

ICS

备案号:22943—2008

JC

中华人民共和国建材行业标准

JC/T 1073—2008

水泥中氯离子的化学分析方法

Methods for chemical analysis of chloride for cement

2008-02-01 发布

2008-07-01 实施



中华人民共和国国家发展和改革委员会 发布

前 言

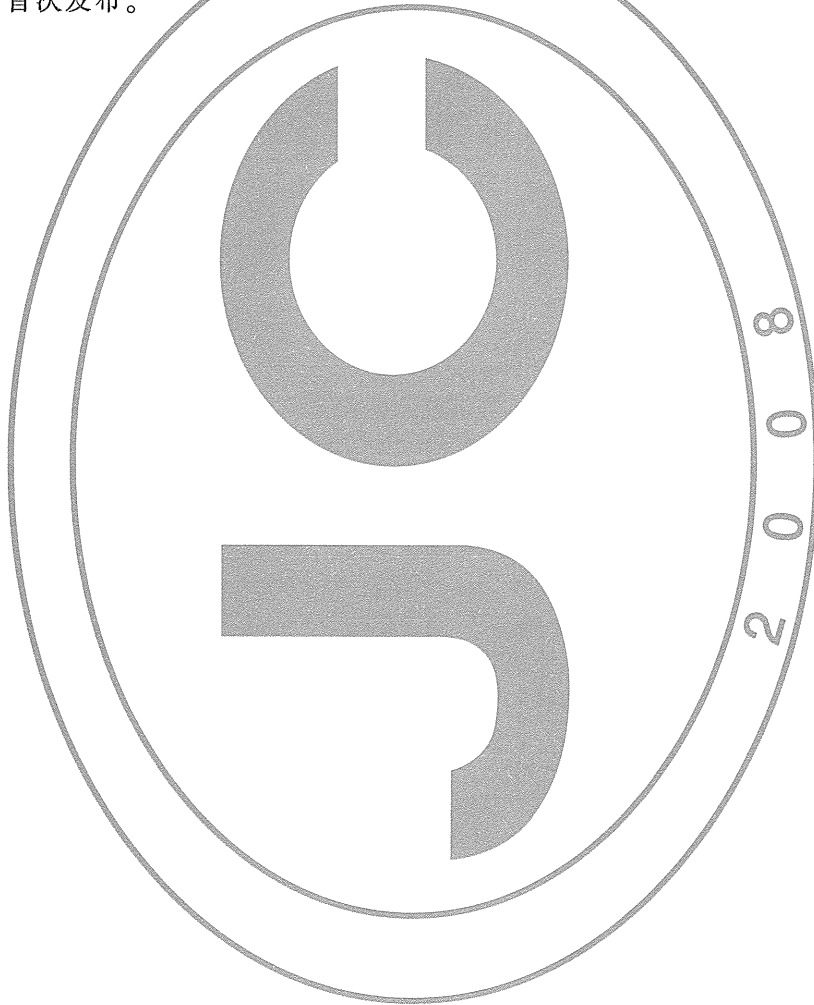
本标准由中国建筑材料联合会提出。

本标准由全国水泥标准化技术委员会归口。

本标准起草单位：中国建筑材料科学研究总院、中国建筑材料检验认证中心。

本标准主要起草人：崔健、倪竹君、温玉刚、刘文长、黄小楼、王瑞海。

本标准为首次发布。



水泥中氯离子的化学分析方法

1 范围

本标准规定了硫氰酸铵容量法(基准法)及磷酸蒸馏-汞盐滴定法(代用法)测定水泥中氯离子的化学分析方法。

本标准适用于通用硅酸盐水泥及指定采用本标准的其它材料。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件,其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本标准,然而,鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件,其最新版本适用于本标准。

