

国家标准、行业标准编制说明

《中华人民共和国标准化法》将中国标准分为国家标准、行业标准、地方标准(DB)、企业标准(Q/)四级。

国际标准由国际标准化组织(ISO)理事会审查,ISO理事会接纳国际标准并由中央秘书处颁布;

国家标准在中国由国务院标准化行政主管部门制定,

行业标准由国务院有关行政主管部门制定,

企业生产的产品没有国家标准和行业标准的,应当制定企业标准,作为组织生产的依据,并报有关部门备案。

法律对标准的制定另有规定,依照法律的规定执行。

制定标准应当有利于合理利用国家资源,推广科学技术成果,提高经济效益,保障安全和人民身体健康,保护消费者的利益,保护环境,有利于产品的通用互换及标准的协调配套等。

中国标准按内容划分有基础标准(一般包括名词术语、符号、代号、机械制图、公差与配合等)、产品标准、辅助产品标准(工具、模具、量具、夹具等)、原材料标准、方法标准(包括工艺要求、过程、要素、工艺说明等);按成熟程度划分有法定标准、推荐标准、试行标准、标准草案。

一份国标通常有封面、前言、正文三部分组成。

标准号:标准号至少由标准的代号、编号、发布年代三部分组成。

标准状态:自标准实施之日起,至标准复审重新确认、修订或废止的时间,称为标准的有效期;又称标龄。

归口单位:实际上就是指按国家赋予该部门的权利和承担的责任、各司其责,按特定的管理渠道对标准实施管理。

替代情况:替代情况在标准文献里就是新的标准替代原来的旧标准。即在新标准发布即日起,原替代的旧标准作废。另外有种情况是某项标准废止了,而没有新的标准替代的。

实施日期:标准实施日期是有关行政部门对标准批准发布后生效的时间。

提出单位:指提出建议实行某条标准的部门。

起草单位:负责编写某项标准的部门。

ICS 91.100.15
Q 12
备案号:22930—2008

JC

中华人民共和国建材行业标准

JC/T 1060—2007

硅酸盐建材制品中废渣掺量测定方法

Test methods for waste residue in silicate building material products

2007-09-22 发布

2008-04-01 实施

中华人民共和国国家发展和改革委员会 发布



前 言

本标准的附录 A、附录 B、附录 C 为规范性附录。

本标准由中国建筑材料工业协会提出。

本标准由全国水泥制品标准化技术委员会归口。

本标准负责起草单位：辽宁省建筑材料科学研究所。

本标准参加起草单位：贵州省建筑材料行业产品质量监督站、山东省水泥质量监督检验站、沈阳建宝丽新型建材有限公司、沈阳皇姑粉煤灰建材有限公司、中美合资沈阳福兴现代建材有限公司、沈阳市岩砂晶建材有限公司、铁法煤业集团建筑材料有限责任公司、铁岭铁新水泥有限公司。

本标准主要起草人：李莉、蒲波、邱连强、祝培治、倪有军、孙秀兰、王莉娜、夏莉娜、高名顺、俞志强、吕铮、迟政权、黄海滨、刘晓哲、刘艳华。

本标准委托辽宁省建筑材料科学研究所负责解释。

本标准首次发布。

硅酸盐建材制品中废渣掺量测定方法

1 范围

本标准规定了硅酸盐建材制品中废渣掺量的测定方法。

本标准适用于硅酸盐建材制品中掺加的粉煤灰,磷石膏,钢渣,煤矸石等废渣含量的测定。

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 176—1996 水泥化学分析方法

GB/T 1871.1—1995 磷矿石和磷精矿中五氧化二磷含量的测定 磷钼酸喹啉重量法和常量法

GB/T 8170 数值修约规则

GB/T 16753—1997 硅酸盐建筑制品术语

3 术语和定义

GB/T 16573—1997 确立的以及下列术语和定义适用于本标准。

3.1 废渣 waste residue

工矿企业生产过程中产生的可用于生产硅酸盐建材制品的固体废弃物。

4 方法原理

通过测定硅酸盐建材制品及各组分中氧化物的质量分数,根据各组分的掺加量与其氧化物的质量百分数在产品中的相关性,计算出各组分的掺量;若产品中含有特征组分,可采用特征值法测定该特征组分的掺量。

5 试验的基本要求

5.1 试验次数与要求

每项试验的次数为两次,用两次试验结果的算术平均值代表分析结果。

在进行化学分析时,先将试样在烘箱中于 105℃~110℃下烘 2 h,取出后保存于干燥器中,分析时从干燥器中取出,尽快称量,各项测定应同时进行空白试验。

5.2 结果的表示

各项分析结果均以百分数计,保留二位小数。数据处理按 GB/T 8170 的规定进行。

5.3 允许误差

本标准所列允许误差均为绝对误差,用百分数表示。

用本标准分析同一试样时,两次分析结果应符合误差规定。超出允许范围,则进行第三次测定,测定结果与前两次中任一分析结果之差符合误差规定时,则取其平均值。

5.4 灼烧

将滤纸和沉淀放入预先已灼烧至恒重的坩埚中,烘干。在氧化性气氛中慢慢灰化,不得有火焰产生,灰化至无黑色碳颗粒后,放入马弗炉中,在规定的温度下灼烧。在干燥器中冷却至室温,称量。

