ICS 91.100.10
CCS Q 11

中华人民共和国国家标准

GB/T 5762—2024
代替 GB/T 5762—2012

建材用石灰石、生石灰和熟石灰化学分析方法

Methods for chemical analysis of limestone, quicklime and hydrated lime for building materials industry

2024-04-25 发布　　2024-11-01 实施

国家市场监督管理总局
国家标准化管理委员会　发布

目　　次

前言 …… Ⅲ
1　范围 …… 1
2　规范性引用文件 …… 1
3　术语和定义 …… 1
4　试验的基本要求 …… 1
5　试剂和材料 …… 2
6　仪器与设备 …… 11
7　试样的制备 …… 13
8　烧失量的测定——灼烧差减法 …… 13
9　二氧化硅的测定——氯化铵称量法(基准法) …… 14
10　三氧化二铁的测定——邻菲罗啉分光光度法(基准法) …… 14
11　三氧化二铝的测定——EDTA 直接滴定铁铝合量(基准法) …… 15
12　氧化钙的测定——EDTA 滴定法(基准法) …… 15
13　氧化镁的测定——原子吸收分光光度法(基准法) …… 15
14　二氧化钛的测定——二安替比林甲烷分光光度法(基准法) …… 16
15　氧化钾和氧化钠的测定——火焰光度法(基准法) …… 16
16　全硫的测定——硫酸钡称量法(基准法) …… 16
17　氯离子的测定——硫氰酸铵容量法(基准法) …… 16
18　一氧化锰的测定——高碘酸钾氧化分光光度法(基准法) …… 17
19　五氧化二磷的测定——磷钼蓝分光光度法(基准法) …… 17
20　二氧化碳的测定——碱石棉吸收称量法 …… 17
21　生石灰 A(CaO+MgO)含量的测定——盐酸滴定法 …… 17
22　有效钙的测定——蔗糖钙-盐酸滴定法 …… 17
23　石灰石碳酸钙滴定值的测定——盐酸返滴定法 …… 18
24　游离二氧化硅的测定 …… 19
25　二氧化硅的测定——氟硅酸钾容量法(代用法) …… 19
26　三氧化二铁的测定——EDTA 直接滴定法(代用法) …… 20
27　三氧化二铁的测定——原子吸收分光光度法(代用法) …… 21
28　三氧化二铝的测定——直接滴定法(代用法) …… 21
29　三氧化二铝的测定——硫酸铜返滴定法(代用法) …… 21
30　氧化钙的测定——氢氧化钠熔样—EDTA 滴定法(代用法) …… 22
31　氧化镁的测定——EDTA 滴定差减法(代用法) …… 23
32　氧化钾和氧化钠的测定——原子吸收分光光度法(代用法) …… 23

33 全硫的测定——库仑滴定法(代用法) …… 23
34 全硫的测定——红外分析法(代用法) …… 24
35 氯离子的测定——离子色谱法(代用法) …… 25
36 氯离子的测定——(自动)电位滴定法(代用法) …… 25
37 一氧化锰的测定——原子吸收分光光度法(代用法) …… 25
38 三氧化二铁、三氧化二铝、氧化镁、二氧化钛、氧化钾、氧化钠、一氧化锰、五氧化二磷的测定
——电感耦合等离子体发射光谱法(代用法) …… 25
39 二氧化硅、三氧化二铁、三氧化二铝、氧化钙、氧化镁、二氧化钛、氧化钾、氧化钠、一氧化锰、
五氧化二磷、氯离子的测定——X 射线荧光分析方法(代用法) …… 25
40 水溶性铬(Ⅵ)的测定 …… 25
41 允许差 …… 25

前　言

本文件按照GB/T 1.1—2020《标准化工作导则　第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

本文件代替GB/T 5762—2012《建材用石灰石、生石灰和熟石灰化学分析方法》，与GB/T 5762—2012相比，除结构调整和编辑性改动外，主要技术变化如下：

a) 更改了游离二氧化硅的测定方法（见第24章，2012年版的第24章）；

b) 删除了氯离子的测定——磷酸蒸馏-汞盐滴定法（代用法）（2012年版的第34章）；

c) 删除了二氧化碳的测定——自动光电滴定法（代用法）（2012年版的第37章）；

d) 增加了全硫的测定——红外分析法（代用法）（见第34章）；

e) 增加了氯离子的测定——离子色谱法（代用法）（见第35章）；

f) 更改氯离子的测定——（自动）电位滴定法（代用法）为“分析方法按GB/T 176进行”（见第36章，2012年版的第35章）；

g) 增加了电感耦合等离子体发射光谱法测定三氧化二铁、三氧化二铝、氧化镁、二氧化钛、氧化钾、氧化钠、一氧化锰、五氧化二磷（代用法）（见第38章）；

h) 增加了X射线荧光分析方法测定二氧化硅、三氧化二铁、三氧化二铝、氧化钙、氧化镁、二氧化钛、氧化钾、氧化钠、一氧化锰、五氧化二磷、氯离子（代用法）（见第39章）；

i) 增加了水溶性铬（Ⅵ）的测定（见第40章）。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由中国建筑材料联合会提出。

本文件由全国水泥标准化技术委员会（SAC/TC 184）归口。

本文件起草单位：中国国检测试控股集团股份有限公司、中国二十二冶集团有限公司、深圳市宝安区住房和建设事务中心、广西永正工程质量检测有限公司、上海市市政公路工程检测有限公司、中铁建设集团南方工程有限公司、聊城信源集团有限公司、曲阳金隅水泥有限公司、冀东水泥铜川有限公司、武汉产品质量监督检验建材站、江苏省建工建材质量检测中心有限公司、保定太行和益环保科技有限公司、包头冀东水泥有限公司、理学电企仪器（北京）有限公司、山东东华科技有限公司、嘉峪关祁连山水泥有限公司、安徽美诺福科技有限公司、宁夏中测计量测试检验院（有限公司）、湖南润攸科技发展有限公司、中材萍乡水泥有限公司、云南省建筑材料产品质量检验研究院。

本文件主要起草人：张格、梁慧超、周楚荣、卢娟娟、叶安利、杜小龙、戴平、元松、王瑞海、李延昌、张怀涛、张庆华、孙涛、王雅兰、孙长坤、和立新、崔健、李庆、胡书燕、陈敬、王琦、高丹丹、李博然、陈家伦、张全、蒋朝晖、廖丽平、潘立、雷震、邓程鸿、黎奉武、朱殊、王晓佳、康胜国、宋世霞、王伟、王小云、付梦琪、毕铁刚、贾国林、张大春、张植娟、刘亚民、吴莎莎、刘毅强、鹿晓泉、于克孝、段兆辉、任静怡。

本文件于1986年首次发布，2000年第一次修订，2012年第二次修订，本次为第三次修订。

建材用石灰石、生石灰和熟石灰 化学分析方法

1 范围

本文件描述了石灰石、生石灰和熟石灰化学分析方法的基准法和代用法。

本文件适用于建材用石灰石、生石灰和熟石灰的化学分析。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；不注日期的引用文件，其最新版本(包括所有的修改单)适用于本文件。

GB/T 176 水泥化学分析方法

GB/T 2007.1 散装矿产品取样、制样通则 手工取样方法

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

GB/T 28629 水泥熟料中游离二氧化硅化学分析方法

GB 31893 水泥中水溶性铬(Ⅵ)的限量及测定方法

JJG 196 常用玻璃量器

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1

有效钙 efficacious calcium

在确定的测定条件下，游离氧化钙、氢氧化钙的合量。

注 1：不包括碳酸钙、硅酸钙及其他钙盐。

注 2：通常生石灰以有效氧化钙表示，熟石灰以有效氢氧化钙表示。

3.2

石灰石碳酸钙滴定值 limestone calcium carbonate titration value

石灰石中碳酸钙、碳酸镁的合量。

注：以碳酸钙的质量分数表示。

4 试验的基本要求

4.1 试验次数

每一项测定的试验次数规定为 2 次，2 次结果的绝对差值在同一实验室允许差(表 1)内，用 2 次试验结果的平均值表示测定结果。

4.2 质量、体积、滴定度和结果的表示

质量的单位为克(g),精确至 0.000 1 g。滴定管体积的单位为毫升(mL),读数精确至 0.01 mL。滴定度的单位为毫克每毫升(mg/mL)。

标准滴定溶液的浓度、滴定度和体积比经修约后保留有效数字四位。

除另有说明外,水溶性铬(Ⅵ)分析结果以毫克每千克(mg/kg)计,结果保留至小数点后一位,氯离子分析结果以质量分数计,结果保留至小数点后三位,其他各项分析结果以质量分数计,结果保留至小数点后两位。

数值的修约按 GB/T 8170 进行。

4.3 空白试验

使用相同量的试剂,不加入试样,按照相同的测定步骤进行试验,对得到的测定结果进行校正。

4.4 灼烧

将滤纸和沉淀放入预先已灼烧并恒量的坩埚中,盖上坩埚盖(留有缝隙),为避免产生火焰,在氧化性气氛中缓慢干燥、灰化至无黑色炭颗粒后,放入高温炉(见 6.8)中,在规定的温度下灼烧。在干燥器(见 6.6)中冷却至室温,称量。

4.5 恒量

经第一次灼烧、冷却、称量后,通过连续对器皿或试料每次至少 15 min 的灼烧,然后冷却、称量的方法检查恒定质量,当连续 2 次称量之差小于 0.000 5 g 时,即达到恒量。

4.6 检查氯离子(硝酸银检验)

按规定洗涤沉淀数次后,用少许水淋洗漏斗的下端,用数毫升水洗涤滤纸和沉淀,将滤液收集在试管中,加几滴硝酸银溶液(见 5.21),观察试管中溶液是否浑浊。如果浑浊,继续洗涤至用硝酸银检验不再浑浊为止。

4.7 检验方法的验证

本文件所列检验方法应依照国家标准样品/标准物质(如 GSB 08—1345 水泥用石灰石成分分析标准样品、GSB 08—3204 生石灰成分分析标准样品)或不同检测方法之间进行对比检验,以验证方法的准确性。

