



中华人民共和国国家标准

GB/T 176—2017
代替 GB/T 176—2008

水泥化学分析方法

Methods for chemical analysis of cement

(ISO 29581-1:2009, Cement—Test methods—
Part 1: Analysis by wet chemistry, NEQ)

2017-12-29 发布

2018-11-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会 发布

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
水 泥 化 学 分 析 方 法

GB/T 176—2017

*

中国标准出版社出版发行
北京市朝阳区和平里西街甲2号(100029)
北京市西城区三里河北街16号(100045)

网址: www.spc.org.cn

服务热线: 400-168-0010

2017年11月第一版

*

书号: 155066·1-59088

版权专有 侵权必究

目 次

前言	V
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	2
4.1 试验次数与要求	2
4.2 质量、体积、滴定度和结果的表示	2
4.3 重复性限和再现性限	2
4.4 空白试验	2
4.5 灼烧	2
4.6 恒量	3
4.7 检查氯离子(硝酸银检验)	3
4.8 试剂总则	3
4.9 检验方法的验证	3
5 试样的制备	3
6 化学分析方法	3
6.1 试剂和材料	3
6.2 仪器与设备	20
6.3 水泥烧失量的测定——灼烧差减法	23
6.4 矿渣硅酸盐水泥烧失量的测定——校正法(基准法)	24
6.5 硫酸盐三氧化硫的测定——硫酸钡重量法(基准法)	25
6.6 不溶物的测定——盐酸-氢氧化钠处理	26
6.7 二氧化硅的测定——氯化铵重量法(基准法)	27
6.8 三氧化二铁的测定——邻菲罗啉分光光度法(基准法)	28
6.9 三氧化二铝的测定——EDTA 直接滴定铁铝含量(基准法)	29
6.10 氧化钙的测定——EDTA 滴定法(基准法)	30
6.11 氧化镁的测定——原子吸收分光光度法(基准法)	30
6.12 二氧化钛的测定——二安替比林甲烷分光光度法	31
6.13 氯离子的测定——硫氰酸铵容量法(基准法)	32
6.14 氧化钾和氧化钠的测定——火焰光度法(基准法)	32
6.15 硫化物的测定——碘量法	33
6.16 一氧化锰的测定——高碘酸钾氧化分光光度法(基准法)	34
6.17 五氧化二磷的测定——磷钼蓝分光光度法	35
6.18 二氧化碳的测定——碱石棉吸收重量法	36

6.19	氧化锌的测定——原子吸收分光光度法	36
6.20	二氧化硅的测定——氟硅酸钾容量法(代用法)	37
6.21	三氧化二铁的测定——EDTA 直接滴定法(代用法)	38
6.22	三氧化二铁的测定——原子吸收分光光度法(代用法)	38
6.23	三氧化二铝的测定——EDTA 直接滴定法(代用法)	39
6.24	三氧化二铝的测定——硫酸铜返滴定法(代用法)	39
6.25	氧化钙的测定——氢氧化钠熔样-EDTA 滴定法(代用法)	40
6.26	氧化钙的测定——高锰酸钾滴定法(代用法)	41
6.27	氧化镁的测定——EDTA 滴定差减法(代用法)	42
6.28	硫酸盐三氧化硫的测定——碘量法(代用法)	43
6.29	硫酸盐三氧化硫的测定——库仑滴定法(代用法)	44
6.30	硫酸盐三氧化硫的测定——离子交换法(代用法)	45
6.31	氯离子的测定——(自动)电位滴定法(代用法)	46
6.32	氯离子的测定——离子色谱法(代用法)	46
6.33	氧化钾和氧化钠的测定——原子吸收分光光度法(代用法)	47
6.34	一氧化锰的测定——原子吸收分光光度法(代用法)	48
6.35	氟离子的测定——离子选择电极法	48
6.36	游离氧化钙的测定——甘油法(代用法)	49
6.37	游离氧化钙的测定——乙二醇法(代用法)	49
6.38	游离氧化钙的测定——乙二醇萃取-EDTA 滴定法(代用法)	50
6.39	矿渣硅酸盐水泥烧失量的测定——校正法(代用法)	50
6.40	硅酸盐水泥生料全硫的测定	51
6.41	水泥化学分析方法测定结果的重复性限和再现性限	51
7	X 射线荧光分析方法	53
7.1	方法提要	53
7.2	试剂	53
7.3	仪器与设备	55
7.4	试样片的制备	56
7.5	校准和验证	58
7.6	结果的计算与表示	62
7.7	X 射线荧光分析方法测定结果的重复性限和再现性限	62
8	电感耦合等离子体发射光谱法	63
8.1	方法提要	63
8.2	试剂	63
8.3	仪器与设备	66
8.4	三氧化二铁、三氧化二铝、氧化镁、氧化钛、氧化钾、氧化钠、氧化锰、氧化锌、五氧化二磷的测定	66
8.5	硫酸盐三氧化硫的测定	66
8.6	电感耦合等离子体发射光谱法测定结果的重复性限和再现性限	67