5.5 恒重

经第一次灼烧、冷却,称量后,通过连续对每次 15 min 的灼烧,然后冷却,当连续两次称量之差小于

0.5 mg 时,即视为达到恒重。

5.6 检查 Cl^- 离子(硝酸银检验)

按规定洗涤沉淀数次后,用数滴水淋洗漏斗的下端,用数毫升水洗涤滤纸和沉淀,将滤纸收集在试管中,加几滴硝酸银溶液(6.18),观察试管中溶液是否浑浊,继续洗涤至用硝酸银检验不再浑浊为止。

6 试剂

除非另有说明,本标准仅使用分析纯的试剂和蒸馏水或相当纯度的水,用于标定与配制标准溶液的试剂应为基准试剂。

6.1 市售试剂

本标准使用的市售浓液体试剂具有下列质量百分数(%)或密度(ρ)(20℃,单位 g/cm^3):

——盐酸(HCl)	36%~38% 或 $1.18 \text{ g}/\text{cm}^3 \sim 1.19 \text{ g}/\text{cm}^3$
——硝酸(HNO_3)	65%~68% 或 $1.39 \text{ g}/\text{cm}^3 \sim 1.41 \text{ g}/\text{cm}^3$
——硫酸(H_2SO_4)	95%~98% 或 $1.84 \text{ g}/\text{cm}^3$
——磷酸(H_3PO_4)	85% 或 $1.68 \text{ g}/\text{cm}^3$
——氨水($\text{NH}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$)	25%~28% 或 $0.90 \text{ g}/\text{cm}^3 \sim 0.91 \text{ g}/\text{cm}^3$
——高氯酸(HClO_4)	70%~72% 或 $1.60 \text{ g}/\text{cm}^3$

分析步骤中,所用酸或氨水,凡未注明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+1)表示:1份体积的浓盐酸与1份体积的水相混合。

6.2 盐酸(1+1);(1+2);(1+10);(3+97)。

6.3 硝酸(1+9)。

6.4 硫酸(1+2);(1+4);(1+9);(5+95)。

6.5 磷酸(1+1)。

6.6 过氧化氢(1+1)。

6.7 氨水(1+1);(1+2)。

6.8 氯化铵(NH_4Cl)。

6.9 氢氧化钠(NaOH)。

6.10 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保存。

6.11 无水碳酸钠—四硼酸钠混合溶剂:将1份无水碳酸钠与1份四硼酸钠(配制时先脱水)研细混匀。

6.12 钼酸铵[(NH_4)₄ $\text{Mo}_7\text{O}_{24} \cdot 4\text{H}_2\text{O}$]。

6.13 抗坏血酸(5 g/L):将0.5 g 抗坏血酸溶于100 mL 水中,过滤后使用,用时现配。

6.14 氢氧化钾溶液(200 g/L):将200 g 氢氧化钾溶于水中,加水稀释至1L,贮于塑料瓶中。

6.15 pH 4.3 的缓冲溶液:将42.3 g 无水乙醇钠(CH_3COONa)溶于水中,加入80 mL 冰乙酸(CH_3COOH),用水稀释至1 L,摇匀。

6.16 PAN 指示剂:将0.2 g PAN 溶于100 mL 95%(V/V)乙醇中。

6.17 焦硫酸钾($\text{K}_2\text{S}_2\text{O}_7$)。

6.18 硝酸银溶液(5 g/L):将5 g 硝酸银(AgNO_3)溶于水中,加10 mL 硝酸,用水稀释至1 L。

6.19 pH4.5 缓冲溶液:将30 mL 冰乙酸和30 g 无水醋酸钠溶于100 mL 水中,稀释至500 mL。

6.20 氯化锶(50 g/L):将152.2 g 氯化锶($\text{SrCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$)溶于水中,用水稀释至1 L,必要时过滤。

6.21 乙二胺四乙酸二钠盐(EDTA)。

6.22 无水乙醇($\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$) 98.5%(V/V)。

6.23 碳酸钙(CaCO_3)。

6.24 CMP 混合指示剂:称取1.000 g 钙黄绿素、1.000 g 甲基百里香酚蓝、0.200 g 酚酞与50 g 已在105℃烘干的硝酸钾(KNO_3)混合研细,保存在磨口瓶中。

6.25 二氧化硅(SiO_2)标准溶液。

6.25.1 标准溶液的配制

称取 0.200 0 g 经 $1\ 000^\circ\text{C}\sim 1\ 100^\circ\text{C}$ 新灼烧过 30 min 以上的二氧化硅,精确至 0.1 mg,置于铂坩埚中,加入 2 g 无水碳酸钠(6.10),搅拌均匀,在 $1\ 000^\circ\text{C}\sim 1\ 100^\circ\text{C}$ 高温下熔融 15 min。冷却,用热水将熔块浸出于盛有热水的 300 mL 塑料杯中,待全部溶解后冷却至室温,移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至标线,摇匀,移入塑料瓶中保存,此标准溶液每毫升含有 0.2 mg 二氧化硅。