5 试剂和材料

5.1 通则

除另有说明外,所用试剂应不低于分析纯,所用水应符合 GB/T 6682 中规定的三级水的要求。标准中的无二氧化碳的水是指新煮沸并冷却至室温的水。离子色谱法、电感耦合等离子体发射光谱法所用试剂应不低于优级纯,所用水应符合 GB/T 6682 中规定的二级水的要求。

本文件所列市售浓液体试剂的密度指 20 ℃的密度(ρ),单位为克每立方厘米(g/cm^3)。

在化学分析中,所用酸或氨水,凡未注浓度者均指市售的浓酸或浓氨水。

用体积比表示试剂稀释程度,例如:盐酸(1+5)表示 1 份体积的浓盐酸与 5 份体积的水相混合。

5.2 盐酸(HCl)

1.18 g/cm³～1.19 g/cm³，质量分数为36%～38%。

5.3 硝酸(HNO_3)

1.39 g/cm³～1.41 g/cm³，质量分数为65%～68%。

5.4 硫酸(H_2SO_4)

1.84 g/cm³，质量分数为95%～98%。

5.5 冰乙酸(CH_3COOH)

1.05 g/cm³，质量分数为99.8%。

5.6 磷酸(H_3PO_4)

1.68 g/cm³，质量分数为85%。

5.7 氨水($NH_3 \cdot H_2O$)

0.90 g/cm³～0.91 g/cm³，质量分数为25%～28%。

5.8 三乙醇胺[$N(CH_2CH_2OH)_3$]

1.12 g/cm³，质量分数不低于98%。

5.9 乙醇(C_2H_5OH)

体积分数不低于95%或无水乙醇。

5.10 盐酸溶液

5.10.1 盐酸(1+1)

将1份体积的浓盐酸与1份体积的水混合。

5.10.2 盐酸(1+5)

将1份体积的浓盐酸与5份体积的水混合。

5.11 硝酸溶液

5.11.1 硝酸(1+1)

将1份体积的浓硝酸与1份体积的水混合。

5.11.2 硝酸(1+20)

将1份体积的浓硝酸与20份体积的水混合。

5.12 硫酸(1+1)

将1份体积的浓硫酸缓慢注入1份体积的水中，混匀。

5.13 **乙酸(1+1)**

将1份体积的冰乙酸与1份体积的水混合。

5.14 **氨水(1+1)**

将1份体积的氨水与1份体积的水混合。

5.15 **乙醇(1+4)**

将1份体积的乙醇与4份体积的水混合。

5.16 **三乙醇胺(1+2)**

将1份体积的三乙醇胺与2份体积的水混合。

5.17 **氢氧化钠(NaOH)**

固体,密封保存。

5.18 **氢氧化钾(KOH)**

固体,密封保存。

5.19 **氢氧化钾溶液(200 g/L)**

将200 g氢氧化钾(KOH)溶于水中,加水稀释至1 L,贮存于塑料瓶中。

5.20 **氯化钡溶液(100 g/L)**

将100 g氯化钡($BaCl_2 \cdot 2H_2O$)溶于水中,加水稀释至1 L,必要时过滤后使用。

5.21 **硝酸银溶液(5 g/L)**

将0.5 g硝酸银($AgNO_3$)溶于水中,加入1 mL硝酸,加水稀释至100 mL,贮存于棕色瓶中。

5.22 **抗坏血酸溶液(5 g/L)**

将0.5 g抗坏血酸(V.C)溶于100 mL水中,必要时过滤后使用。用时现配。

5.23 **pH3.0的缓冲溶液**

将3.2 g无水乙酸钠(CH_3COONa)溶于水中,加入120 mL冰乙酸,加水稀释至1 L。

5.24 **pH4.3的缓冲溶液**

将42.3 g无水乙酸钠(CH_3COONa)溶于水中,加入80 mL冰乙酸,加水稀释至1 L。

5.25 **pH10的缓冲溶液**

将67.5 g氯化铵(NH_4Cl)溶于水中,加入570 mL氨水,加水稀释至1 L。

5.26 **酒石酸钾钠溶液(100 g/L)**

将10 g酒石酸钾钠($C_4H_4KNaO_6 \cdot 4H_2O$)溶于水中,加水稀释至100 mL。

5.27 氯化钾(KCl)

颗粒粗大时,研细后使用。

5.28 氯化钾溶液(50 g/L)

将 50 g 氯化钾(KCl)溶于水中,加水稀释至 1 L。

5.29 氯化钾-乙醇溶液(50 g/L)

将 5 g 氯化钾(KCl)溶于 50 mL 水后,加入 50 mL 乙醇(见 5.9),混匀。

5.30 氟化钾溶液(150 g/L)

将 150 g 氟化钾($KF \cdot 2H_2O$)置于塑料杯中,加水溶解后,加水稀释至 1 L,贮存于塑料瓶中。

5.31 氟化钾溶液(20 g/L)

将 20 g 氟化钾($KF \cdot 2H_2O$)溶于水中,加水稀释至 1 L,贮存于塑料瓶中。

5.32 邻菲罗啉溶液(10 g/L 乙酸溶液)

将 1 g 邻菲罗啉($C_{12}H_8N_2 \cdot 2H_2O$)溶于 100 mL 乙酸(1+1)中,用时现配。

5.33 乙酸铵溶液(100 g/L)

将 10 g 乙酸铵(CH_3COONH_4)溶于 100 mL 水中。

5.34 乙酸铵溶液(250 g/L)

将 25 g 乙酸铵(CH_3COONH_4)溶于 100 mL 水中。

5.35 五氧化二钒(V_2O_5)

固体,细粉。

5.36 电解液

将 6 g 碘化钾(KI)和 6 g 溴化钾(KBr)溶于 300 mL 水中,加入 10 mL 冰乙酸。

5.37 氢氧化钠溶液[c(NaOH)=0.1 mol/L]

将 0.4 g 氢氧化钠(NaOH)溶于 100 mL 水中。

5.38 蔗糖溶液(300 g/L)

将 300 g 蔗糖溶于无二氧化碳的水中,用无二氧化碳的水稀释至 1 000 mL,加入 1 mL 酚酞指示剂溶液(见 5.52),用氢氧化钠(见 5.37)中和至微红色,密封保存。

5.39 三氧化二铁(Fe_2O_3)标准溶液

5.39.1 三氧化二铁标准溶液的配制

称取 0.100 0 g 已于 950 ℃灼烧过 60 min 的三氧化二铁(Fe_2O_3,光谱纯),精确至 0.000 1 g,置于 300 mL 烧杯中,依次加入 50 mL 水、30 mL 盐酸(1+1)、2 mL 硝酸,低温加热微沸,待溶解完全,冷却

至室温后，移入 1 000 mL 容量瓶中，用水稀释至标线，摇匀。此标准溶液每毫升含 0.1 mg 三氧化二铁。

5.39.2 工作曲线的绘制

吸取每毫升含 0.1 mg 三氧化二铁标准溶液 0 mL；1.00 mL；2.00 mL；3.00 mL；4.00 mL；5.00 mL；6.00 mL 分别放入 100 mL 容量瓶中，加水稀释至约 50 mL，加入 5 mL 抗坏血酸溶液（见 5.22），放置 5 min 后，加入 5 mL 邻菲罗啉溶液（见 5.32）、10 mL 乙酸铵溶液（见 5.33），用水稀释至标线，摇匀。放置 30 min 后，用分光光度计（见 6.12），10 mm 比色皿，以水作参比，于波长 510 nm 处测定溶液的吸光度。用测得的吸光度作为相对应的三氧化二铁含量的函数，绘制工作曲线。

5.40 碳酸钙标准溶液[$c(CaCO_3)=0.024$ mol/L]

称取 0.6 g(m_1)已于 105 ℃～110 ℃烘过 2 h 的碳酸钙($CaCO_3$，基准试剂)，精确至 0.000 1 g，置于 300 mL 烧杯中，加入约 100 mL 水，盖上表面皿，沿杯口慢慢加入 6 mL 盐酸(1+1)，搅拌至碳酸钙全部溶解，加热煮沸并微沸 1 min～2 min。冷却至室温后，移入 250 mL 容量瓶中，用水稀释至标线，摇匀。

5.41 EDTA 标准滴定溶液[c(EDTA)=0.015 mol/L]

5.41.1 EDTA 标准滴定溶液的配制

称取 5.6 g EDTA(乙二胺四乙酸二钠，$C_{10}H_{14}N_2O_8Na_2 \cdot 2H_2O$)置于烧杯中，加入约 200 mL 水，加热溶解，过滤，加水稀释至 1 L，摇匀。

5.41.2 EDTA 标准滴定溶液浓度的标定

吸取 25.00 mL 碳酸钙标准溶液(见 5.40)放入 300 mL 烧杯中，加水稀释至约 200 mL 水，加入少许的 CMP 混合指示剂(见 5.50)，在搅拌下加入氢氧化钾溶液(见 5.19)至出现绿色荧光后再过量 2 mL～3 mL，用 EDTA 标准滴定溶液滴定至绿色荧光消失并呈现红色。

EDTA 标准滴定溶液的浓度按式(1)计算：

$$c(\text{EDTA})=\frac{m_1\times 1\,000}{(V_1-V_{01})\times 10\times 100.09}=\frac{m_1}{(V_1-V_{01})\times 1.000\,9} \quad \cdots\cdots(1)$$