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 12573 水泥取样方法

3 试验的基本要求

3.1 试验次数

每项测定的试验次数规定为两次,用两次试验平均值表示测定结果。

3.2 质量、体积、滴定度和结果的表示

质量以克表示,精确至 0.000 1 g。滴定管体积用“毫升(mL)”表示精确至 0.05 mL。滴定度单位用“毫克每毫升表示(mg/mL)”,滴定度经修约后保留有效数字三位。

氯离子测试结果以质量分数计,数值以%表示,计算结果表示至小数点后三位。

3.3 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 试样的制备

试样应具有代表性和均匀性。水泥的取样方法按 GB/T 12573 进行,由实验室试样缩分后的试样应不少于 200 g。以四分法或缩分器将试样缩减至不少于 50 g,然后研磨至全部通过 0.080 mm 方孔筛,将试样充分混匀,装入试样瓶中,密封保存,供测定用。其余作为原样密封保存备用。

5 试剂和材料

除另有说明外,所用试剂应不低于分析纯。用于标定与配制标准溶液的试剂应为基准试剂。所用水应符合 GB/T 6682 中规定的三级水要求。

本标准所列市售浓液体试剂的密度指 20℃ 的密度。

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,例如硝酸(1+2)表示:1 份体积的浓硝酸与 2 份体积的水相混合。

5.1 硝酸 (HNO₃),密度 1.39 g/cm³~1.41 g/cm³ 或质量分数 65%~68%。

5.2 磷酸 (H₃PO₄),密度 1.68 g/cm³ 或质量分数 ≥85%。

5.3 乙醇 (C₂H₅OH),体积分数 95%或无水乙醇。

5.4 过氧化氢 (H₂O₂),质量分数 30%。

5.5 硝酸 1+2。

5.6 硝酸 1+100。

5.7 氢氧化钠 (NaOH)溶液 [c(NaOH)=0.5 mol/L]

将 2 g 氢氧化钠溶于 100 mL 水中。

5.8 硝酸溶液 [c(HNO₃)=0.5 mol/L]

取 3 mL 硝酸(5.1),用水稀释至 100 mL。

5.9 硝酸银标准溶液 [c(AgNO₃)=0.05 mol/L]

称取 8.494 0 g 硝酸银(AgNO₃)溶于水,转移至 1 L 容量瓶中,用水洗净烧杯并稀释至标线,摇匀。避光保存。

5.10 硫氰酸铵标准滴定溶液 [c(NH₄SCN)=0.05 mol/L]

称取 3.8 g 硫氰酸铵(NH₄SCN)溶于水,稀释到 1 L。

5.11 氯离子标准溶液

准确称取 0.329 7 g 已在 130~150℃烘过 2 h 的氯化钠,溶于少量水中,然后移入 1 L 容量瓶中,用水稀释至标线,摇匀。1 mL 此溶液含 0.2 mg 氯离子。

吸取上述溶液 50.00 mL,移入 250 mL 容量瓶中,用水稀释至标线,摇匀。1 mL 此溶液含 0.04 mg 氯离子。

5.12 硝酸汞标准滴定溶液 [c(Hg(NO₃)₂)=0.001 mol/L]

5.12.1 硝酸汞标准滴定溶液 [c(Hg(NO₃)₂)=0.001 mol/L]的配制

称取 0.34 g 硝酸汞[Hg(NO₃)₂·1/2H₂O],溶于 10 mL 硝酸(5.8)中,移入 1 L 容量瓶内,用水稀释至标线,摇匀。

5.12.2 硝酸汞标准滴定溶液 [c(Hg(NO₃)₂)=0.001 mol/L]的标定

用微量滴定管准确加入 5.00 mL 浓度为 0.04 mg/mL 氯离子标准溶液(5.11)于 50 mL 锥形瓶中,加入 20 mL 乙醇(5.3)及 1~2 滴溴酚蓝指示剂(5.16),用氢氧化钠溶液(5.7)调至溶液呈蓝色,然后用硝酸(5.8)调至溶液刚好变黄,再过量 1 滴(pH 约为 3.5),加入 10 滴二苯偶氮碳酰肼指示剂(5.17),用硝酸汞标准滴定溶液滴定至紫红色出现。