吸取 10.00 mL 上述标准溶液于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至标线,摇匀,移入塑料瓶中保存。此标准溶液每毫升含有 0.02 mg 二氧化硅。

6.25.2 工作曲线的绘制

吸取每毫升 0.02 mg 二氧化硅标准溶液 0、2.00 mL、4.00 mL、6.00 mL、8.00 mL、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+11)、8 mL 95%(V/V)乙醇、6 mL 钼酸铵溶液(6.12)。放置 30 min 后,加入 20 mL 盐酸(1+1)、5 mL 抗坏血酸(6.13),用水稀释至标线,摇匀。放置 1 h 后,使用分光光度计,10 mm 比色皿,以水作参比,于 660 nm 处测定溶液的吸光度。用测得的吸光度作为相对应的二氧化硅含量的函数,绘制工作曲线。

6.26 三氧化二铁(Fe_2O_3)标准溶液

6.26.1 标准溶液的配制

称取 0.100 0 g 已于 950°C 灼烧 1 h 的三氧化二铁(高纯试剂),精确至 0.1 mg,置于 300 mL 烧杯中,依次加入 50 mL 水,30 mL 盐酸(1+1),2 mL 硝酸,低温加热至全部溶解,冷却后移入 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有 0.1 mg 三氧化二铁。

6.26.2 工作曲线的绘制

吸取每毫升含有 0.1 mg 三氧化二铁的标准溶液 0、10.00 mL、20.00 mL、30.00 mL、40.00 mL、50.00 mL 分别移入 500 mL 容量瓶中,加入 25 mL 盐酸及 10 mL 氯化锶溶液(6.20),用水稀释至标线,摇匀。将原子吸收光谱仪调节至最佳工作状态,在空气—乙炔火焰中,用铁元素空心阴极灯,于 248.3 nm 处,以水校零测定溶液的吸光度。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。

6.27 氧化镁(MgO)标准溶液

6.27.1 标准溶液的配制

称取 1.000 0 g 已于 600°C 灼烧过 1.5 h 的氧化镁,精确至 0.1 mg,置于 250 mL 烧杯中,加入 50 mL 水,再缓缓加入 20 mL 盐酸(1+1),低温加热至全部溶解,冷却后移入 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有 1.0 mg 氧化镁。

吸取 25.00 mL 上述标准溶液于 500 mL 容量瓶中,用水稀释至标线,摇匀。此标准溶液每毫升含有 0.05 mg 氧化镁。

6.27.2 工作曲线的绘制

吸取每毫升含有 0.05 mg 氧化镁的标准溶液 0、2.00 mL、4.00 mL、6.00 mL、8.00 mL、10.00 mL 分别放入 500 mL 容量瓶中,加入 30 mL 盐酸及 10 mL 氯化锶溶液(6.20),用水稀释至标线,摇匀。将原子吸收分光光度计调节至最佳工作状态,在空气—乙炔火焰中,用镁元素空心阴极灯,于 285.2 nm 处,以水校零测定溶液的吸光度。用测得的吸光度作为相对应的氧化镁含量的函数,绘制工作曲线。

6.28 碳酸钙标准溶液($C_{\text{CaCO}_3} = 0.024\ \text{mol/L}$)

称取 0.6 g(m_1)已于 $105^\circ\text{C}\sim 110^\circ\text{C}$ 烘过 2 h 的碳酸钙(CaCO_3),精确至 0.1 mg,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,加热煮沸数分钟。将溶液冷却至室温,移入 250 mL 容量瓶中,用水稀释至标线,摇匀。

6.29 EDTA 标准滴定溶液($C_{\text{EDTA}} = 0.015\ \text{mol/L}$)

6.29.1 标准滴定溶液的配制

称取约 5.6 g EDTA 置于烧杯中,加约 200 mL 水,加热溶解,过滤,用水稀释至 1 L。

6.29.2 标准滴定溶液浓度的标定

吸取 25.00 mL 碳酸钙标准溶液(6.28)于 400 mL 烧杯中,加水稀释至约 200 mL,加入适量的 CMP (6.24)混合指示剂,在搅拌下加入氢氧化钾溶液(6.14)至出现绿色荧光后再过量 2 mL~3 mL,以 EDTA 标准滴定溶液滴定至荧光消失并呈现红色。

EDTA 标准滴定溶液的浓度 C_{EDTA} 按式(1)计算:

$$C_{EDTA} = \frac{m_1 \times 25 \times 1\,000}{250 \times v_1 \times 100.9} = \frac{m_1}{v_1 \times 1.009} \dots\dots\dots (1)$$

式中:

- C_{EDTA} ——EDTA 标准滴定溶液的浓度,单位为摩尔每升(mol/L);
- v_1 ——滴定时消耗 EDTA 标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);
- m_1 ——按 4.40 配制碳酸钙标准溶液的碳酸钙的质量,单位为克(g);
- 100.09——CaCO₃ 的摩尔质量,单位为克每摩尔(g/mol)。

计算结果表示到小数点后两位。

6.30 硫酸铜标准滴定溶液($C_{CuSO_4} = 0.015 \text{ mol/L}$)

6.30.1 标准滴定溶液的配制

将 3.7 g 硫酸铜(CuSO₄ · 5 H₂O)溶于水中,加入 4 滴~5 滴硫酸(1+1),用水稀释至 1L,摇匀。

6.30.2 EDTA 标准滴定溶液与硫酸铜标准滴定溶液体积比的标定

从滴定管缓慢放出 10 mL~15 mL($C_{EDTA} = 0.015 \text{ mol/L}$)EDTA 标准滴定溶液于 400 mL 烧杯中,用水稀释至约 150 mL,加 15 mL pH 4.3 的缓冲溶液(6.15)加热至沸腾,取下稍冷,加 5 滴~6 滴 PAN 指示剂溶液(6.16),以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 K 按式(2)计算:

$$K = \frac{v_2}{v_3} \dots\dots\dots (2)$$

式中:

- K——每毫升硫酸铜标准滴定溶液相当于 EDTA 标准溶液的毫升数;
- v_2 ——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)。

计算结果表示到小数点后两位。

7 仪器与设备

- 7.1 天平:不低于四级,精确至 0.000 1 g。
- 7.2 铂、银或瓷坩埚:带盖,容量 15 mL~30 mL。
- 7.3 瓷蒸发皿:容量 50 mL~100 mL。
- 7.4 马弗炉:隔焰加热炉,在炉膛外围进行电阻加热。用温度控制器,准确控制温度。
- 7.5 滤纸:无灰的快速、中速、慢速三种型号滤纸。
- 7.6 玻璃容量器皿:滴定管,容量瓶,移液管。
- 7.7 磁力搅拌器:带有塑料外壳的搅拌子,配有调速和加热装置。
- 7.8 原子吸收分光光度计:带有铁、镁等空心阴极灯。
- 7.9 酸度计:带有氟离子选择性电极及饱和氯化钾甘汞电极。
- 7.10 X 射线荧光光谱仪。

8 取样

现场取样应按附录 A 进行,所抽取的产品样和组分料应有对应性,送到实验室的样品应是具有代表性的样品,将样品粉碎,过 0.080 mm 方孔筛筛析,筛余样不得废弃,需继续研磨全部过筛,用磁铁吸去金

属铁。混匀后缩分至 100 g 左右,装入带磨口的广口瓶中密封,贴上标签待测。

9 产品及各组分氧化物的测定

9.1 分析元素的选择

产品及各组分样品按附录 C 选择要分析的氧化物,必要时,下列元素以外的氧化物按 GB/T 176 进行化学分析;元素的分析也可以采用 X 射线荧光光谱法分析。

9.2 二氧化硅(SiO₂)的测定

9.2.1 方法原理

试样以无水碳酸钠(6.10)或混合熔剂(6.11)烧结,盐酸溶解,加固体氯化铵于沸水浴上加热蒸发,使硅酸凝聚。滤出的沉淀用氢氟酸处理后,失去的质量即为纯二氧化硅量,加上滤液中比色回收的二氧化硅量即为总二氧化硅量。

9.2.2 分析步骤

9.2.2.1 纯二氧化硅的测定

9.2.2.1.1 碳酸钠烧结,氯化铵重量法测定

称取约 0.3 g 试样(m_2),精确至 0.1 mg,置于铂坩埚中,在 950℃~1 000℃下灼烧 5min,冷却。用玻璃棒仔细压碎块状物,加入 0.3 g 无水碳酸钠(6.10),混匀,再将坩埚置于 950℃~1 000℃下灼烧 10 min,放冷。

将烧结块移入瓷蒸发皿中,加少量水润湿,用平头玻璃棒压碎块状物,盖上表面皿,从皿口滴入 5mL 盐酸及 2 滴~3 滴硝酸,待反应停止后取下表面皿,用平头玻璃棒压碎块状物使分解完全,用热盐酸(1+1)清洗坩埚数次,洗液合并于蒸发皿中,将蒸发皿置于水浴上,皿上放一玻璃三角架,再盖上表面皿。蒸发至糊状后,加入 1 g 氯化铵(6.8),充分搅匀,继续在沸水浴上蒸发至干。

取下蒸发皿,加入 10 mL~20 mL 热盐酸(3+97),搅拌使可溶性盐类分解。用中速滤纸过滤,用胶头扫棒以热盐酸(3+97)擦洗玻璃棒及蒸发皿,并洗涤沉淀 3 次~4 次,然后用热水充分洗涤沉淀,直至检验无氯离子为止(5.6)。滤液及洗液保存在 250 mL 容量瓶中。