式中：

c(EDTA)——EDTA 标准滴定溶液的浓度，单位为摩尔每升(mol/L)；

m_1——按 5.40 配制碳酸钙标准溶液的碳酸钙的质量，单位为克(g)；

V_1——滴定时消耗 EDTA 标准滴定溶液的体积，单位为毫升(mL)；

V_{01}——空白试验滴定时消耗 EDTA 标准滴定溶液的体积，单位为毫升(mL)；

100.09——$CaCO_3$ 的摩尔质量，单位为克每摩尔(g/mol)；

10——全部碳酸钙标准溶液与所分取溶液的体积比。

5.41.3 EDTA 标准滴定溶液对各氧化物的滴定度的计算

EDTA 标准滴定溶液对三氧化二铁、三氧化二铝、氧化钙、氧化镁的滴定度分别按式(2)～式(5)计算：

$$T_{Fe_2O_3}=c(\text{EDTA})\times 79.84 \quad \cdots\cdots(2)$$

$$T_{Al_2O_3}=c(\text{EDTA})\times 50.98 \quad \cdots\cdots(3)$$

$$T_{CaO}=c(\text{EDTA})\times 56.08 \quad \cdots\cdots(4)$$

$$T_{MgO}=c(\text{EDTA})\times 40.31 \quad \cdots\cdots(5)$$

式中：

$T_{Fe_2O_3}$ ——EDTA 标准滴定溶液对三氧化二铁的滴定度，单位为毫克每毫升(mg/mL)；

c(EDTA)——EDTA 标准滴定溶液的浓度，单位为摩尔每升(mol/L)；

79.84 ——($1/2Fe_2O_3$)的摩尔质量，单位为克每摩尔(g/mol)；

$T_{Al_2O_3}$ ——EDTA 标准滴定溶液对三氧化二铝的滴定度，单位为毫克每毫升(mg/mL)；

50.98 ——($1/2Al_2O_3$)的摩尔质量，单位为克每摩尔(g/mol)；

T_{CaO} ——EDTA 标准滴定溶液对氧化钙的滴定度，单位为毫克每毫升(mg/mL)；

56.08 ——CaO 的摩尔质量，单位为克每摩尔(g/mol)；

T_{MgO} ——EDTA 标准滴定溶液对氧化镁的滴定度，单位为毫克每毫升(mg/mL)；

40.31 ——MgO 的摩尔质量，单位为克每摩尔(g/mol)。

5.42 硫酸铜标准滴定溶液[$c(CuSO_4)=0.015$ mol/L]

5.42.1 硫酸铜标准滴定溶液的配制

称取 3.7 g 硫酸铜($CuSO_4 \cdot 5H_2O$)溶于约 200 mL 水，加入 4 滴～5 滴硫酸(1＋1)，加水稀释至 1 L，摇匀。

5.42.2 EDTA 标准滴定溶液与硫酸铜标准滴定溶液体积比的标定

从滴定管中缓慢放出 10.00 mL～15.00 mLEDTA 标准滴定溶液(见 5.41)于 300 mL 烧杯中，加水稀释至约 150 mL，加入 15 mL 的 pH4.3 的缓冲溶液(见 5.24)，加热至沸，取下稍冷，加入 4 滴～5 滴 PAN 指示剂溶液(见 5.54)，用硫酸铜标准滴定溶液滴定至亮紫色。

EDTA 标准滴定溶液与硫酸铜标准滴定溶液的体积比按式(6)计算：

$$K_1=\frac{V_2}{V_3} \qquad \cdots\cdots(6)$$

式中：

K_1 ——EDTA 标准滴定溶液与硫酸铜标准滴定溶液的体积比；

V_2 ——加入 EDTA 标准滴定溶液的体积，单位为毫升(mL)；

V_3 ——滴定时消耗硫酸铜标准滴定溶液的体积，单位为毫升(mL)。

5.43 氢氧化钠标准滴定溶液[c(NaOH)＝0.15 mol/L]

5.43.1 氢氧化钠标准滴定溶液的配制

称取 30 g 氢氧化钠(NaOH)溶于水后，加水稀释至 5 L，充分摇匀，贮存于塑料瓶中，宜采用装有钠石灰干燥管的胶塞。

5.43.2 氢氧化钠标准滴定溶液浓度的标定

称取 0.8 g(m_2)苯二甲酸氢钾($C_8H_5KO_4$，基准试剂)，精确至 0.000 1 g，置于 300 mL 烧杯中，加入约 200 mL 预先新煮沸过并冷却后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，加入 6 滴～7 滴酚酞指示剂溶液(见 5.52)，用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式(7)计算：

$$c(NaOH)=\frac{m_2\times 1\,000}{V_1\times 204.2} \qquad \cdots\cdots(7)$$

式中：

c(NaOH)——氢氧化钠标准滴定溶液的浓度，单位为摩尔每升(mol/L)；

m_2 ——苯二甲酸氢钾的质量，单位为克(g)；

V_4 ——滴定时消耗氢氧化钠标准滴定溶液的体积，单位为毫升(mL)；

204.2 ——苯二甲酸氢钾的摩尔质量，单位为克每摩尔(g/mol)。

5.43.3 氢氧化钠标准滴定溶液对二氧化硅的滴定度的计算

氢氧化钠标准滴定溶液对二氧化硅的滴定度按式(8)计算：

$$T_{SiO_2} = c(NaOH) \times 15.02 \quad \cdots\cdots(8)$$

式中：

T_{SiO_2} ——氢氧化钠标准滴定溶液对二氧化硅的滴定度，单位为毫克每毫升(mg/mL)；

$c(NaOH)$——氢氧化钠标准滴定溶液的浓度，单位为摩尔每升(mol/L)；

15.02 ——$(1/4SiO_2)$的摩尔质量，单位为克每摩尔(g/mol)。

5.44 氢氧化钠标准滴定溶液[c(NaOH)=0.25 mol/L]

5.44.1 氢氧化钠标准滴定溶液的配制

称取 10 g 氢氧化钠(NaOH)溶于水后，加水稀释至 1 L，充分摇匀，贮存于塑料瓶中，宜采用装有钠石灰干燥管的胶塞。

5.44.2 氢氧化钠标准滴定溶液浓度的标定

称取 1 g(m_3)苯二甲酸氢钾($C_8H_5KO_4$，基准试剂)，精确至 0.000 1 g，置于 300 mL 烧杯中，加入约 200 mL 预先新煮沸过并冷却后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，加入 6 滴～7 滴酚酞指示剂溶液(见 5.52)，用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式(9)计算：

$$c(NaOH) = \frac{m_3 \times 1\,000}{V_5 \times 204.2} \quad \cdots\cdots(9)$$

式中：

$c(NaOH)$——氢氧化钠标准滴定溶液的浓度，单位为摩尔每升(mol/L)；

m_3 ——苯二甲酸氢钾的质量，单位为克(g)；

V_5 ——滴定时消耗氢氧化钠标准滴定溶液的体积，单位为毫升(mL)；

204.2 ——苯二甲酸氢钾的摩尔质量，单位为克每摩尔(g/mol)。

5.45 盐酸标准滴定溶液[c(HCl)=0.5 mol/L]

5.45.1 盐酸标准滴定溶液的配制

将 42 mL 盐酸(HCl)，加水稀释至 1 000 mL。

5.45.2 盐酸标准滴定溶液浓度的标定

从滴定管中缓慢放出 10.00 mL 盐酸标准滴定溶液于 300 mL 烧杯中，加入约 150 mL 无二氧化碳的水和 6 滴～7 滴酚酞指示剂溶液(见 5.52)，用已知浓度的氢氧化钠标准滴定溶液(见 5.44)滴定至微红色。

盐酸标准滴定溶液的浓度按式(10)计算：

$$c(HCl) = \frac{c(NaOH) \times V_7}{V_6} \quad \cdots\cdots(10)$$

式中：

c(HCl) ——盐酸标准滴定溶液的浓度，单位为摩尔每升(mol/L)；

c(NaOH)——已知氢氧化钠标准滴定溶液的浓度，单位为克每摩尔(g/mol)；

V_7 ——滴定时消耗氢氧化钠标准滴定溶液的体积，单位为毫升(mL)；

V_6 ——加入盐酸标准滴定溶液的体积，单位为毫升(mL)。

5.46 盐酸标准滴定溶液[c(HCl)=1 mol/L]

5.46.1 盐酸标准滴定溶液的配制

将 83 mL 盐酸(HCl)，加水稀释至 1 000 mL。

5.46.2 盐酸标准滴定溶液浓度的标定

称取 0.8 g(m_4)已于 130 ℃烘过 2 h 的碳酸钠(Na_2CO_3，基准试剂)，精确至 0.000 1 g，置于 250 mL 干燥的锥形瓶中，加入 100 mL 水使其溶解，加入 2 滴～3 滴甲基红指示剂溶液(见 5.55)，然后用盐酸标准滴定溶液缓慢滴定至红色，将溶液加热煮沸并微沸 2 min，盖上瓶塞或表面皿，冷却到室温，并继续滴定，直至出现稳定的红色。

盐酸标准滴定溶液的浓度按式(11)计算：

$$c(\mathrm{HCl})=\frac{m_4\times 1\,000}{V_8\times 53.0} \qquad \cdots\cdots(11)$$

式中：

c(HCl)——盐酸标准滴定溶液的浓度，单位为摩尔每升(mol/L)；

m_4 ——称取碳酸钠的质量，单位为克(g)；

V_8 ——滴定时消耗盐酸标准滴定溶液的体积，单位为毫升(mL)；

53.0 ——(1/2Na_2CO_3)的摩尔质量，单位为克每摩尔(g/mol)。

5.46.3 盐酸标准滴定溶液对氧化钙和氢氧化钙的滴定度的计算

盐酸标准溶液对氧化钙和氢氧化钙的滴定度分别按式(12)和式(13)计算：

$$T_{\mathrm{CaO}}=c(\mathrm{HCl})\times 28.04 \qquad \cdots\cdots(12)$$

$$T_{\mathrm{Ca(OH)_2}}=c(\mathrm{HCl})\times 37.05 \qquad \cdots\cdots(13)$$

式中：

T_{CaO} ——盐酸标准滴定溶液对氧化钙的滴定度，单位为毫克每毫升(mg/mL)；

$T_{\mathrm{Ca(OH)_2}}$——盐酸标准滴定溶液对氢氧化钙的滴定度，单位为毫克每毫升(mg/mL)；

c(HCl)——盐酸标准滴定溶液的浓度，单位为摩尔每升(mol/L)；

28.04 ——(1/2CaO)的摩尔质量，单位为克每摩尔(g/mol)；

37.05 ——[1/2$Ca(OH)_2$]的摩尔质量，单位为克每摩尔(g/mol)。

5.47 氯离子标准溶液[c(NaCl)=0.02 mol/L]

