



中华人民共和国国家标准

GB/T 28629—2024

代替 GB/T 28629—2012

水泥熟料中游离二氧化硅化学分析方法

Methods for chemical analysis of free silicon dioxide in cement clinker

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 试验基本要求 1

5 试剂和材料 2

6 仪器与设备 5

7 试样的制备 6

8 游离二氧化硅的测定——磷酸分解-氢氟酸处理称量法(基准法) 6

9 游离二氧化硅的测定——磷酸分解-硅钼蓝分光光度法(代用法) 7

10 游离二氧化硅的测定——磷酸分解-氟硅酸钾容量法(代用法) 8

11 允许差 9

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 28629—2012《水泥熟料中游离二氧化硅化学分析方法》，与 GB/T 28629—2012 相比，除结构调整和编辑性改动外，主要技术变化如下：

- 删除了“硝酸铵溶液(20 g/L)”(见 2012 年版的 4.14)；
- 增加了“硝酸-氨水混合溶液”(见 5.14)；
- 删除了游离二氧化硅测定装置(见 2012 年版的 5.9)；
- 增加了游离二氧化硅的测定——磷酸分解-氢氟酸处理称量法(见第 8 章)；
- 将“用热的硝酸铵溶液洗涤 10 次以上”更改为“用热的硝酸-氨水混合溶液洗涤至少 14 次，每次等上次洗液漏完后再洗涤下次(见 8.2.1, 2012 年版的 7.2.1)”；
- 增加了氢氧化钾熔融不溶渣的方法(见 10.2, 2012 年版的 8.2)；
- 增加了“允许差”的使用规则(见第 11 章)；
- 删除了“化学分析方法的重复性限和再现性限”(2012 年版的第 9 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、合肥水泥研究设计院有限公司、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、天津水泥工业设计研究院有限公司、聊城信源集团有限公司、中铁十六局集团有限公司、曲阜中联水泥有限公司、曲阳金隅水泥有限公司、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)、海拉尔蒙西水泥有限公司、青州中联水泥有限公司、湖南润攸科技发展有限公司、江山市何家山水泥有限公司、内蒙古冀东水泥有限责任公司、乌海市西水水泥有限责任公司、中材萍乡水泥有限公司、新疆生产建设兵团第十二师政府投资项目代建中心。

本文件主要起草人：王伟、王瑞海、崔洪坤、古小华、叶安利、戴平、刘杰、元松、何小龙、郭猛、胡光、徐志成、张刚、朱应新、王军、陈波、潘立、廖丽平、雷震、张铁斌、韩正琦、吴端静、邓程鸿、冯元乾、罗荣树、陶建国、刘江、吴声宏、王晓佳、顾毅、张怀涛、孙海文、李保明、刘晓娟、叶荣海、申玉强、刘晶、卢娟娟、崔健、高丹丹、姜浩、王雅兰、宋来申、刘波、王长安。

本文件于 2012 年首次发布，本次为第一次修订。

水泥熟料中游离二氧化硅化学分析方法

1 范围

本文件描述了磷酸分解-氢氟酸处理称量法、磷酸分解-硅钼蓝分光光度法、磷酸分解-氟硅酸钾容量法测定水泥熟料中游离二氧化硅的化学分析方法。

本文件适用于水泥熟料中游离二氧化硅的测定。

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 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

JJG 196 常用玻璃量器

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 试验基本要求

4.1 试验次数与要求

每一试样采用本文件所列方法独立测定两次，用两次试验结果的平均值表示测定结果，数值的修约按 GB/T 8170 进行。

4.2 质量、体积、体积比、滴定度的表示

质量的单位用“克(g)”表示，精确至 0.000 1 g。滴定管体积单位用“毫升(mL)”表示，读数精确至 0.01 mL。滴定度单位用“毫克每毫升(mg/mL)”表示，滴定度经修约后保留小数点后四位。各项分析结果均以质量分数计，分析数值以百分数(%)表示至小数后两位。

4.3 空白试验

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

4.4 灼烧

将滤纸和沉淀或不溶渣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，并灰化至无黑色炭颗粒后，放入高温炉中，在规定的温度下灼烧。在干燥器中冷却至室温，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 15 min 的灼烧,然后冷却、称量的方法来检查恒定质量,当连续两次称量之差小于 0.000 5 g 时,即达到恒量。

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,用于标定的试剂应为基准试剂。所用水应不低于 GB/T 6682 中规定的三级水的要求。

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+2)表示 1 份体积的浓盐酸与 2 份体积的水相混合。