在沉淀上加 3 滴硫酸(1+4),然后将沉淀连同滤纸一并移入铂坩埚中,烘干并灰化后放入 950℃~1 000℃的马弗炉(7.4)中灼烧 1h,取出坩埚置于干燥器中冷却至室温,称量。反复灼烧,直至恒重(m_3)。

向坩埚中加入数滴水润湿沉淀,加 3 滴硫酸(1+4)和 10 mL 氢氟酸,放入通风橱内电热板上缓慢蒸发至干,升高温度继续加热至三氧化硫白烟完全逸出尽。将坩埚放入 950℃~1000℃的马弗炉(7.4)内灼烧 30 min,取出坩埚置于干燥器中冷却至室温,称量。反复灼烧,直至恒重(m_4)。

9.2.2.1.2 纯二氧化硅的质量百分数 $X_{\text{纯SiO}_2}$ 按(3)式计算:

$$X_{\text{纯SiO}_2} = \frac{m_3 - m_4}{m_2} \times 100 \quad \dots\dots\dots (3)$$

式中:

$X_{\text{纯SiO}_2}$ ——纯二氧化硅的质量百分数,单位为质量百分数(%);

m_3 ——灼烧后未经氢氟酸处理的沉淀及坩埚的质量,单位为克(g);

m_4 ——用氢氟酸处理并经灼烧后的残渣坩埚的质量,单位为克(g);

m_2 ——试料的质量,单位为克(g)。

计算结果表示到小数点后两位。

9.2.2.2 经氢氟酸处理后的残渣的分解

向按 9.2.1.1 经过氢氟酸处理后得到的残渣中加入 0.3 g 焦硫酸钾(K₂S₂O₇)(6.17)熔融,熔块用热水和数滴盐酸(1+1)溶解,溶解并入按 9.2.1.1 分离二氧化硅后得到的滤液和洗液中。用水稀释至标线,摇匀。此溶液 A 用于测定滤液中残留的可溶性二氧化硅、三氧化二铝、氧化钙。

注 1:熔剂的选择根据试样或组分不同特性选择无水碳酸钠或无水碳酸钠—四硼酸钠混合熔剂。

注 2:在一般分析中,对滤液中的二氧化硅可不进行回收校正。

9.2.2.3 可溶性二氧化硅的测定

9.2.2.3.1 硅钼蓝光度法测定

从溶液 A 中吸取 25.00 mL 溶液放入 100 mL 容量瓶中,用水稀释至 40 mL,依次加入 5 mL 盐酸(1+11)、8 mL 95%(V/V)乙醇、6 mL 钼酸溶液,放置 30 min 后加入 20 mL 盐酸(1+1)、5 mL 抗坏血酸溶液,用水稀释至标线,摇匀。放置 1 h 后用分光光度计,10 mm 比色皿,以水作参比,于 660 nm 处测定溶液的吸光度。在工作曲线(6.25)上查出二氧化硅的含量(m_5)。

9.2.2.3.2 可溶性二氧化硅的质量百分数 $X_{\text{可溶SiO}_2}$ 按(4)式计算:

$$X_{\text{可溶SiO}_2} = \frac{m_5 \times 250}{m_2 \times 25 \times 1000} \times 100 = \frac{m_5}{m_2} \dots\dots\dots (4)$$

式中:

- $X_{\text{可溶SiO}_2}$ ——可溶性二氧化硅质量百分数,单位为质量百分数(%);
- m_5 ——按 9.2.3.1 测定的 100 mL 溶液中二氧化硅的含量,单位为毫克(mg);
- m_2 ——试料的质量,单位为克(g)。

计算结果表示到小数点后两位。

9.2.3 结果计算

总 SiO_2 按式(5)计算:

$$X_{\text{总SiO}_2} = X_{\text{纯SiO}_2} + X_{\text{可溶SiO}_2} \dots\dots\dots (5)$$

式中:

- $X_{\text{总SiO}_2}$ ——样品中二氧化硅的总量,单位为质量百分数(%);
- $X_{\text{纯SiO}_2}$ ——纯二氧化硅的质量百分数,单位为质量百分数(%);
- $X_{\text{可溶SiO}_2}$ ——可溶性二氧化硅质量百分数,单位为质量百分数(%)。

平行两次测定结果绝对差值不大于 0.20%。

9.3 氧化钙(CaO)的测定

9.3.1 方法原理

在 $\text{pH} \geq 13$ 的强碱性溶液中,以三乙醇胺为掩蔽剂,用钙黄氯素—甲基百里香酚蓝—酚酞混合指示剂,用 EDTA 标准滴定液滴定。

9.3.2 分析步骤

从溶液 A 中吸取 25.00 mL 溶液放入 300 mL 烧杯中,加水稀释至约 200 mL,加 5 mL 三乙醇胺(1+2)及少量的钙黄氯素—甲基百里香酚蓝—酚酞混合指示剂(6.23),在搅拌下加入氢氧化钾溶液(6.14)至出现绿色荧光后再过量 5 mL~8 mL,此时溶液在 $\text{pH} 13$ 以上,用($C_{\text{EDTA}} = 0.015 \text{ mol/L}$)标准溶液滴定至绿色荧光消失并呈现红色。