称取 1.168 9 g 已于 105 ℃～110 ℃烘过 2 h 的氯化钠(NaCl，基准试剂或光谱纯)，精确至 0.000 1 g，置于 200 mL 烧杯中，加水溶解后，移入 1 000 mL 容量瓶中，用水稀释至标线，摇匀。

5.48 硝酸银标准滴定溶液[c($AgNO_3$)=0.02 mol/L]

5.48.1 硝酸银标准滴定溶液的配制

称取 1.70 g 硝酸银($AgNO_3$)，加水溶解后，移入 500 mL 容量瓶中，用水稀释至标线，摇匀，贮存于

棕色瓶中，避光保存。

5.48.2 硝酸银标准滴定溶液浓度的标定

吸取 10.00 mL 氯离子标准溶液（见 5.47）放入 200 mL 烧杯中，加入 2 mL 硝酸（1+1），用水稀释至 150 mL，放入一根磁力搅拌棒。把烧杯放在磁力搅拌器（见 6.11）上，用氯离子电位滴定装置（见 6.13）测量溶液的电位，在溶液中插入氯离子选择电极和饱和氯化钾甘汞电极，开始搅拌。用硝酸银标准滴定溶液逐渐滴定，化学计量点前后，每次滴加 0.10 mL 硝酸银标准滴定溶液，记录滴定管读数和对应的毫伏计读数。计量点前，毫伏计读数变化越来越大；过计量点后，每滴加一次溶液，变化又将减小。继续滴定至毫伏计读数变化不大时为止。用二次微商法计算或氯离子电位滴定装置（见 6.13）计算出消耗的硝酸银标准滴定溶液的体积。

硝酸银标准滴定溶液浓度按式（14）计算：

$$c(AgNO_3)=\frac{0.02\times 10.00}{V_9}=\frac{0.2}{V_9} \qquad \cdots\cdots(14)$$

式中：

$c(AgNO_3)$——硝酸银标准滴定溶液的浓度，单位为摩尔每升（mol/L）；

V_9——滴定时消耗硝酸银标准滴定溶液的体积，单位为毫升（mL）；

0.02——氯化钠标准溶液的浓度，单位为摩尔每升（mol/L）；

10.00——加入氯化钠标准溶液的体积，单位为毫升（mL）。

5.48.3 硝酸银标准滴定溶液对氯离子的滴定度的计算

硝酸银标准滴定溶液对氯离子的滴定度按式（15）计算：

$$T_{Cl^-}=c(AgNO_3)\times 35.45 \qquad \cdots\cdots(15)$$

式中：

T_{Cl^-}——硝酸银标准滴定溶液对氯离子的滴定度，单位为毫克每毫升（mg/mL）；

$c(AgNO_3)$——硝酸银标准滴定溶液的浓度，单位为摩尔每升（mol/L）；

35.45——Cl 的摩尔质量，单位为克每摩尔（g/mol）。

5.49 EDTA—铜溶液

按 EDTA 标准滴定溶液（见 5.41）与硫酸铜标准滴定溶液的体积比（见 5.42.2），准确配制成等物质量浓度的混合溶液。

5.50 钙黄绿素—甲基百里香酚蓝—酚酞混合指示剂（CMP 混合指示剂）

将 1.00 g 钙黄绿素、1.00 g 甲基百里香酚蓝、0.20 g 酚酞与 50 g 已在 105 ℃～110 ℃烘干过的硝酸钾（KNO_3）混合研细，保存在磨口瓶中。

5.51 酸性铬蓝 K—萘酚绿 B 混合指示剂（KB 混合指示剂）

将 1.00 g 酸性铬蓝 K、2.50 g 萘酚绿 B 与 50 g 已在 105 ℃～110 ℃烘干过的硝酸钾（KNO_3）混合研细，保存在磨口瓶中。

滴定终点颜色不正确时，可调节酸性铬蓝 K 与萘酚绿 B 的配制比例，并通过国家标准样品/标准物质进行对比确认。

5.52 酚酞指示剂溶液（10 g/L）

将 1 g 酚酞溶于 100 mL 乙醇（见 5.9）中。

5.53 磺基水杨酸钠指示剂溶液(100 g/L)

将 10 g 磺基水杨酸钠($C_7H_5O_6SNa \cdot 2H_2O$)溶于水中,加水稀释至 100 mL。

5.54 1—(2—吡啶偶氮)—2 萘酚指示剂溶液(PAN 指示剂溶液)(2 g/L)

将 0.2 g 1—(2—吡啶偶氮)—2 萘酚溶于 100 mL 乙醇(见 5.9)中。

5.55 甲基红指示剂溶液(2 g/L)

将 0.2 g 甲基红溶于 100 mL 乙醇(见 5.9)中。

5.56 溴酚蓝指示剂溶液(2 g/L)

将 0.2 g 溴酚蓝溶于 100 mL 乙醇(1+4)中。

5.57 对硝基酚指示剂溶液(2 g/L)

将 0.2 g 对硝基酚溶于 100 mL 水中。

5.58 纯铁

粒度 0.4 mm～0.8 mm,硫的质量分数小于 0.001%,密封保存。

5.59 钨粒

粒度 0.4 mm～0.8 mm,硫的质量分数小于 0.001%,密封保存。

5.60 滤纸浆

将定量滤纸撕成小块,放入烧杯中,加水浸没,加热煮沸并微沸 10 min 以上,冷却后放入广口瓶中备用。

6 仪器与设备

6.1 天平

量程不小于 200 g,分度值不大于 0.000 1 g。

6.2 瓷坩埚

带盖,容量 18 mL～25 mL。

6.3 铂坩埚

带盖,容量为 25 mL～30 mL。

6.4 银坩埚

带盖,容量为 30 mL。

6.5 镍坩埚

带盖,容量为 50 mL。

6.6 干燥器

内装变色硅胶。

6.7 干燥箱

应使用温度控制器准确控制干燥箱温度，并定期进行计量。可控制 105 ℃～110 ℃、(150±5)℃温度。

6.8 高温炉

隔焰加热炉，在炉膛外围进行电阻加热。应使用温度控制器准确控制炉温，并定期进行计量。可控制 650 ℃～700 ℃、(800±25)℃、950 ℃～1 000 ℃温度。

6.9 滤纸

快速、中速、慢速 3 种型号的定量滤纸。

6.10 玻璃容量器皿

滴定管、容量瓶、移液管，符合 JJG 196 中的 A 类要求。

6.11 磁力搅拌器

具有调速和加热功能，带有包着惰性材料的搅拌棒，例如聚四氟乙烯材料。

6.12 分光光度计

可在波长 400 nm～800 nm 范围内测定溶液的吸光度，带有 10 mm、20 mm 比色皿。

6.13 氯离子电位滴定装置

精度为 2 mV，可连接氯离子选择电极和饱和氯化钾甘汞电极。

6.14 酸度计

测量 pH 值范围为 0～14，分度值不大于 0.02，2 个以上标准溶液校准。

6.15 库仑积分测硫仪

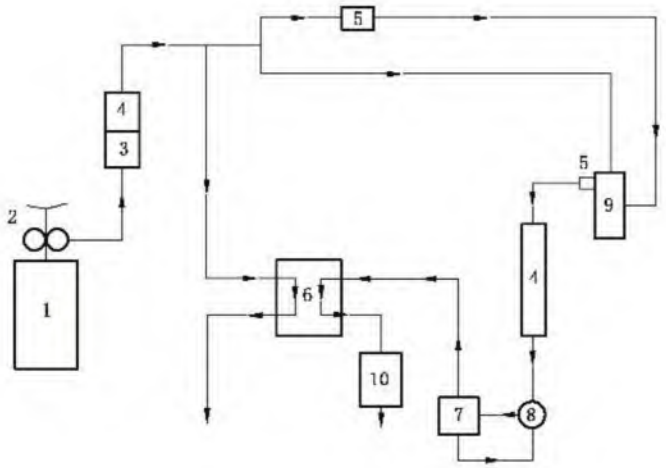
由管式高温炉、电解池、磁力搅拌器和库仑积分器组成。

6.16 瓷舟

长 70 mm～80 mm，可耐温为 1 200 ℃。

6.17 红外分析仪

仪器装置示意图如图 1 所示。



标引序号说明：

1 ——氧气瓶；

2 ——压力阀门；

3 ——干燥剂；

4 ——碱石棉；

5 ——灰尘捕集器；

6 ——IR 池；

7 ——接口；

8 ——压力调节器；

9 ——燃烧区；

10——转子流量计。

图 1　红外分析仪装置示意图

7　试样的制备

试样应具有代表性和均匀性，按 GB/T 2007.1 方法取样。采用四分法或缩分器将试样缩分至约 100 g，石灰石、生石灰、粉状熟石灰经 150 μm 方孔筛筛析，将筛余物经过研磨后使其全部通过孔径为 150 μm 方孔筛，充分混匀，装入试样瓶中，密封保存。

石灰石试样分析前在 105 ℃～110 ℃干燥箱(见 6.7)中干燥 2 h，盖好试样瓶盖子，放入干燥器(见 6.6)中冷却至室温，供测定用。

制备生石灰、熟石灰试样时，宜尽可能快速地进行试样制备的全过程，密封保存试样，以防止吸潮。分析生石灰、熟石灰试样前，不用进行试样的干燥。

8　烧失量的测定——灼烧差减法

8.1　原理

试样在 950 ℃～1 000 ℃的高温炉中灼烧，驱除二氧化碳和水分，灼烧所失去的质量即为烧失量。

8.2　分析步骤

称取约 1 g 试样(m_5)，精确至 0.000 1 g，置于已灼烧恒量的瓷坩埚中，盖上坩埚盖(留有缝隙)，放入高温炉(见 6.8)内，从低温开始逐渐升高温度，在 950 ℃～1 000 ℃下灼烧 1 h 或达到恒量，取出坩埚