5.2 磷酸(H_3PO_4)

密度 ρ 为 $1.68 \text{ g}/\text{cm}^3$,质量分数为 85%。

5.3 氟硼酸(HBF_4)

质量分数为 40%。

5.4 盐酸(HCl)

密度 ρ 为 $1.18 \text{ g}/\text{cm}^3 \sim 1.19 \text{ g}/\text{cm}^3$,质量分数为 36%~38%。

5.5 硝酸(HNO_3)

密度 ρ 为 $1.39 \text{ g}/\text{cm}^3 \sim 1.41 \text{ g}/\text{cm}^3$,质量分数为 65%~68%。

5.6 硫酸(H_2SO_4)

密度 ρ 为 $1.84 \text{ g}/\text{cm}^3$,质量分数为 95%~98%。

5.7 氢氟酸(HF)

密度 ρ 为 $1.15 \text{ g}/\text{cm}^3 \sim 1.18 \text{ g}/\text{cm}^3$,质量分数为 40%。

5.8 氨水($\text{NH}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$)

密度 ρ 为 $0.90 \text{ g}/\text{cm}^3 \sim 0.91 \text{ g}/\text{cm}^3$,质量分数为 25%~28%。

5.9 盐酸溶液

盐酸(1+1):(1+10)。

5.10 硝酸溶液

硝酸(1+1):(1+6):(1+20)。

5.11 硫酸溶液

硫酸(1+1)。

5.12 氨水

氨水(1+1)。

5.13 乙醇($\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$)

乙醇的体积分数不低于 95%。

5.14 硝酸-氨水混合溶液

在 200 mL 水中,加入 17 mL 硝酸,搅匀,然后加入 16 mL 氨水,加入 2 滴甲基红指示剂溶液(5.30),滴加氨水(1+1)至溶液呈黄色,再滴加硝酸(1+1)至红色,加水稀释至 1 000 mL,混匀,如果红色褪去,再滴加硝酸(1+1)至红色。

5.15 二氧化硅(SiO_2)

固体,光谱纯,纯度不低于 99.99%。

5.16 (邻)苯二甲酸氢钾($\text{KHC}_8\text{H}_4\text{O}_4$)

固体,基准试剂,含量不低于 99.95%。

5.17 无水碳酸钠(Na_2CO_3)

将无水碳酸钠用玛瑙研钵研细至粉末状,贮存于密封瓶中。

5.18 无水硼砂($\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7$)

固体,密封保存。

5.19 碳酸钠-硼砂混合熔剂(2+1)

将 2 份质量的无水碳酸钠(5.17)与 1 份质量的无水硼砂(5.18)混匀研细,贮存于密封瓶中。

5.20 无水碳酸钾(K_2CO_3)

固体,密封保存。

5.21 氢氧化钾(KOH)

固体,密封保存。

5.22 氯化钾(KCl)

颗粒粗大时,应研细后使用。

5.23 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。

5.24 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(5.13),混匀。

5.25 氟化钾溶液(150 g/L)

将 150 g 氟化钾($\text{KF} \cdot 2\text{H}_2\text{O}$)于塑料杯中,加水溶解后,加水稀释至 1 L,贮存于塑料瓶中。

5.26 钼酸铵溶液(50 g/L)

将 5 g 钼酸铵 $[(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24} \cdot 4\text{H}_2\text{O}]$ 溶于热水中,冷却后加水稀释至 100 mL,贮存于塑料瓶中,必要时过滤后使用。此溶液在一周内使用。

5.27 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。

5.28 二氧化硅(SiO_2)标准溶液

5.28.1 二氧化硅标准溶液的配制

称取 0.200 0 g 已于 950 ℃~1 000 ℃灼烧 60 min 的二氧化硅(5.15),精确至 0.000 1 g,置于铂坩埚(6.3)中,加入 2 g 无水碳酸钠(5.17),搅拌均匀,在 950 ℃~1 000 ℃高温下熔融 15 min。冷却后,将熔融物浸出于盛有约 100 mL 沸水的塑料烧杯中,待全部溶解,冷却至室温后,移入 1 000 mL 容量瓶中。用水稀释至标线,摇匀,贮存于塑料瓶中。此标准溶液每毫升含 0.2 mg 二氧化硅。