9.3.3 结果计算

氧化钙的质量百分数 X_{CaO} 按式(6)计算:

$$X_{\text{CaO}} = \frac{C_{\text{EDTA}} \times v_4 \times 56.08 \times 250}{25 \times m_2} \times 100 = \frac{C_{\text{EDTA}} \times v_4 \times 56.080}{m_2} \dots\dots\dots (6)$$

式中:

- X_{CaO} ——氧化钙的质量百分数,单位为质量百分数(%);
- m_2 ——称取试样的质量,单位为克(g);
- C_{EDTA} ——为 EDTA 标准溶液的浓度,单位为摩尔每升(mol/L);
- v_4 ——滴定时消耗的 EDTA 标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);
- 56.08——为 CaO 的相对分子质量,单位为克每摩尔(g/mol)。

平行两次测定结果绝对差值不大于 0.15%。

9.4 三氧化二铝(Al₂O₃)的测定(氟化物置换滴定法)

9.4.1 方法原理

在溶液中加入过量的 EDTA 溶液,使铝与 EDTA 配合完全,用金属标准溶液滴定过量的 EDTA,再加入氟化钠(钾)置换 Al-EDTA 配合物中的 EDTA,然后用金属盐滴定释放出来的 EDTA。

9.4.2 分析步骤

从溶液 A 中吸取 25 mL 放入 300 mL 烧杯中,加 10 mL 苦杏仁酸(10 g/L),搅拌均匀,视 Al 量而定加入过量 EDTA 标准溶液,过量 10 mL 左右为宜,加 1 滴~2 滴酚酞指示剂,滴加盐酸(1+1)至红色退去,再过量 1 滴~2 滴,加入 10 mL 乙酸-乙酸氨缓冲溶液(6.19),加热煮沸 5 分钟,取下,待溶液的温度到 80℃时,加入 4 滴~5 滴 PAN 指示剂,用 CuSO₄ 标准溶液滴定至由黄色变为稳定的紫红色(不计读数)。

向溶液中加入 1 g 氟化铵,搅匀,煮沸约 2 min,取下,再补加 2 滴~4 滴 PAN 指示剂,继而用 CuSO₄ 标准溶液滴定至由黄色变为稳定的紫红色为终点。

9.4.3 结果计算

三氧化二铝的质量百分数 X_{Al₂O₃} 按式(7)计算:

$$X_{Al_2O_3} = \frac{C_{CuSO_4} \times v_5 \times 250}{25 \times m_2 \times 1\,000} \times 50.98 \times 100 = \frac{C_{CuSO_4} \times v_5}{m_2} \times 50.98 \dots\dots\dots (7)$$

式中:

X_{Al₂O₃}——三氧化二铝的质量百分数,单位为质量百分数(%);

m₂——称取试样的质量,单位为克(g);

C_{CuSO₄}——为硫酸铜的浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

v₅——消耗的 CuSO₄ 标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL)。

平行两次测定结果绝对差值不大于 0.15%。

9.5 三氧化二铁(Fe₂O₃)的测定

9.5.1 方法原理

以铈盐消除硅、铝、钛等对铁的干扰,在空气-乙炔富燃气火焰中,于 248.33 nm 处测定吸光度。

9.5.2 分析步骤

9.5.2.1 氢氟酸-高氯酸分解

称取约 0.1 g 试样(m₆),精确至 0.1 mg,置于铂坩埚中,用 0.5 mL~1 mL 水润湿,加 5 mL~7 mL 氢氟酸和 0.5 mL 高氯酸(HClO₄),置于电热板上蒸发。近干时摇动铂坩埚以防溅失,待白色浓烟驱尽后取下冷却。加入 20 mL 盐酸(1+1),温热至溶液澄清,取下冷却。转移到 250 mL 容量瓶中,加入 5 mL 氯化铈溶液(6.20),用水稀释至标线,摇匀。此液 B 供原子吸收光谱法测定三氧化二铁、氧化镁。

9.5.2.2 三氧化二铁的测定

从 B 溶液中取用一部分(浓度高时也可以分取一部分),放入容量瓶中,视溶液中铁的浓度确定分取量,加入氯化铈溶液(6.20),使测定溶液中铈的浓度达 1 mg/mL。用水稀释至标线,摇匀。用原子吸收光谱仪,铁元素空心阴极灯,使用较小的光谱通带,较大的工作电流于 248.33 nm 处与工作曲线相同的工作条件下测定吸光度,并在工作曲线(6.26)上查出 Fe₂O₃ 的浓度。

9.5.3 结果计算

Fe₂O₃ 的质量的百分数 X_{Fe₂O₃} 按式(8)计算:

$$X_{Fe_2O_3} = \frac{c_1 \times v_6 \times f}{1\,000 \times m_6} \times 100 = \frac{c_1 \times v_6 \times f}{10 \times m_6} \dots\dots\dots (8)$$