置于干燥器(见 6.6)中,冷却至室温,称量灼烧后试料的质量(m_6)。

8.3 结果的计算与表示

烧失量的质量分数(w_{LOI})按式(16)计算:

$$w_{LOI}=\frac{m_5-m_6}{m_5}\times 100\% \quad \cdots\cdots(16)$$

式中:

w_{LOI}——烧失量的质量分数;

m_6——灼烧后试料的质量,单位为克(g);

m_5——试料的质量,单位为克(g)。

9 二氧化硅的测定——氯化铵称量法(基准法)

称取约 0.6 g 试样(m_7),分析方法按 GB/T 176 进行。所得溶液 A 供测定三氧化二铁(见 10.2 或 26.2)、三氧化二铝(见 11.2、28.2 或 29.2)、氧化钙(见 12.2)、氧化镁(见 31.2)、二氧化钛(见 14.2)。

10 三氧化二铁的测定——邻菲罗啉分光光度法(基准法)

10.1 原理

在酸性溶液中,加入抗坏血酸溶液,使三价铁离子还原为二价铁离子,与邻菲罗啉生成红色配合物,于波长 510 nm 处测定溶液的吸光度,在有争议时以基准法为准。

10.2 分析步骤

称取约 0.6 g 试样(m_8),精确至 0.000 1 g,置于银坩埚中,加入 6 g～7 g 氢氧化钠(见 5.17),盖上坩埚盖(留有缝隙),放入高温炉(见 6.8)中,从低温升起,在 650 ℃～700 ℃的高温下熔融 20 min,期间取出摇动 1 次。取出冷却,将坩埚放入已盛有约 100 mL 沸水的 300 mL 烧杯中,盖上表面皿,在电炉上适当加热,待熔块完全浸出后,取出坩埚,用水冲洗坩埚和盖。在搅拌下一次加入 25 mL～30 mL 盐酸,再加入 1 mL 硝酸,用热盐酸(1+5)洗净坩埚和盖。将溶液加热煮沸,冷却至室温后,移入 250 mL 容量瓶中,用水稀释至标线,摇匀。此溶液 B 供测定三氧化二铁(见 10.2 或 26.2)、三氧化二铝(见 11.2、28.2 或 29.2)、氧化钙(见 30.2)、氧化镁(见 31.2)和二氧化钛(见 14.2)用。

从第 9 章溶液 A 或 10.2 溶液 B 中吸取 10.00 mL 溶液放入 100 mL 容量瓶中(试样溶液的分取量视三氧化二铁的含量而定),加水稀释至约 40 mL。加入 5 mL 抗坏血酸溶液(见 5.22),放置 5 min,然后再加入 5 mL 邻菲罗啉溶液(见 5.32)、10 mL 乙酸铵溶液(见 5.33),用水稀释至标线,摇匀。放置 30 min 后,用分光光度计(见 6.12)、10 mm 比色皿,以水作参比,于波长 510 nm 处测定溶液的吸光度。在工作曲线(见 5.39.2)上查出三氧化二铁的含量(m_{10})。

当吸取溶液大于 10.00 mL 时,应按以下步骤调节溶液的酸度。加入 1 滴～2 滴对硝基酚指示剂溶液(见 5.57),滴加氨水(1+1)至溶液呈黄色,再滴加盐酸(1+1)至无色,并过量 1 滴～2 滴盐酸(1+1)。

10.3 结果的计算与表示

三氧化二铁的质量分数($w_{Fe_2O_3}$)按式(17)计算:

$$w_{Fe_2O_3}=\frac{m_{10}\times 25}{m_9\times 1\,000}\times 100\%=\frac{m_{10}\times 2.5}{m_9} \quad \cdots\cdots(17)$$

式中：

$w_{Fe_2O_3}$ ——三氧化二铁的质量分数；

m_{10} ——扣除空白试验值后 100 mL 测定溶液中三氧化二铁的含量，单位为毫克(mg)；

m_9 ——第 9 章(m_7)或 10.2(m_8)中试料的质量，单位为克(g)；

25 ——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——EDTA 直接滴定铁铝合量(基准法)

11.1 原理

将分取的试样溶液调节 pH 值至 3.0，用铵盐抑制金属离子的水解，在煮沸下以 EDTA—铜和 PAN 为指示剂，用 EDTA 标准滴定溶液滴定铁、铝合量，扣除三氧化二铁的含量，在有争议时以基准法为准。

11.2 分析步骤

从第 9 章溶液 A 或 10.2 溶液 B 中吸取 50.00 mL 溶液放入 300 mL 烧杯中，加水稀释至约 150 mL，加入 25 mL 乙酸铵溶液(见 5.34)，加入 1 滴～2 滴溴酚蓝指示剂溶液(见 5.56)，滴加乙酸铵溶液(见 5.34)至溶液出现蓝紫色，再滴加盐酸(1+1)至黄色。加入 15 mL pH3.0 的缓冲溶液(见5.23)，加热至微沸并保持 1 min，加入 10 滴 EDTA—铜溶液(见 5.49)及 2 滴～3 滴 PAN 指示剂溶液(见 5.54)，用 EDTA 标准滴定溶液(见 5.41)滴定至红色消失。继续煮沸，滴定，直至溶液经煮沸后红色不再出现呈稳定的亮黄色为止。

11.3 结果的计算与表示

三氧化二铝的质量分数($w_{Al_2O_3}$)按式(18)计算：

$$w_{Al_2O_3}=\frac{T_{Al_2O_3}\times(V_{10}-V_{010})\times 5}{m_9\times 1\,000}\times 100\%-0.64\times w_{Fe_2O_3}=\frac{T_{Al_2O_3}\times(V_{10}-V_{010})\times 0.5}{m_9}-0.64\times w_{Fe_2O_3} \quad \cdots\cdots(18)$$

式中：

$w_{Al_2O_3}$ ——三氧化二铝的质量分数；

$T_{Al_2O_3}$ ——EDTA 标准滴定溶液对三氧化二铝的滴定度，单位为毫克每毫升(mg/mL)；

V_{10} ——滴定时消耗 EDTA 标准滴定溶液的体积，单位为毫升(mL)；

V_{010} ——空白试验滴定时消耗 EDTA 标准滴定溶液的体积，单位为毫升(mL)；

m_9 ——第 9 章(m_7)或 10.2(m_8)中试料的质量，单位为克(g)；

$w_{Fe_2O_3}$ ——测得的三氧化二铁的质量分数；

0.64 ——三氧化二铁对三氧化二铝的换算系数；

5 ——全部试样溶液与所分取试样溶液的体积比。

12 氧化钙的测定——EDTA 滴定法(基准法)

从第 9 章溶液 A 中吸取 25.00 mL 溶液，分析方法按 GB/T 176 进行。

13 氧化镁的测定——原子吸收分光光度法(基准法)

分析方法按 GB/T 176 进行。

14 二氧化钛的测定——二安替比林甲烷分光光度法(基准法)

从第 9 章溶液 A 或 10.2 溶液 B 中吸取 25.00 mL 溶液,分析方法按 GB/T 176 进行。

15 氧化钾和氧化钠的测定——火焰光度法(基准法)

分析方法按 GB/T 176 进行。

16 全硫的测定——硫酸钡称量法(基准法)

16.1 原理

在酸性溶液中,用氯化钡溶液沉淀硫酸盐,经过灼烧后,以硫酸钡形式称量。测定结果以三氧化硫计,在有争议时以基准法为准。

16.2 分析步骤

称取约 0.5 g 试样(m_{11}),精确至 0.000 1 g,置于镍坩埚中,加入 5 g～6 g 氢氧化钾(见 5.18),盖上坩埚盖(留有缝隙),放在电炉上加热熔融 30 min 左右,期间摇动 2～3 次。取下冷却,放入盛有 100 mL 热水的 300 mL 烧杯中,待熔体全部浸出后,用热水洗净坩埚和盖,加入 20 mL 盐酸(1+1)。加热至沸,加入少许滤纸浆,用氨水(1+1)调至氢氧化物沉淀析出,再过量约 1 mL,用中速滤纸过滤,用热水洗涤 5 次～6 次,滤液及洗液收集于 400 mL 烧杯中,加 2 滴甲基红指示剂溶液(见 5.55),用盐酸(1+1)中和至溶液呈红色,再过量 2 mL,加水稀释至约 250 mL,玻璃棒底部压一小片定量滤纸,盖上表面皿,加热煮沸,在微沸下从杯口缓慢逐滴加入 10 mL 热的氯化钡溶液(见 5.20),继续微沸数分钟至沉淀良好的形成,然后在常温下静置 12 h～24 h 或温热处静置至少 4 h,此时溶液体积应保持在约 200 mL。用慢速定量滤纸过滤,用热水洗涤,用胶头擦棒和一小片定量滤纸擦洗烧杯及玻璃棒,洗涤至检验无氯离子为止(见 4.6)。

将沉淀及滤纸一并移入已灼烧恒量的瓷坩埚中,灰化完全后,放入 800 ℃～950 ℃的高温炉(见 6.8)内灼烧 30 min 以上,取出坩埚置于干燥器(见 6.6)中冷却至室温,称量。反复灼烧,直至恒量。

16.3 结果的计算与表示

全硫的质量分数(以三氧化硫计)(w_{SO_3})按式(19)计算:

$$w_{SO_3}=\frac{(m_{12}-m_{012})\times 0.343}{m_{11}}\times 100\% \quad \cdots\cdots(19)$$

式中:

w_{SO_3} ——三氧化硫的质量分数;

m_{12} ——灼烧后沉淀的质量,单位为克(g);

m_{012} ——空白试验灼烧后沉淀的质量,单位为克(g);

m_{11} ——试料的质量,单位为克(g);

0.343 ——硫酸钡对三氧化硫的换算系数。

17 氯离子的测定——硫氰酸铵容量法(基准法)

分析方法按 GB/T 176 进行。

18 一氧化锰的测定——高碘酸钾氧化分光光度法(基准法)

分析方法按 GB/T 176 进行。

19 五氧化二磷的测定——磷钼蓝分光光度法(基准法)