附录 A (资料性附录)	电位滴定法测定氯离子时计量点的计算实例	68
附录 B (资料性附录)	碳酸盐淋洗液参考色谱条件及色谱图	69
附录 C (资料性附录)	电感耦合等离子体发射光谱法推荐使用波长	70

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准代替 GB/T 176—2008《水泥化学分析方法》，与 GB/T 176—2008 相比主要变化如下：

- 在范围中增加了电感耦合等离子体发射光谱法(见第 1 章,2008 年版第 1 章)。
- 将“在进行化学分析时,除另有说明外,应同时进行烧失量的测定”修改为“在进行化学分析时,建议同时进行烧失量的测定”(见 4.1,2008 年版 4.1)。
- 增加了“除另有说明外,标准滴定溶液的有效期为 3 个月,如果超过 3 个月,重新进行标定”(见 4.8)。
- 试样的制备“全部通过孔径为 80 μm 方孔筛”改为“全部通过孔径为 150 μm 方孔筛”。“用磁铁吸去筛余物中的金属铁”修改为“如果试样制备过程中带入的金属铁可能影响相关的化学特性的测定,用磁铁吸去筛余物中的金属铁”。在提示中增加“分析水泥和水泥熟料试样前,不需要烘干试样”(见第 5 章,2008 年版第 7 章)。
- 硫代硫酸钠标准滴定溶液的标定由“重铬酸钾标准滴定溶液”改为“碘酸钾标准滴定溶液”(见 6.1.85.2,2008 年版 5.84.2)。
- 烧失量的测定分为“水泥烧失量的测定”和“矿渣硅酸盐水泥烧失量的测定”。在矿渣硅酸盐水泥烧失量的测定中,对灼烧后试料中硫酸盐三氧化硫的测定方法做了具体规定(见 6.3、6.4、6.39,2008 年版第 8 章)。
- “三氧化硫”修改为“硫酸盐三氧化硫”(见 6.5、6.28、6.29、6.30,2008 年版第 10 章、第 30 章、第 31 章、第 33 章)。
- 硫酸盐三氧化硫的测定——硫酸钡重量法(基准法)中,试样分解时间由“微沸(5 \pm 0.5) min”修改为“微沸 5 min~10 min”(见 6.5,2008 年版第 10 章)。
- 不溶物的测定——盐酸-氢氧化钠处理中,在“用热的硝酸铵溶液充分洗涤残渣和滤纸至少 14 次”后增加“每次等上次洗液漏完后再洗涤下次”(见 6.6,2008 年版第 9 章)。
- 二氧化硅的测定——氯化铵重量法(基准法)中,二氧化硅沉淀的灼烧温度由“950 $^{\circ}\text{C}$ ~1 000 $^{\circ}\text{C}$ 的高温炉内灼烧 60 min”修改为“(1 175 \pm 25) $^{\circ}\text{C}$ 或 950 $^{\circ}\text{C}$ ~1 000 $^{\circ}\text{C}$ 的高温炉内灼烧 1 h〔有争议时,以(1 175 \pm 25) $^{\circ}\text{C}$ 灼烧的结果为准〕”(见 6.7,2008 年版第 11 章)。
- 三氧化二铁的测定,邻菲罗啉分光光度法修改为基准法,EDTA 直接滴定法修改为代用法(见 6.8、6.21,2008 年版第 12 章、第 24 章)。
- 三氧化二铝的测定,增加了 EDTA 直接滴定铁铝含量作为基准法,EDTA 直接滴定法修改为代用法(见 6.9、6.23,2008 年版第 13 章)。
- 氧化镁的测定——原子吸收分光光度法(基准法)中,增加了碳酸钠熔融试样的方法(见 6.11.2.3)。
- 氧化镁的测定——原子吸收分光光度法(基准法)氢氟酸-高氯酸分解试样中,增加了采用聚四氟乙烯器皿分解试样(见 6.11.2.1,2008 年版 15.2.1)。
- 氧化钾和氧化钠的测定——火焰光度法(基准法)分解试样中,增加了采用聚四氟乙烯器皿分解试样(见 6.14.2,2008 年版 17.2)。
- 二氧化碳的测定——碱石棉吸收重量法中,取消了分析步骤中“如果第二根 U 形管 12 的质量变化连续超过 0.001 0 g,应更换第一根 U 形管 11,并重新开始试验”(见 6.18,2008 年版第 22 章)。
- 增加了氧化锌的测定——原子吸收分光光度法(见 6.19)。