式中:

X_{Fe₂O₃}——Fe₂O₃ 质量百分数,单位为质量百分数(%);

c₁——测定溶液中 Fe₂O₃ 的浓度,单位为毫克每毫升(mg/mL);

m_6 ——试料的质量,单位为克(g);
 v_6 ——测定溶液的体积,单位为毫升(mL);
 f ——试液的稀释倍数。
 平行两次测定结果绝对差值不大于 0.15%。

9.6 氧化镁(MgO)的测定

9.6.1 方法原理

用铈盐消除硅、铝、钛等对镁的抑制干扰,在空气—乙炔火焰中,于 284.2 nm 处测定吸光度。

9.6.2 分析步骤

从 9.4.2.1 溶液 B 吸取一定量的溶液放入容量瓶中,加入盐酸(1+1)及氯化铈溶液,使测定溶液中盐酸的浓度为 6%(V/V),铈浓度为 1 mg/mL。用水稀释至刻度线,摇匀。用原子吸收光谱仪,镁空心阴极灯,于 284.2 nm 处测定溶液的吸光度,在工作曲线(6.27)上查出氧化镁的浓度(c_2)。

9.6.3 结果计算

氧化镁的质量百分数 X_{MgO} 按式(9)计算:

$$X_{MgO} = \frac{c_2 \times v_7 \times f}{1\ 000 \times m_6} \times 100 = \frac{c_2 \times v_7 \times f}{10 \times m_6} \dots\dots\dots (9)$$

式中:

X_{MgO} ——MgO 质量百分数,单位为质量百分数(%);
 c_2 ——测定溶液中 MgO 的浓度,单位为毫克每毫升(mg/mL);
 m_6 ——试料的质量,单位为克(g);
 v_7 ——测定溶液的体积,单位为毫升(mL);
 f ——试液的稀释倍数。
 平行两次测定结果绝对差值不大于 0.15%。

10 废渣掺加量的计算

废渣掺加量按(10)式计算

$$X = A^{-1} \times B \dots\dots\dots (10)$$

式中:

X ——为产品中 n 种组分掺加量的矩阵;
 A^{-1} ——为各组分中氧化物的质量百分数组成的矩阵 A 的逆阵;
 B ——为产品中氧化物的百分数矩阵。

$$X = \begin{pmatrix} x_1 \\ x_2 \\ x_3 \\ \vdots \\ x_{n-1} \\ x_n \end{pmatrix} \quad A = \begin{pmatrix} a_{1,1} & a_{1,2} & \dots & a_{1,j} & \dots & a_{1,n} \\ a_{2,1} & a_{2,2} & \dots & a_{2,j} & \dots & a_{2,n} \\ a_{3,1} & a_{3,2} & \dots & a_{3,j} & \dots & a_{3,n} \\ \dots & \dots & \dots & \dots & \dots & \dots \\ \dots & \dots & \dots & \dots & \dots & \dots \\ a_{n-1,1} & a_{n-1,2} & \dots & a_{n-1,j} & \dots & a_{n-1,n} \\ 1 & 1 & \dots & 1 & \dots & 1 \end{pmatrix} \quad B = \begin{pmatrix} b_1 \\ b_2 \\ b_3 \\ \vdots \\ b_{n-1} \\ b_n \end{pmatrix}$$

x_j ——组成制品组分 j 的掺加量($j=1, 3, \dots, n$),单位为质量百分数(%);
 a_{ij} ——组成制品组分 j 中氧化物 i 质量百分数,单位为质量百分数(%);
 b_i ——为制品中氧化物 i 的百分数,单位为质量百分数(%);
 将列入《资源综合利用目录》各组分料的掺量相加,即为该制品中废渣的掺加量,结果精确至 0.1%。

附 录 A
(规范性附录)
废渣掺加量的采样方法

A1 硅酸盐建材制品的取样

硅酸盐建材制品的试样在产品中抽取,采用随机抽取的方法,抽样量不得少于 20 个单元(块),并将所取样品现场破碎缩分,取约 1 kg 备用。

A2 原材料组分样品的取样

所取的原材料样品,应与抽取的成(制)品样具有严格的对应性。在堆料中取样时,应在堆料中取至少 20 个点(图 1),也可按图 1 循环取样,并需铲去上层 200 mm 厚的料后再取样,每次取大致相同质量的样品;所取总样品量根据式(A1)计算得出。