分析方法按 GB/T 176 进行。

20 二氧化碳的测定——碱石棉吸收称量法

称取约 0.3 g 试样,精确至 0.000 1 g,其分析方法按 GB/T 176 进行。并用碳酸钙($CaCO_3$,基准试剂)进行校正。

校正方法:称取约 0.3 g 已于 105 ℃～110 ℃烘过 2 h 的碳酸钙($CaCO_3$,基准试剂),精确至 0.000 1 g,按 GB/T 176 测定二氧化碳的质量分数。校准系数等于碳酸钙中二氧化碳的质量分数(43.97%)与碳酸钙中二氧化碳的实测值之比。测定结果乘以该校正系数。

21 生石灰 A(CaO+MgO)含量的测定——盐酸滴定法

21.1 原理

本方法基于将 CaO 与 MgO 水化成氢氧化物,用盐酸标准溶液滴定。

21.2 分析步骤

称取约 0.5 g 试样(m_{13}),准确至 0.000 1 g;置于 500 mL 的干锥形瓶中,加入 200 mL 无二氧化碳的水,摇动锥形瓶使试样分散,盖上表面皿,加热煮沸并微沸 5 min,冷却后用蒸馏水冲洗表面皿,加入 6 滴～7 滴酚酞指示剂溶液(见 5.52),然后用盐酸标准滴定溶液(见 5.46)缓慢滴定,并不断摇动锥形瓶,直到溶液粉红色消失,加入最后一滴盐酸标准溶液后,5 min 内不再出现粉红色为止。

21.3 结果计算与表示

以 CaO 表示 A(CaO+MgO)质量分数按式(20)计算:

$$A(CaO+MgO)=\frac{T_{CaO}\times(V_{11}-V_{011})}{m_{13}\times 1\,000}\times 100\%=\frac{T_{CaO}\times(V_{11}-V_{011})\times 0.1}{m_{13}} \quad \cdots\cdots(20)$$

式中:

$A(CaO+MgO)$——(CaO+MgO)的质量分数;

T_{CaO}——盐酸标准滴定溶液对氧化钙的滴定度,单位为毫克每毫升(mg/mL);

V_{11}——滴定时消耗盐酸标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

V_{011}——空白试验消耗盐酸标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

m_{13}——试料质量,单位为克(g)。

22 有效钙的测定——蔗糖钙-盐酸滴定法

22.1 原理

用水将试样消化并分散,通过与蔗糖反应,石灰被溶解并形成蔗糖钙,然后以酚酞为指示剂,用盐酸

标准滴定溶液滴定蔗糖钙。

22.2 分析步骤

22.2.1 用于生石灰的分析步骤

22.2.1.1 试样的分散

称取约 1 g 试样(m_{11}),精确至 0.000 1 g,置于 250 mL 的干锥形瓶中,快速加入 20 mL 无二氧化碳的水,迅速盖上瓶塞,摇动锥形瓶使试样分散,打开瓶塞,加入 25 mL 沸水,摇动,迅速地加热煮沸 1 min,取下锥形瓶,较松地盖上瓶塞,放在冷水浴中冷却至室温。

22.2.1.2 蔗糖钙的生成和滴定

加入 50 mL 蔗糖溶液(见 5.38),盖上瓶塞,摇动,静置 15 min,在此期间每 5 min 摇动一次,取下瓶塞,用不含二氧化碳的水冲洗瓶塞和瓶壁。加入 6 滴~7 滴酚酞指示剂溶液(见 5.52),用盐酸标准滴定溶液(见 5.46)滴定,近终点时以约每秒钟加入 1 滴的滴定速度,并不断摇动锥形瓶,直到溶液粉红色消失,加入最后一滴盐酸标准溶液后,30 s 内不再出现粉红色为止。

22.2.2 用于熟石灰的分析步骤

称取约 1 g 试样(m_{15}),精确至 0.000 1 g,置于 250 mL 的干锥形瓶中,迅速加入 50 mL 无二氧化碳的水,摇动锥形瓶使试样分散。

以下分析步骤按 22.2.1.2 进行。

22.3 结果的计算与表示

有效氧化钙(CaO)的质量分数[$w_{\mathrm{eff,CaO}}$]或有效氢氧化钙[$Ca(OH)_2$]的质量分数[$w_{\mathrm{eff,Ca(OH)_2}}$]按式(21)或式(22)计算:

$$w_{\mathrm{eff,CaO}}=\frac{T_{\mathrm{CaO}}\times(V_{14}-V_{014})}{m_{16}\times 1\,000}\times 100\%=\frac{T_{\mathrm{CaO}}\times(V_{14}-V_{014})\times 0.1}{m_{16}} \quad \cdots\cdots(21)$$

$$w_{\mathrm{eff,Ca(OH)_2}}=\frac{T_{\mathrm{Ca(OH)_2}}\times(V_{14}-V_{014})}{m_{16}\times 1\,000}\times 100\%=\frac{T_{\mathrm{Ca(OH)_2}}\times(V_{14}-V_{014})\times 0.1}{m_{16}} \quad \cdots\cdots(22)$$

式中:

$w_{\mathrm{eff,CaO}}$ ——有效氧化钙的质量分数;

$w_{\mathrm{eff,Ca(OH)_2}}$ ——有效氢氧化钙的质量分数;

T_{CaO} ——盐酸标准滴定溶液对氧化钙的滴定度,单位为毫克每毫升(mg/mL);

$T_{\mathrm{Ca(OH)_2}}$ ——盐酸标准滴定溶液对氢氧化钙的滴定度,单位为毫克每毫升(mg/mL);

V_{14} ——按 22.2.1 或 22.2.2 滴定时消耗盐酸标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

V_{014} ——空白试验消耗盐酸标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

m_{16} ——22.2.1(m_{14})或 22.2.2(m_{15})试料的质量,单位为克(g)。

23 石灰石碳酸钙滴定值的测定——盐酸返滴定法

23.1 原理

试样用已知量的盐酸加热分解,过量的酸用氢氧化钠返滴定,测定结果以碳酸钙计。

23.2 分析步骤

称取约 0.5 g 试样(m_{17})，精确至 0.000 1 g，置于 250 mL 锥形瓶中，用少量水冲洗瓶壁使试料润湿，从滴定管中缓慢加入 25.00 mL 盐酸标准溶液(见 5.45)，摇动锥形瓶，盖上表面皿，加热煮沸并微沸 2 min，冷却后用水冲洗表面皿和瓶壁，加入 6 滴～7 滴酚酞指示剂溶液(见 5.52)，用氢氧化钠标准滴定溶液(见 5.44)滴定至微红色。

23.3 结果的计算与表示

碳酸钙滴定值的质量分数(w_{CaCO_3})按式(23)计算：

$$w_{CaCO_3}=\frac{50.045\times[c(HCl)\times V_{15}-c(NaOH)\times V_{16}]}{m_{17}\times 1\,000}\times 100\%=\frac{5.004\,5\times[c(HCl)\times V_{15}-c(NaOH)\times V_{16}]}{m_{17}} \quad \cdots\cdots(23)$$

式中：

w_{CaCO_3} ——碳酸钙滴定值的质量分数；

$c(HCl)$ ——盐酸标准滴定溶液的浓度，单位为摩尔每升(mol/L)；

$c(NaOH)$——氢氧化钠标准滴定溶液的浓度，单位为摩尔每升(mol/L)；

V_{15} ——加入盐酸标准滴定溶液的体积，单位为毫升(mL)；

V_{16} ——滴定时消耗氢氧化钠标准滴定溶液的体积，单位为毫升(mL)；

m_{17} ——试料的质量，单位为克(g)；

50.045 ——$(1/2CaCO_3)$的摩尔质量，单位为克每摩尔(g/mol)。

24 游离二氧化硅的测定

分析方法按 GB/T 28629 进行。

25 二氧化硅的测定——氟硅酸钾容量法(代用法)

25.1 原理

在有过量的氟、钾离子存在的强酸性溶液中，使硅酸形成氟硅酸钾(K_2SiF_6)沉淀。经过滤、洗涤及中和残余酸后，加入沸水使氟硅酸钾沉淀水解生成等物质的量的氢氟酸。然后以酚酞为指示剂，用氢氧化钠标准滴定溶液进行滴定。

25.2 方法一

25.2.1 分析步骤

称取约 0.3 g 试样(m_{18})，精确至 0.000 1 g，置于镍坩埚或银坩埚中，加入 4 g～5 g 氢氧化钾(见 5.18)，盖上坩埚盖(留有缝隙)，放在电炉上加热熔融 20 min～30 min，期间摇动 1～2 次。取下冷却，用温水将熔块提取到 300 mL 塑料杯中，用硝酸(1＋20)及温水洗净坩埚和盖(此时溶液的体积控制在 50 mL 左右)，然后加入 20 mL 硝酸，冷却至 30 ℃以下。加入 10 mL 氟化钾溶液(见 5.30)，加入固体氯化钾(见 5.27)，仔细搅拌至氯化钾充分饱和，并有约 2 g 固体氯化钾析出，在 10 ℃～26 ℃下放置 15 min～20 min，期间搅拌 1 次。用中速滤纸过滤，先过滤溶液，固体氯化钾和沉淀留在杯底，溶液滤完后用氯化钾溶液(见 5.28)洗涤塑料杯及沉淀 3 次，洗涤过程中使固体氯化钾溶解，洗涤液总量不超过

25 mL。将滤纸连同沉淀取下，置于原塑料杯中，沿杯壁加入 10 mL 30 ℃以下的氯化钾-乙醇溶液（见 5.29）及 1 mL 酚酞指示剂溶液（见 5.52），将滤纸展开，用氢氧化钠标准滴定溶液（见 5.43）中和未洗尽的酸，仔细搅动、挤压滤纸并随之擦洗杯壁直至溶液呈红色（过滤、洗涤、中和残余酸的操作应迅速，以防止氟硅酸钾沉淀的水解）。向杯中加入约 200 mL 沸水（煮沸后用氢氧化钠溶液中和至酚酞呈微红色的沸水），用氢氧化钠标准滴定溶液（见 5.43）滴定至微红色。