同时进行空白试验。使用相同量的试剂,不加入氯离子标准溶液,按照相同的测定步骤进行试验。

硝酸汞标准滴定溶液对氯离子的滴定度按式(1)计算:

$$T_{Cl^-} = \frac{0.04 \times 5.00}{V_2 - V_1} = \frac{0.2}{V_2 - V_1} \dots\dots\dots(1)$$

式中:

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

V_2 ——标定时消耗硝酸汞标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

V_1 ——空白试验消耗硝酸汞标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

0.04 ——氯离子标准溶液的浓度,单位为毫克每毫升(mg/mL);

5.00 ——加入氯离子标准溶液的体积,单位为毫升(mL)。

5.13 硝酸汞标准滴定溶液 [c(Hg(NO₃)₂)=0.005 mol/L]

5.13.1 硝酸汞标准滴定溶液 [c(Hg(NO₃)₂)=0.005 mol/L]的配制

称取 1.67 g 硝酸汞[Hg(NO₃)₂·1/2H₂O],溶于 10 mL 硝酸(5.8)中,移入 1 L 容量瓶内,用水稀释至标线,摇匀。

5.13.2 硝酸汞标准滴定溶液 [c(Hg(NO₃)₂)=0.005 mol/L]的标定

用微量滴定管准确加入 7.00 mL、0.2 mg/mL 氯离子标准溶液(5.11)于 50 mL 锥形瓶中,以下操作按 5.12.2 步骤进行。

同时进行空白试验。使用相同量的试剂,不加入氯离子标准溶液,按照相同的测定步骤进行试验。

硝酸汞标准滴定溶液对氯离子的滴定度按式(2)计算:

$$T_{Cl^-} = \frac{0.2 \times 7.00}{V_4 - V_3} = \frac{1.4}{V_4 - V_3} \dots\dots\dots(2)$$

式中:

- T_{Cl^-} ——硝酸汞标准滴定溶液对氯离子的滴定度,单位为毫克每毫升(mg/mL);
- V_4 ——标定时消耗硝酸汞标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);
- V_3 ——空白试验消耗硝酸汞标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);
- 0.2 ——氯离子标准溶液的浓度,单位为毫克每毫升(mg/mL);
- 7.00 ——加入氯离子标准溶液的体积,单位为毫升(mL)。

5.14 硝酸银溶液(5 g/L)

将 5 g 硝酸银(AgNO₃)溶于 1 L 水中。

5.15 硫酸铁铵指示剂溶液 [NH₄Fe(SO₄)₂·12H₂O]

100 mL 硫酸铁铵的过饱和溶液加入 10 mL 稀硝酸(5.5)。

5.16 溴酚蓝指示剂溶液(1 g/L)

将 0.1 g 溴酚蓝溶于 100 mL 乙醇(1+4)中。

5.17 二苯偶氮碳酰肼溶液(10 g/L)