- 二氧化硅的测定——氟硅酸钾容量法(代用法)中,“加入 10 mL~15 mL 硝酸”修改为“加入 15 mL 硝酸”;“在 30 °C 以下放置 15 min~20 min”修改为“在 10 °C~26 °C 下放置 15 min~20 min”(见 6.20, 2008 年版第 23 章)。
- 三氧化二铁的测定——EDTA 直接滴定法(代用法)中,“pH 1.8~2.0”修改为“pH 1.8”(见 6.21, 2008 年版第 12 章)。
- 三氧化二铝的测定——硫酸铜返滴定法(代用法)中,增加了如果硫酸铜标准滴定溶液消耗量小于 10 mL,增加 EDTA 标准滴定溶液的加入量重新试验(见 6.24, 2008 年版第 26 章)。
- 硫酸盐三氧化硫的测定——库仑滴定法(代用法)中,“试样中除硫化物(S²⁻)和硫酸盐外,还有其他状态的硫存在时,将给测定结果造成误差。”修改为“试样中含有大量的硫化物(S²⁻)或其他状态的硫时,硫化物或其他状态的硫可能未完全被甲酸所分解,将给测定结果造成正误差,如掺入大量矿渣的水泥”(见 6.29, 2008 年版第 33 章)。
- 硫酸盐三氧化硫的测定——离子交换法(代用法)中,增加了“本方法只作为企业生产控制用”的规定(见 6.30, 2008 年版第 31 章)。
- 取消了三氧化硫的测定——铬酸钡分光光度法(代用法)(2008 年版第 32 章)。
- 增加了氯离子的测定——(自动)电位滴定法(代用法)(见 6.31)。
- 增加了氯离子的测定——离子色谱法(代用法)(见 6.32)。
- 取消了三氧化硫的测定——磷酸蒸馏-汞盐滴定法(代用法)(2008 年版第 35 章)。
- 游离氧化钙的测定——乙二醇法(代用法)中,取消了分析步骤中加热煮沸 4 min 后抽气过滤,修改为加热煮沸 5 min 后立即滴定(见 6.37, 2008 年版第 39 章)。
- 增加了游离氧化钙的测定——乙二醇萃取-EDTA 滴定法(代用法)(见 6.38)。
- 增加了矿渣硅酸盐水泥烧失量的测定——校正法(代用法)(见 6.39)。
- 增加了硅酸盐水泥生料全硫的测定(见 6.40)。
- 对水泥化学分析方法测定结果的重复性限和再现性限进行了修改(见 6.41, 2008 年版第 41 章)。
- 对 X 射线荧光分析方法中“校准曲线、方程的建立和验证”等内容进行了修改和补充(见第 7 章, 2008 年版第 40 章)。
- 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、氧化钛、氧化钾、氧化钠、一氧化锰、氧化锌、五氧化二磷、硫酸盐三氧化硫(见第 8 章)。

本标准使用重新起草法参考 ISO 29581-1:2009《水泥 试验方法 第 1 部分:湿法化学分析》编制,与 ISO 29581-1:2009 的一致性程度为非等效。

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(SAC/TC 184)归口。

本标准负责起草单位:中国建材检验认证集团股份有限公司、上海众材工程检测有限公司、中国建材检验认证集团江苏有限公司、广东省质量监督水泥检验站(广州)、天津津贝尔建筑工程试验检测技术有限公司、中国建筑材料科学研究总院。