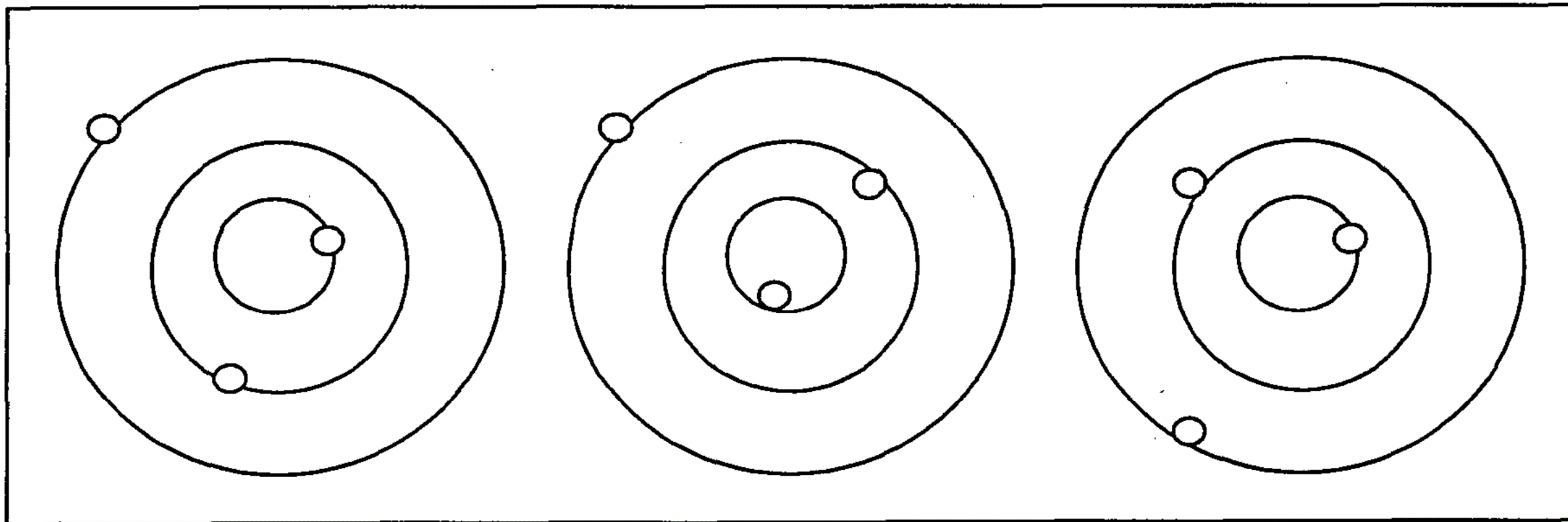


图 1

在物料传送带上取样时,每隔相同时间间隔取一次样,一般为 1 min~5 min,每次取相同质量的样品,所取总样品量根据式(A1)计算得出:

$$Q = Kd^a \dots\dots\dots (A1)$$

式中:

- Q——采集试样的最小量,单位为千克(kg);
- d——物料中最大颗粒的直径,单位为毫米(mm);
- K——经验常数,一般取 K=0.02~1;
- a——经验常数,一般取 a=1.8~2.5。

将所抽取的样品缩分至 1 kg 备用。

附录 B
(规范性附录)

特征组分掺加量的测定方法(特征值法)

B.1 方法原理

通过测定硅酸盐建材制品中某些特征氧化物的质量百分数,计算出制品中含该特征氧化物的组分掺加量的方法,称为特征值法。该法仅适用于含有某种特征组分的建材产品中该特征组分掺量的测定。

特征氧化物指硅酸盐制品某一组分中所特有的某一种氧化物或离子,特征氧化物或离子主要有五氧化二磷(P_2O_5)和氟离子(F^-)等。

B.2 硅酸盐制品特征组分掺加量的测定

B.2.1 特征氧化物或离子的质量百分数的测定

五氧化二磷的测定按 GB/T 1871.1—1995 进行,氟离子的测定按 GB/T 176—1996 进行。

B.2.2 结果计算

特征组分掺加量按(B1)计算:

$$X_i = \frac{W}{W_i} \dots\dots\dots (B1)$$

式中:

X_i ——硅酸盐制品中该特征组分 i 的掺加量,单位为质量百分数(%);

W ——硅酸盐制品该特征氧化物 A 的质量百分数,单位为质量百分数(%);

W_i ——制品中特征组分中特征物 A 的质量百分数,单位为质量百分数(%)。

附 录 C
(规范性附录)
选择测试元素的原则

C.1 具有两组分的制品中废渣含量的测定

具有两组分的废渣掺量的测定分析制品及组分中的 SiO_2 质量百分数。

C.2 具有三组分的制品中废渣含量的测定

具有三组分的废渣掺量的测定分析制品及组分中 SiO_2 和 CaO 的质量百分数。

C.3 具有四组分的制品的废渣中含量的测定

具有四组分的废渣掺量的测定分析制品及组分中 SiO_2 、 CaO 和 Al_2O_3 的质量百分数。

C.4 具有五组分及以上组分的制品中的废渣含量的测定

具有五组及以上组分的废渣掺量的测定分析制品及组分中 SiO_2 、 CaO 、 Al_2O_3 、 Fe_2O_3 、 MgO 等的质量百分数。

中华人民共和国
建材行业标准
硅酸盐建材制品中废渣掺量测定方法

JC/T 1060—2007

*

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 1 字数 28 千字
2008 年 3 月第一版 2008 年 3 月第一次印刷
印数 1—200

书号:1580227·165

*

编号:0524

网址:www.standardcnjc.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。