吸取 50.00 mL 上述标准溶液放入 500 mL 容量瓶中,用水稀释至标线,摇匀,贮存于塑料瓶中。此标准溶液每毫升含 0.02 mg 二氧化硅。

5.28.2 工作曲线的绘制

吸取每毫升含 0.02 mg 二氧化硅的标准溶液 0 mL、2.00 mL、4.00 mL、5.00 mL、6.00 mL、8.00 mL 和 10.00 mL 分别放入 100 mL 容量瓶中,加水稀释至约 40 mL,依次加入 5 mL 盐酸(1+1),8 mL 乙醇(5.13),6 mL 钼酸铵溶液(5.26),摇匀。放置 30 min 后,加入 20 mL 盐酸(1+1),5 mL 抗坏血酸溶液(5.27),用水稀释至标线,摇匀。放置 60 min 后,用分光光度计(6.10),10 mm 比色皿,以水作参比,于波长 660 nm 处测定溶液的吸光度。

5.29 氢氧化钠标准滴定溶液 $[c(\text{NaOH})=0.15 \text{ mol/L}]$

5.29.1 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 水中,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。

5.29.2 氢氧化钠标准滴定溶液浓度的标定

称取约 0.8 g(m_1)(邻)苯二甲酸氢钾(5.16),精确至 0.000 1 g,置于 400 mL 烧杯中,加入约 200 mL 水先煮沸后冷却,排出里面的二氧化碳,然后加入酚酞,用氢氧化钠中和至微红色,搅拌使其溶解,加入 6 滴~7 滴酚酞指示剂溶液(5.31)。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(1)计算:

$$c_{\text{NaOH}} = \frac{m_1 \times 1\,000}{V_1 \times M_{\text{C}_8\text{H}_5\text{KO}_4}} \quad \dots\dots\dots (1)$$

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_1 —— 苯二甲酸氢钾的质量,单位为克(g);

V_1 —— 滴定时消耗氢氧化钠标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

$M_{\text{C}_8\text{H}_5\text{KO}_4}$ —— 苯二甲酸氢钾的摩尔质量为 204.2 g/mol。

5.29.3 氢氧化钠标准滴定溶液对二氧化硅滴定度的计算

氢氧化钠标准滴定溶液对二氧化硅滴定度按式(2)计算:

$$T_{\text{SiO}_2} = c_{\text{NaOH}} \times M_{\frac{1}{4}\text{SiO}_2} \dots\dots\dots (2)$$

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);
- $M_{\frac{1}{4}\text{SiO}_2}$ ——二氧化硅摩尔质量的 1/4 为 15.02 g/mol。

5.30 甲基红指示剂溶液(2 g/L)

将 0.2 g 甲基红溶于 100 mL 乙醇(5.13)中。

5.31 酚酞指示剂溶液(10 g/L)

将 1 g 酚酞溶于 100 mL 乙醇(5.13)中。

5.32 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

分度值不大于 0.000 1 g。

6.2 方孔筛

孔径为 150 μm。

6.3 铂坩埚

带盖,容量约 30 mL。

6.4 包铂头坩埚钳

坩埚钳夹取处用铂金包裹。

6.5 镍坩埚

带盖,容量约 50 mL。

6.6 高温炉

可控制温度 950 ℃~1 000 ℃。

6.7 电炉

可控制温度 100 ℃~400 ℃。

6.8 干燥器

内装变色硅胶。

6.9 干燥箱

可控制 105 °C ~ 110 °C 温度。

6.10 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。

6.11 恒温水浴

可恒温 50 °C,温度控制在 ± 5 °C 以内。

6.12 滤纸

快速、中速、慢速三种型号定量滤纸。

6.13 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。

7 试样的制备

按 GB/T 2007.1 方法取样,样品应均匀且具有代表性。样品经破碎、粉磨后采用四分法或缩分器将试样缩分至约 100 g,经 150 μm 方孔筛(6.2)筛析后,除去杂物,必要时用磁铁吸去筛余物中金属铁,将筛余物经过研磨后使其全部通过孔径为 150 μm 方孔筛(6.2),充分混匀,装入干净、干燥的试样瓶中,密封保存,供测定用。

应快速地进行水泥熟料试样的制备,以防止吸潮。分析水泥熟料试样前,不应烘干试样。

8 游离二氧化硅的测定——磷酸分解-氢氟酸处理称量法(基准法)

8.1 原理

用磷酸分解试样中的硅酸盐矿物,而游离二氧化硅基本不溶解,经过滤、灼烧后称量。用氢氟酸处理后,使不溶渣中的二氧化硅与氢氟酸反应生成四氟化硅气体。再经高温灼烧恒量,失去的质量即为游离二氧化硅的质量。当有争议时以磷酸分解-氢氟酸处理称量法为准。