将 1 g 二苯偶氮碳酰肼溶于 100 mL 乙醇(5.3)中。

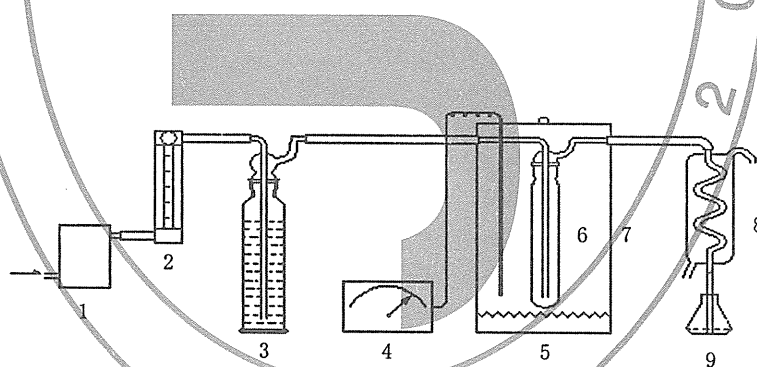
6 仪器与设备

6.1 天平

感量为 0.000 1 g。

6.2 氯离子蒸馏装置

氯离子蒸馏装置如图 1 所示。



- 1—吹气泵;
- 2—转子流量计;
- 3—洗气瓶,内装硝酸银溶液(5.14);
- 4—温控仪;
- 5—电炉;
- 6—石英蒸馏管;
- 7—炉膛保温罩;
- 8—蛇形冷凝管;
- 9—50 mL 锥形瓶。

图 1 测氯蒸馏装置示意图

7 硫氰酸铵容量法(基准法)

7.1 方法提要

本方法测定除氟以外的卤素含量,以氯离子(Cl^-)表示结果。试样用煮沸的稀硝酸进行分解。同时消除硫化物的干扰。用已知量的硝酸银标准溶液使已溶解的氯化物沉淀。煮沸后,沉淀物用稀硝酸洗涤。将滤液和洗涤液冷却至 25℃ 以下,以铁(III)盐为指示剂,用硫氰酸铵标准滴定溶液滴定过量的硝酸银。

7.2 分析步骤

称取 5 g(± 0.0500 g)试样(m_1),精确至 0.000 1 g,放入 400 mL 烧杯中,加 50 mL 水,用玻璃棒搅拌,加入 50 mL 硝酸(5.5),将混合物加热至沸,不停搅拌并煮沸 1~2 min。用移液管移取 5.00 mL 硝酸银标准溶液(5.9)于溶液中,煮沸 1~2 min,用预先以稀硝酸(5.6)冲洗过的慢速滤纸过滤,滤液置于 500 mL 锥形瓶中,用稀硝酸(5.6)洗涤烧杯、玻璃棒和滤纸,直至滤液和洗液总体积达到约 200 mL,溶液在弱光线或暗处冷却至 25℃ 以下。

加入 5 mL 硫酸铁铵指示剂溶液(5.15),用硫氰酸铵标准滴定溶液滴定(5.10),同时充分摇动,直至滴入一滴溶液后产生的淡红棕色在摇动下不消失为止。记录滴定所用硫氰酸铵标准滴定溶液的体积(V_5)。如果 V_5 小于 0.5 mL,用减少一半的试样质量重新试验。

不加入试样按上述步骤进行空白试验。

7.3 结果表示与计算

氯离子的含量按式(3)计算:

$$w_{\text{Cl}^-} = \frac{1.773 \times 5.00(V_6 - V_5)}{1000 \times V_6 \times m_1} \times 100 = 0.8865 \times \frac{(V_6 - V_5)}{V_6 \times m_1} \quad (3)$$

式中:

w_{Cl^-} —— 氯离子的质量分数, %;

V_5 —— 滴定所消耗的硫氰酸铵溶液的体积,单位为毫升(mL);

V_6 —— 空白试验滴定所消耗的硫氰酸铵溶液的体积,单位为毫升(mL)。

m_1 —— 试样的质量,单位为克(g);

1.773 —— 硝酸银标准溶液对氯离子的滴定度,单位为毫克每毫升(mg/mL)

8 磷酸蒸馏-汞盐滴定法(代用法)

8.1 方法提要

用规定的蒸馏装置在 250℃~260℃ 温度条件下,以过氧化氢和磷酸分解试样,以净化空气做载体,进行蒸馏分离氯离子,用稀硝酸作吸收液,蒸馏 10 min~15 min 后,用乙醇吹洗冷凝管及其下端于锥形瓶内,乙醇的加入量占 75%(体积分数)以上。在 pH3.5 左右,以二苯偶氮碳酰肼为指示剂,用硝酸汞标准滴定溶液进行滴定。