25.2.2 结果的计算与表示

二氧化硅的质量分数（w_{SiO_2}）按式（24）计算：

$$w_{SiO_2}=\frac{T_{SiO_2}\times(V_{17}-V_{017})}{m_{18}\times 1\,000}\times 100\%=\frac{T_{SiO_2}\times(V_{17}-V_{017})\times 0.1}{m_{18}} \quad \cdots\cdots(24)$$

式中：

w_{SiO_2}——二氧化硅的质量分数；

T_{SiO_2}——氢氧化钠标准滴定溶液对二氧化硅的滴定度，单位为毫克每毫升（mg/mL）；

V_{17}——滴定时消耗氢氧化钠标准滴定溶液的体积，单位为毫升（mL）；

V_{017}——空白试验消耗氢氧化钠标准滴定溶液的体积，单位为毫升（mL）；

m_{18}——试料的质量，单位为克（g）。

25.3 方法二

按 GB/T 176 氟硅酸钾容量法（代用法）进行。

26 三氧化二铁的测定——EDTA 直接滴定法（代用法）

26.1 原理

在 pH1.8、温度为 60 ℃～70 ℃的溶液中，以磺基水杨酸钠为指示剂，用 EDTA 标准滴定溶液滴定。

26.2 分析步骤

从第 9 章溶液 A 或 10.2 溶液 B 中吸取 50.00 mL 溶液放入 300 mL 烧杯中，加水稀释至约 100 mL，用氨水（1+1）和盐酸（1+1）调节溶液 pH 1.8（用精密 pH 试纸检验）。将溶液加热至 70 ℃，加入 10 滴磺基水杨酸钠指示剂溶液（见 5.53），用 EDTA 标准滴定溶液（见 5.41）缓慢地滴定直至无色或亮黄色（终点时溶液温度应不低于 60 ℃，终点前溶液降至近 60 ℃时，应再加热至 65 ℃～70 ℃）。保留此溶液供测定三氧化二铝（见 28.2 或 29.2）用。

26.3 结果的计算与表示

三氧化二铁的质量分数（$w_{Fe_2O_3}$）按式（25）计算：

$$w_{Fe_2O_3}=\frac{T_{Fe_2O_3}\times(V_{18}-V_{018})\times 5}{m_9\times 1\,000}\times 100\%=\frac{T_{Fe_2O_3}\times(V_{18}-V_{018})\times 0.5}{m_9} \quad \cdots\cdots(25)$$

式中：

$w_{Fe_2O_3}$——三氧化二铁质量分数；

$T_{Fe_2O_3}$——EDTA 标准滴定溶液对三氧化二铁的滴定度，单位为毫克每毫升（mg/mL）；

V_{18}——滴定时消耗 EDTA 标准滴定溶液的体积，单位为毫升（mL）；

V_{018}——空白试验消耗 EDTA 标准滴定溶液的体积，单位为毫升（mL）；

m_9——第 9 章（m_7）或 10.2（m_8）中试料的质量，单位为克（g）；

5 ——全部试样溶液与所分取试样溶液的体积比。

27 三氧化二铁的测定——原子吸收分光光度法(代用法)

分析方法按 GB/T 176 进行。

28 三氧化二铝的测定——直接滴定法(代用法)

28.1 原理

于滴定铁后的溶液中,调节 pH 值 3.0,在煮沸下以 EDTA-铜和 PAN 为指示剂,用 EDTA 标准滴定溶液滴定。

28.2 分析步骤

将 26.2 中测完铁的溶液加水稀释至约 200 mL,加入 1 滴～2 滴溴酚蓝指示剂溶液(见 5.56),滴加氨水(1+1)至溶液出现蓝紫色,再滴加盐酸(1+1)至黄色。加入 15mL pH 3.0 的缓冲溶液(见5.23),加热煮沸并保持微沸 1 min,加入 10 滴 EDTA-铜溶液(见 5.49)及 2 滴～3 滴 PAN 指示剂溶液(见 5.54),用 EDTA 标准滴定溶液(见 5.41)滴定至红色消失。继续煮沸,滴定,直至溶液经煮沸后红色不再出现呈稳定的亮黄色为止。

28.3 结果表示

三氧化二铝的质量分数($w_{Al_2O_3}$)按式(26)计算:

$$w_{Al_2O_3}=\frac{T_{Al_2O_3}\times(V_{19}-V_{019})\times 5}{m_9\times 1\,000}\times 100\%=\frac{T_{Al_2O_3}\times(V_{19}-V_{019})\times 0.5}{m_9} \quad \cdots\cdots(26)$$

式中:

$w_{Al_2O_3}$——三氧化二铝的质量分数;

$T_{Al_2O_3}$——EDTA 标准滴定溶液对三氧化二铝的滴定度,单位为毫克每毫升(mg/mL);

V_{19} ——滴定时消耗 EDTA 标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

V_{019} ——空白试验消耗 EDTA 标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

m_9 ——第 9 章(m_7)或 10.2(m_8)中试料的质量,单位为克(g);

5 ——全部试样溶液与所分取试样溶液的体积比。

29 三氧化二铝的测定——硫酸铜返滴定法(代用法)

29.1 原理

在滴定铁后的溶液中,加入对铝、钛过量的 EDTA 标准滴定溶液,控制溶液 pH3.8～4.0,以 PAN 为指示剂,用硫酸铜标准滴定溶液返滴定过量的 EDTA。

本法只适用于一氧化锰含量在 0.5%以下的试样。

29.2 分析步骤

往 26.2 中测完铁的溶液中加入 EDTA 标准滴定溶液(见 5.41)至过量 10.00 mL～15.00 mL(对铝、钛合量而言)(V_{20}),加水稀释至 150 mL～200 mL。将溶液加热至 70 ℃～80 ℃后,在搅拌下用氨水(1+1)调节溶液的 pH 值在 3.0～3.5 之间(用精密 pH 试纸检验),加入 15 mL pH 4.3 的缓冲溶液(见

5.24)，加热煮沸并保持微沸 1 min～2 min，取下稍冷，加入 4 滴～5 滴 PAN 指示剂溶液(见 5.54)，用硫酸铜标准滴定溶液(见 5.42)滴定至亮紫色。

29.3 结果的计算与表示

三氧化二铝的质量分数($w_{Al_2O_3}$)按式(27)计算：

$$w_{Al_2O_3}=\frac{T_{Al_2O_3}\times(V_{20}-K_1\times V_{21})\times 5}{m_9\times 1\,000}\times 100\%-0.64w_{TiO_2}=\frac{T_{Al_2O_3}\times(V_{20}-K_1\times V_{21})\times 0.5}{m_9}-0.64w_{TiO_2} \quad \cdots\cdots(27)$$

式中：

$w_{Al_2O_3}$——三氧化二铝的质量分数；

$T_{Al_2O_3}$——EDTA 标准滴定溶液对三氧化二铝的滴定度，单位为毫克每毫升(mg/mL)；

V_{20}——加入 EDTA 标准滴定溶液的体积，单位为毫升(mL)；

V_{21}——滴定时消耗硫酸铜标准滴定溶液的体积，单位为毫升(mL)；

K_1——EDTA 标准滴定溶液与硫酸铜标准滴定溶液的体积比；

m_9——第 9 章(m_7)或 10.2(m_8)中试料的质量，单位为克(g)；

w_{TiO_2}——测得的二氧化钛的质量分数；

0.64——二氧化钛对三氧化二铝的换算系数；

5——全部试样溶液与所分取试样溶液的体积比。

30 氧化钙的测定——氢氧化钠熔样—EDTA 滴定法(代用法)

30.1 原理

在酸性溶液中加入适量的氟化钾，以抑制硅酸的干扰。然后在 pH13 以上的强碱性溶液中，以三乙醇胺为掩蔽剂，用 CMP 混合指示剂，用 EDTA 标准滴定溶液滴定。

30.2 分析步骤

从 10.2 溶液 B 中吸取 25.00 mL 溶液放入 300 mL 烧杯中，加入 2 mL 氟化钾溶液(见 5.31)(氟化钾溶液的加入量视试样中二氧化硅含量而定)，搅匀并放置 2 min 以上。然后加水稀释至约 200 mL。加入 5 mL 三乙醇胺溶液(1+2)及少许的 CMP 混合指示剂(见 5.50)，在搅拌下加入氢氧化钾溶液(见 5.19)至出现绿色荧光后再过量 5 mL～8 mL，用 EDTA 标准滴定溶液(见 5.41)滴定至绿色荧光完全消失并呈现红色。

30.3 结果的计算与表示

氧化钙的质量分数(w_{CaO})按式(28)计算：

$$w_{CaO}=\frac{T_{CaO}\times(V_{22}-V_{022})\times 10}{m_8\times 1\,000}\times 100\%=\frac{T_{CaO}\times(V_{22}-V_{022})}{m_8} \quad \cdots\cdots(28)$$

式中：

w_{CaO}——氧化钙的质量分数；

T_{CaO}——EDTA 标准滴定溶液对氧化钙的滴定度，单位为毫克每毫升(mg/mL)；

V_{22}——滴定时消耗 EDTA 标准滴定溶液的体积，单位为毫升(mL)；

V_{022}——空白试验消耗 EDTA 标准滴定溶液的体积，单位为毫升(mL)；

m_8 ——10.2 中试料的质量，单位为克(g)；

10 ——全部试样溶液与所分取试样溶液的体积比。

31 氧化镁的测定——EDTA 滴定差减法(代用法)

31.1 原理

在 pH 10 的溶液中，以酒石酸钾钠、三乙醇胺为掩蔽剂，用酸性铬蓝 K-萘酚绿 B 混合指示剂，用 EDTA 标准滴定溶液滴定。

31.2 分析步骤

从第 9 章溶液 A 或 10.2 溶液 B 中吸取 25.00 mL 溶液放入 300 mL 烧杯中，加水稀释至约 200 mL，加入 1 mL 酒石酸钾钠溶液(见 5.26)，搅拌，然后加入 5 mL 三乙醇胺(1+2)，搅拌。加入 25 mL pH10 缓冲溶液(见 5.25)及少许的酸性铬蓝 K-萘酚绿 B 混合指示剂(见 5.51)，用 EDTA 标准滴定溶液(见 5.41)滴定，近终点时应缓慢滴定至纯蓝色。