8.2 分析步骤

8.2.1 磷酸分解试样

称取约 0.5 g 试样(m_1),精确至 0.000 1 g,置于 250 mL 干燥的高型烧杯中。加入 10 mL 水,搅拌 5 min ~ 10 min,使试样完全分散。边搅拌边沿杯壁加入 30 mL 磷酸,反着盖上表面皿或短颈漏斗,然后在电炉上加热煮沸并微沸 20 min。取下冷却至 50 °C ~ 60 °C,用水冲洗表面皿或短颈漏斗,再加入 150 mL 60 °C ~ 70 °C 的热水,在搅拌后加入 10 mL 氟硼酸,在 50 °C 的恒温水浴(6.11)中保温 30 min,其间搅拌 2 次。加入少许滤纸浆(5.32),趁热用慢速滤纸过滤,用胶头擦棒和一小片定量滤纸擦洗烧杯及玻璃棒,用热水冲洗烧杯 3 次将不溶渣转移至漏斗中,再用热的盐酸(1+1)洗涤不溶渣和滤

纸3次,然后用热的硝酸-氨水混合溶液(5.14)洗涤至少14次,每次等上次洗液漏完后再洗涤下次。

将不溶渣连同滤纸移入铂坩埚(6.3)中,盖上坩埚盖(留有缝隙),在电炉(6.7)上灰化完全后,置于950℃~1 000℃的高温炉(6.6)内灼烧1 h,取出铂坩埚(6.3),置于干燥器(6.8)中冷却至室温,称量,或者反复灼烧直至恒量(m_2)。

8.2.2 氢氟酸分解不溶渣

沿铂坩埚(6.3)壁中加入少量水润湿不溶渣,加入10滴硫酸(1+1)和10 mL氢氟酸,放入通风橱内的电炉上低温加热蒸发至冒白烟,取下坩埚,稍冷后再加入5 mL氢氟酸,低温加热蒸干至白烟冒尽。盖上坩埚盖(留有缝隙),将坩埚放入950℃~1 000℃的高温炉(6.6)内灼烧30 min以上,取出坩埚,置于干燥器(6.8)中冷却至室温,称量,或者反复灼烧直至恒量(m_3)。

8.3 结果的计算与表示

游离二氧化硅的质量分数 $w(f_{\text{SiO}_2})$ 按式(3)计算:

$$w(f_{\text{SiO}_2}) = \frac{(m_2 - m_3) - (m_{02} - m_{03})}{m_1} \times 100 \dots\dots\dots (3)$$

式中:

$w(f_{\text{SiO}_2})$ ——游离二氧化硅的质量分数,%;

m_2 ——灼烧后未经氢氟酸处理的不溶渣及坩埚的质量,单位为克(g);

m_3 ——用氢氟酸处理并经灼烧后的不溶渣及坩埚的质量,单位为克(g);

m_{02} ——空白试验灼烧后未经氢氟酸处理的不溶渣及坩埚的质量,单位为克(g);

m_{03} ——空白试验用氢氟酸处理并经灼烧后的不溶渣及坩埚的质量,单位为克(g);

m_1 ——试料的质量,单位为克(g)。

9 游离二氧化硅的测定——磷酸分解-硅钼蓝分光光度法(代用法)

9.1 原理

用磷酸分解试样中的硅酸盐矿物,而游离二氧化硅基本不溶解,经过滤、灰化后用碳酸钠-硼砂混合溶剂熔融不溶渣,用分光光度法进行测定。此方法适用于游离二氧化硅质量分数不大于5%的试样。

9.2 分析步骤

9.2.1 碳酸钠-硼砂熔融不溶渣

磷酸分解试样的步骤同8.2.1(高温灼烧不溶渣,可不至恒量),在灰化后的铂坩埚(6.3)中,加入3 g碳酸钠-硼砂混合熔剂(5.19),混匀,然后以1 g碳酸钠-硼砂混合熔剂(5.19)擦洗玻璃棒,并覆盖在试样表面。盖上坩埚盖(留有缝隙),从低温开始逐渐升高温度,至气泡停止发生后,在950℃~1 000℃的高温炉(6.6)内继续熔融5 min。再用包铂头坩埚钳(6.4)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,将坩埚及盖一放入已加热至微沸的盛有100 mL硝酸(1+6)的300 mL玻璃烧杯中,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。将溶液冷却至室温,移入250 mL的容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

9.2.2 硅钼蓝分光光度法

从9.2.1溶液中吸取一定量的溶液放入100 mL容量瓶中,加水稀释至40 mL,依次加入5 mL盐酸(1+10)、8 mL乙醇(5.13)、6 mL钼酸铵溶液(5.26),摇匀。放置30 min后,加入20 mL盐酸(1+1)、