本标准参加起草单位:国家水泥质量监督检验中心、国家节能建筑材料质量监督检验中心(湖北)、浙江方圆检测集团股份有限公司、广西壮族自治区建筑工程质量检测中心、中新天津生态城环境与绿色建筑实验中心有限公司、青海省建筑建材科学研究院、广东省建筑科学研究院集团股份有限公司、巴音郭楞蒙古自治州产品质量检验所、江苏省建筑工程质量检测中心有限公司、博爱金隅水泥有限公司、华润水泥技术研发中心、云南省建筑材料产品质量监督检验站、山东省水泥质量监督检验站、山东省产品质量检验研究院、北京金隅水泥节能科技有限公司、内蒙古自治区建材产品质量检验院、天津市建筑材料产品质量监督检测中心、黑龙江建筑材料质量监督检验站、海南省产品质量监督检验所、北京市建设工程质量第一检测所有限责任公司、广东省韶关市质量计量监督检测所、广东省清远市质量计量监督检

测所、四川峨胜水泥集团股份有限公司、中国葛洲坝集团水泥有限公司、岛津企业管理(中国)有限公司、中国联合水泥集团有限公司、枣庄中联水泥有限公司、淄博鲁中水泥有限公司、台泥(贵港)水泥有限公司、河北金隅鼎鑫水泥有限公司、励强科技(上海)有限公司。

本标准主要起草人:王瑞海、张庆华、崔金华、崔健、杨卫平、朱小红、王伟、梁慧超、于利刚、王欣丽、于克孝、戴平、卢娟娟、刘玉兵、瞿学英、沈红梅、邓文红、王红、吴和平、邓丽娟、刘春梅、张菲菲、王元光、马立俊、张亚挺、张永生、林永权、任兵建、周桂林、李锋、邹鑫、董晓丽、翟丽娟、房跃、武志伟、黄艳、程芸芸、唐姗姗、薛淳、曾伟军、邓磊、付晓红、宋晓红、李良峰、李保明、王会强、高远圣、武振平、李致伯、王雅兰、王琦、刘亚民、郭猛、张格。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为:

- GB/T 176—1956、GB/T 176—1962、GB/T 176—1976、GB/T 176—1987、GB/T 176—1996、GB/T 176—2008;
- GB/T 19140—2003。

水泥化学分析方法

1 范围

本标准规定了水泥化学分析方法、X 射线荧光分析方法和电感耦合等离子体发射光谱法对烧失量 (LOI)、SO₃、不溶物 (IR)、SiO₂、Fe₂O₃、Al₂O₃、CaO、MgO、TiO₂、Cl⁻、K₂O、Na₂O、S²⁻、MnO、P₂O₅、CO₂、ZnO、F⁻、游离氧化钙 (fCaO)、SrO 的测定。水泥化学分析方法又分为基准法和代用法。如果同一成分列了多种测定方法,当有争议时以基准法为准。

本标准适用于通用硅酸盐水泥和制备上述水泥的熟料、生料及指定采用本标准的其他水泥和材料。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件,仅注日期的版本适用于本文件。凡是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 5762 建材用石灰石、生石灰和熟石灰化学分析方法

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 12573 水泥取样方法

GB/T 15000(所有部分) 标准样品工作导则

GSB 08—1110 X 射线荧光分析用水泥生料系列标准样品

GSB 08—1355 水泥熟料成分分析标准样品

GSB 08—1356 普通硅酸盐水泥成分分析标准样品

GSB 08—1357 硅酸盐水泥成分分析标准样品

GSB 08—2985 X 射线荧光分析用水泥系列标准样品

3 术语和定义

GB/T 15000(所有部分)界定的以及下列术语和定义适用于本文件。

3.1

重复性条件 repeatability conditions

在同一试验室,由同一操作者使用相同设备,按相同的测定方法,并在短时间内从同一被测对象取得相互独立测试结果的条件。

3.2

再现性条件 reproducibility conditions

在不同的试验室,由不同的操作者使用不同的设备,按相同的测定方法,从同一被测对象取得测试结果的条件。

3.3

重复性限 repeatability limit

一个数值,在重复性条件(3.1)下,两次测试结果的绝对差值不超过此数的概率为 95%。