31.3 结果的计算与表示

氧化镁的质量分数(w_{MgO})按式(29)计算：

$$w_{MgO}=\frac{T_{MgO}\times[(V_{24}-V_{024})-(V_{23}-V_{023})]\times 10}{m_9\times 1\,000}\times 100\%=\frac{T_{MgO}\times[(V_{24}-V_{024})-(V_{23}-V_{023})]}{m_9} \quad \cdots\cdots(29)$$

式中：

w_{MgO}——氧化镁的质量分数；

T_{MgO}——EDTA 标准滴定溶液对氧化镁的滴定度，单位为毫克每毫升(mg/mL)；

V_{24} ——滴定钙、镁总量时消耗 EDTA 标准滴定溶液的体积，单位为毫升(mL)；

V_{024} ——滴定钙、镁总量时空白试验消耗 EDTA 标准滴定溶液的体积，单位为毫升(mL)；

V_{23} ——按 12.2 或 30.2 测定氧化钙时消耗 EDTA 标准滴定溶液的体积，单位为毫升(mL)；

V_{023} ——按 12.2 或 30.2 测定氧化钙时空白试验消耗 EDTA 标准滴定溶液的体积，单位为毫升(mL)；

m_9 ——第 9 章(m_7)或 10.2(m_8)中试料的质量，单位为克(g)；

10 ——全部试样溶液与所分取试样溶液的体积比。

32 氧化钾和氧化钠的测定——原子吸收分光光度法(代用法)

分析方法按 GB/T 176 进行。

33 全硫的测定——库仑滴定法(代用法)

33.1 原理

在催化剂的作用下，试样于空气流中燃烧分解，试样中硫生成二氧化硫并被碘化钾溶液吸收，以电解碘化钾溶液所产生的碘进行滴定。

33.2 分析步骤

使用 6.15 库仑积分测硫仪，将管式高温炉升温并控制在 1 150 ℃。

开动供气泵和抽气泵并将抽气流量调节到约 1 000 mL/min。在抽气下，将约 300 mL 电解液(见 5.36)加入电解池内，开动电磁搅拌器。

调节电位平衡：在瓷舟中放入少量含一定硫的试样，并盖一薄层五氧化二钒(见 5.35)，将舟置于石英托盘上，送进炉内，库仑滴定随即开始。如果试验结束后库仑积分器的显示值为零，应再次测定直至显示值不为零为止。

称取约(0.05±0.01)g 试样(m_{19})，精确至 0.000 1 g，铺于瓷舟中，在试料上复盖一薄层五氧化二钒(见 5.35)，将瓷舟置于石英托盘上，送进炉内，库仑滴定随即开始，试验结束后，库仑积分器显示出硫的毫克数(m_{20})。并用有证标准样品/标准物质进行校正。

33.3 结果的计算与表示

全硫的质量分数(以三氧化硫计)(w_{SO_3})按式(30)计算：

$$w_{SO_3}=\frac{(m_{20}-m_{020})\times 2.50}{m_{19}\times 1\,000}\times 100\%=\frac{(m_{20}-m_{020})\times 0.25}{m_{19}} \quad \cdots\cdots(30)$$

式中：

w_{SO_3}——三氧化硫的质量分数；

m_{20}——库仑积分器上显示的硫的质量，单位为毫克(mg)；

m_{020}——空白试验库仑积分器上显示的硫的质量，单位为毫克(mg)；

m_{19}——试料的质量，单位为克(g)；

2.50——硫对三氧化硫的换算系数。

34 全硫的测定——红外分析法(代用法)

34.1 原理

试样中加入助溶剂，在高频电磁场作用下，产生涡电流(涡流)，从而产生焦耳热，试样中的硫被氧化生成气体氧化物，以氧气为载体导入红外检测器，由红外探测器产生电信号经放大后送入计算机进行数据处理。

34.2 分析步骤

使用高频红外碳硫分析仪(见 6.17)进行测定，将仪器电源、气源打开，通电预热。开启动力气(氮气)瓶和氧气瓶总开关，将动力气的压力调节至 0.4 MPa～0.5 MPa，氧气的压力调节至 0.08 MPa 左右。按照仪器说明书进行通氧气密性检查，并根据样品的检测要求，设置好硫信号、分析通道、加压时间等。

选择适宜的有证标准样品/标准物质，其硫含量应略高于试样，并用标样值对检测结果进行校准。

称取约 0.1 g 试样(m_{21})，精确至 0.000 1 g，置于坩埚中，加入 1.5 g 钨粒(见 5.59)，0.5 g 纯铁(见 5.58)，均匀地铺在试样的上面，按照仪器说明书要求进行检测，得到全硫的质量(m_{22})。

按上述步骤，不加入试样，进行空白试验，得到空白试验全硫的质量(m_{022})。

34.3 结果的计算与表示

全硫的质量分数(以三氧化硫计)(w_{SO_3})按式(31)计算：

$$w_{SO_3}=\frac{(m_{22}-m_{022})\times 2.50}{m_{21}}\times 100\% \quad \cdots\cdots(31)$$

式中：

w_{SO_3}——全硫的质量分数；

m_{22} ——红外测定仪上显示的硫的质量，单位为克(g)；

m_{022} ——空白试验红外测定仪上显示的硫的质量，单位为克(g)；

m_{21} ——试料的质量，单位为克(g)；

2.50 ——硫对三氧化硫的换算系数。

35 氯离子的测定——离子色谱法(代用法)

分析方法按 GB/T 176 进行。

36 氯离子的测定——(自动)电位滴定法(代用法)

分析方法按 GB/T 176 进行。

37 一氧化锰的测定——原子吸收分光光度法(代用法)

分析方法按 GB/T 176 进行。

38 三氧化二铁、三氧化二铝、氧化镁、二氧化钛、氧化钾、氧化钠、一氧化锰、五氧化二磷的测定——电感耦合等离子体发射光谱法(代用法)

分析方法按 GB/T 176 进行。

39 二氧化硅、三氧化二铁、三氧化二铝、氧化钙、氧化镁、二氧化钛、氧化钾、氧化钠、一氧化锰、五氧化二磷、氯离子的测定——X 射线荧光分析方法(代用法)

分析方法按 GB/T 176 进行。

40 水溶性铬(Ⅵ)的测定

分析方法按 GB 31893 进行。

41 允许差

本文件所列允许差为绝对偏差，以质量分数(%)表示。

同一实验室的允许差是指：同一分析实验室同一分析人员(或两个分析人员)，采用本文件所列方法分析同一试样时，2 次分析结果应符合允许差(见表 1) 规定。如超出允许范围，应在短时间内进行第三次测定(或第三者的测定)，测定结果与前两次或任一次分析结果之差值符合允许差规定时，则取其平均值，否则应查找原因，重新按上述规定进行分析。

不同实验室的允许差是指：两个实验室采用本文件所列方法对同一试样各自进行分析时，所得分析结果的平均值之差应符合允许差(见表 1)规定。

测定结果的允许差见表 1。

表 1　化学分析方法测定结果的允许差

%

成分	测定方法	含量范围	同一实验室的允许差	不同实验室的允许差
烧失量	灼烧差减法	—	0.25	0.40
二氧化硅(基准法)	氯化铵称量法	—	0.15	0.20
三氧化二铁(基准法)	邻菲罗啉分光光度法	≤1 >1	0.05 0.10	0.10 0.15
三氧化二铝(基准法)	EDTA 直接滴定铁铝合量	—	0.15	0.20
氧化钙(基准法)	EDTA 滴定法	—	0.25	0.40
氧化镁(基准法)	原子吸收分光光度法	—	0.15	0.25
二氧化钛(基准法)	二安替比林甲烷分光光度法	—	0.05	0.10
氧化钾(基准法)	火焰光度法	—	0.10	0.10
氧化钠(基准法)	火焰光度法	—	0.05	0.10
全硫(基准法)	硫酸钡称量法	—	0.05	0.10
氯离子(基准法)	硫氰酸铵容量法	≤0.10 >0.10	0.003 0.010	0.005 0.015
一氧化锰(基准法)	高碘酸钾氧化分光光度法	—	0.05	0.10
五氧化二磷(基准法)	磷钼蓝分光光度法	—	0.05	0.10
二氧化碳	碱石棉吸收称量法	—	0.30	0.50
生石灰 A(CaO+MgO)	盐酸滴定法	—	0.40	0.60
有效钙的测定	蔗糖钙—盐酸滴定法	—	0.30	0.50
石灰石碳酸钙滴定值	盐酸返滴定法	—	0.30	0.50
游离二氧化硅		—	0.20	0.30
二氧化硅(代用法)	氟硅酸钾容量法	—	0.20	0.25
三氧化二铁(代用法)	EDTA 直接滴定法	—	0.15	0.20
三氧化二铁(代用法)	原子吸收分光光度法	—	0.10	0.15
三氧化二铝(代用法)	直接滴定法	—	0.20	0.25
三氧化二铝(代用法)	硫酸铜返滴定法	—	0.20	0.25
氧化钙(代用法)	氢氧化钠熔样—EDTA 滴定法	—	0.25	0.40
氧化镁(代用法)	EDTA 滴定差减法	≤2 >2	0.15 0.20	0.25 0.30
氧化钾(代用法)	原子吸收分光光度法	—	0.10	0.10
氧化钠(代用法)	原子吸收分光光度法	—	0.05	0.10
全硫的测定(代用法)	库仑滴定法	—	0.05	0.10
全硫的测定(代用法)	红外分析法	—	0.05	0.10

表 1　化学分析方法测定结果的允许差（续）

%

成分	测定方法	含量范围	同一实验室的允许差	不同实验室的允许差
氯离子(代用法)	离子色谱法(自动) 电位滴定法	≤0.10 >0.10	0.005 0.010	0.010 0.015
一氧化锰(代用法)	原子吸收分光光度法	—	0.05	0.10
注："—"表示"无"。				