5 mL 抗坏血酸溶液(5.27),用水稀释至标线,摇匀。常温下放置 1 h 后,用分光光度计(6.10),10 mm 比色皿,以水作参比,于波长 660 nm 处测定溶液的吸光度,在工作曲线(5.28.2)上查出二氧化硅的含量(m_1)。

注:溶液的分取量视游离二氧化硅的含量而定。

9.3 结果的计算与表示

游离二氧化硅的质量分数 $w(f_{\text{SiO}_2})$ 按式(4)计算:

$$w(f_{\text{SiO}_2}) = \frac{m_1 \times n}{m_1 \times 1\,000} \times 100 \quad \dots\dots\dots (4)$$

式中:

$w(f_{\text{SiO}_2})$ ——游离二氧化硅的质量分数, %;

m_1 ——按 9.2.2 测定的扣除空白试验值后分取溶液中二氧化硅的含量,单位为毫克(mg);

n ——全部试样溶液与所分取试样溶液的体积比;

m_1 ——试料的质量,单位为克(g)。

10 游离二氧化硅的测定——磷酸分解-氟硅酸钾容量法(代用法)

10.1 原理

用磷酸分解试样中的硅酸盐矿物,而游离二氧化硅基本不溶解,经过滤、灰化后用碳酸钾或者氢氧化钾熔融不溶渣,采用氟硅酸钾法进行测定。

10.2 分析步骤

10.2.1 分解不溶渣

10.2.1.1 碳酸钾熔融不溶渣

磷酸分解试样的步骤同 8.2.1(高温灼烧不溶渣,可不至恒量),在灰化后的铂坩埚(6.3)中,加入 3 g 无水碳酸钾(5.20),用玻璃棒搅匀。盖上坩埚盖(留有缝隙),于 950 °C ~ 1 000 °C 下熔融 5 min ~ 10 min。冷却后,用热水将熔融物浸出于 300 mL 塑料烧杯中,并洗净坩埚及盖(溶液体积控制在 50 mL 左右)。然后在搅拌下加入 20 mL 硝酸,冷却至 30 °C 以下。

10.2.1.2 氢氧化钾熔融不溶渣

磷酸分解试样的步骤同 8.2.1(不必高温灼烧不溶渣至恒量),但采用在镍坩埚(6.5)中灰化完全后,加入 4 g ~ 5 g 氢氧化钾(5.21),盖上坩埚盖(留有缝隙),放在电炉(6.7)上加热熔融 30 min 左右,其间摇动 1 次 ~ 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(溶液体积控制在 50 mL 左右),然后在搅拌下加入 20 mL 硝酸,冷却至 30 °C 以下。

10.2.2 中和滴定

在 10.2.1.1 或 10.2.1.2 溶液中,加入固体氯化钾(5.22),搅拌、压碎大颗粒至溶液饱和,且过量少量氯化钾,加入 10 mL 氟化钾溶液(5.25),适量加入固体氯化钾(5.22),搅拌、压碎大颗粒氯化钾,使其完全饱和,并有约 2 g 固体氯化钾析出,在 10 °C ~ 26 °C 下放置 15 min ~ 20 min,其间搅拌 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(5.23)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,沿杯壁加入温度在 30 °C 以下的 10 mL 氯化钾-乙醇溶液(5.24)及 1 mL 酚酞指示剂溶液(5.31),将

滤纸展开,用氢氧化钠标准滴定溶液(5.29)中和未洗净的酸,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(5.29)滴定至微红色(V_2)。

10.3 结果的计算与表示

游离二氧化硅的质量分数 $w(f_{\text{SiO}_2})$ 按式(5)计算:

$$w(f_{\text{SiO}_2}) = \frac{T_{\text{SiO}_2} \times (V_2 - V_{02})}{m_1 \times 1\,000} \times 100 \dots\dots\dots (5)$$

式中:

- $w(f_{\text{SiO}_2})$ —— 游离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_2 —— 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_{02} —— 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_1 —— 试料的质量, 单位为克(g)。

11 允许差

同一实验室和不同实验室的两次结果的允许差应符合表 1 规定。如超出允许范围,应进行第三次测定,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。

本文件所列允许差均为绝对偏差,以质量分数(%)表示。

表 1 游离二氧化硅测定结果的允许差

游离二氧化硅含量范围/%	同一实验室允许差/%	不同实验室允许差/%
≤5.0	0.20	0.30
>5.0	0.50	1.00