8.2 分析步骤

向 50 mL 锥形瓶中加入约 3 mL 水及 5 滴硝酸(5.8),放在冷凝管下端用以承接蒸馏液,冷凝管下端的硅胶管插于锥形瓶的溶液中。

称取约 0.3 g(m_2)试样,精确至 0.000 1 g,置于已烘干的石英蒸馏管中,勿使试样粘附于管壁。

向蒸馏管中加入 5 滴过氧化氢溶液(5.4),摇动后加入 5 mL 磷酸(5.2),套上磨口塞,摇动待试样分解产生的二氧化碳气体大部分逸出后,将固定架套在石英蒸馏管上,并将其置于温度 250℃~260℃ 的测氯蒸馏装置(6.2)炉膛内,迅速地以硅橡胶管连接好蒸馏管的进出口部分(先连出气管,后连进气管),盖上炉盖。

开动气泵,调节气流速度在 100 mL/min~200 mL/min,蒸馏 10 min~15 min 后关闭气泵,拆下连接管,取出蒸馏管置于试管架内。

用乙醇(5.3)吹洗冷凝管及其下端于锥形瓶内(乙醇用量约为 15 mL)。由冷凝管下部取出承接蒸馏

液的锥形瓶,向其中加入 1~2 滴溴酚蓝指示剂(5.16),用氢氧化钠溶液(5.7)调至溶液呈蓝色,然后用硝酸(5.8)调至溶液刚好变黄,再过量 1 滴,加入 10 滴二苯偶氮碳酰肼指示剂(5.17),用硝酸汞标准滴定溶液(5.12)滴定至紫红色出现。

氯离子含量为 0.2%~1%时,蒸馏时间应为约 15 min~20 min;用硝酸汞标准滴定溶液(5.13) [c(Hg(NO₃)₂)=0.005 mol/L]进行滴定。

进行试样分析时,应同时进行空白试验,并对测定结果加以校正。

8.3 结果表示与计算

氯离子的含量按式(4)计算:

$$w_{Cl^-} = \frac{T_{Cl^-} \times (V_8 - V_7)}{m_2 \times 1000} \times 100 \dots\dots\dots(4)$$

式中:

- w_{Cl^-} ——氯离子的质量分数, %;
- T_{Cl^-} ——硝酸汞标准滴定溶液对氯离子的滴定度,单位为毫克每毫升(mg/mL);
- V_7 ——空白试验消耗硝酸汞标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);
- V_8 ——滴定时消耗硝酸汞标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);
- m_2 ——试样的质量,单位为克(g)。

9 允许差

本标准所列允许差均为绝对偏差,用百分数表示。

同一试验室的允许差是指:同一分析试验室同一分析人员(或两个分析人员),采用本标准方法分析同一试样时,两次分析结果应符合允许差规定。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。

不同试验室的允许差是指:两个试验室采用本标准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规定。

氯离子测定结果的允许差见表 1。

表 1 氯离子测定结果的允许差

氯离子含量范围	同一试验室的允许差%	不同试验室的允许差%
$w_{Cl^-} \leq 0.10$	0.002	0.003
$0.10 < w_{Cl^-} \leq 0.30$	0.010	0.015
$w_{Cl^-} > 0.30$	0.020	0.030

中 华 人 民 共 和 国
建 材 行 业 标 准
水 泥 中 氯 离 子 的 化 学 分 析 方 法
JC/T 1073—2008

*

中国建材工业出版社出版
建筑材料工业技术监督研究中心
(原国家建筑材料工业局标准化研究所)发行
新华书店北京发行所发行 各地新华书店经售
地矿经研院印刷厂印刷

版权所有 不得翻印

*

开本 880×1230 1/16 印张 0.75 字数 15 千字
2008 年 7 月第一版 2008 年 7 月第一次印刷
印数 1—500

书号:1580227·191

*

编号:0542

网址:www.standardenjc.com 电话:(010)51164708
地址:北京朝阳区管庄东里建材大院北楼 邮编:100024
本标准如出现印装质量问题,由发行部负责调换。