氢氧化铵与同体积水混合。

6%铜铁试剂溶液：将6g铜铁试剂溶于100mL水中，过滤后使用（用时配制）。

三氯甲烷。

乙酸-乙酸钠缓冲溶液 (pH4.3)：将42.3g无水乙酸钠溶于水中，加80mL冰乙酸，然后加水稀释至1L，摇匀（用pH计或精密试纸检验）。

0.2%1-(2-吡啶偶氮)-2-萘酚（简写PAN）指示剂