

水泥化学分析新方法的要点分析与研究

邓雪梅 齐丽梅 程燕文

广信检测认证集团有限公司

摘要：本文对水泥化学分析的新方法进行了深入的研究，旨在提高水泥的质量和性能。首先介绍了水泥化学分析方法的变化，包括对象、指标与方法以及允许误差的变化。接着，重点探讨了水泥化学分析新方法的要点，包括EDTA直接滴定法、（自动）电位滴定法、乙二醇萃取-EDTA滴定法和其他一些关键点。这些新方法的应用，不仅提高了分析的准确性和可靠性，而且为水泥的生产和应用提供了更可靠的依据。

关键词：水泥化学分析；EDTA直接滴定法；电位滴定法；乙二醇萃取-EDTA滴定法

【DOI】10.12254/j.issn.2096-6539.2024.08.027

随着社会经济的快速发展和建筑技术的不断进步，对水泥质量的要求也在逐步提高。水泥作为建筑行业的基础材料，其质量直接关系到建筑工程的安全性和耐久性。因此，水泥化学分析作为确保水泥质量的重要手段，其分析方法的准确性和可靠性成了业界的关注焦点。为了适应市场需求和行业变化，水泥化学分析方法近年来不断更新和完善。这些新方法在提高分析准确性和效率方面取得了显著成果，为水泥质量的控制提供了更加可靠的保障。

一、水泥化学分析方法的变化

（一）对象变化

在GB/T176-2017中，参与修订的单位旨在缩小国家标准与国际标准的差距，进而提高我国水泥产品的国际竞争力。为此，他们不仅扩大了标准的覆盖范围，还使

水泥化学分析的对象更加多元化。这一修订使得中国的水泥行业更加符合国际标准的要求，为我国水泥产业的健康发展奠定了基础。

为了实现这一目标，GB/T176-2017引入了多种新的检测方法。其中，离子色谱法或ICP-OES方法可用于检测Fe₂O₃、Al₂O₃、MgO、K₂O等关键成分。这些成分在水泥生产中扮演着重要角色，对控制产品质量和性能具有举足轻重的意义。因此，准确检测这些成分的含量对于保证水泥产品的质量和性能至关重要。

除了引入新的检测方法，GB/T176-2017还注重提高检测的准确性和可靠性。通过采用先进的检测技术，该标准不仅提高了检测的准确性，还大大缩短了检测时间，提高了生产效率。这为企业节省了成本，加速了产品上市时间，增强了市场竞争力。

值得一提的是，GB/T176-2017还规定了详细的操作规程和注意事项，以确保检测结果的可靠性和准确性。这为检测人员提供了明确的指导，有助于避免操作失误和误差，从而确保数据的准确性和可靠性。

（二）指标与方法变化

随着现代水泥生产技术的不断发展，其化学分析的指标也随之发生相应的变化。为了更好地适应这种变化，GB/T176-2017标准中对检测指标和检测方法进行了修订和完善。本文将从水泥生产技术的角度，探讨水泥化学分析指标的变化，并对GB/T176-2017标准中的相关内容进行深入的分析 and 阐述。检测指标与检测方法变化如表1所示：

表1 检测指标与检测方法变化

检测指标	Cl 含量	Al ₂ O ₃	游离 CaO	ZnO
GB/T 176-2008	代用法 硫酸蒸馏-汞盐滴定法	硫酸铜 返滴定法	甘油酒精法 乙二醇法	
GB/T 176-2017	基准法 代用法 基准法	EDTA 直接滴定法 同上 EDTA 直接滴定 Al 含量	乙二醇萃取-EDTA 滴定法	原子吸收分光光度法

随着科技的不断发展，水泥制造工艺也在持续改进，市场上涌现出许多新型水泥品种。这些新型水泥的化学成分和矿物组成与普通水泥有所不同，因此，为了能够更加精确地评估各类水泥的质量特性，GB/T176-2017标准在原有基础上进行了修订，增加了多个新的检测项目。

其中，X射线荧光分析是一个重要的新检测项目。通过X射线荧光分析，可以更准确地测定水泥中的各种元素成分，从而了解其化学组成和矿物含量。这有助于更全面地了解水泥的各项成分，为进一步优化水泥制造工艺和提高产品质量提供了有力支持。

除了新增检测项目外，GB/T176-2017标准还对一些传统检测方法的参数进行了修正和优化。随着检测技术

的不断升级，部分传统检测方法的参数已显得过时或存在误差。为了确保检测结果的准确性和可靠性，标准制定者对一些传统检测方法进行了重新评估和调整。

以滴定分析为例，标准中对滴定剂的浓度、滴定速度等关键参数进行了优化调整。这些调整有助于提高滴定分析的准确性，使检测结果更加可靠。此外，这些优化措施还有助于缩短检测时间，提高检测效率，为生产厂家和用户带来更多便利。

为了更好地满足国内外市场的需求，GB/T176-2017标准还对部分检测指标的限值进行了适当的调整。这些调整是基于大量的实验数据和工程实践经验进行的，旨在进一步提升水泥产品的性能和质量。通过这些调整，新标准能够更好地适应市场需求，提高水泥产品的竞争

力，推动水泥行业的持续发展。

(三) 允许误差变化

在GB/T176-2017标准中，为了提高水泥化学分析的准确性和可靠性，对允许误差进行了更加严格的规定。这些规定包括各组分测定值的允许误差和多次测定结果之间的误差限。具体变化如下：

首先，GB/T176-2017对各组分测定值的允许误差进行了更加详细的规定。例如，对于不溶物含量的测定，标准规定其允许误差不得超过0.3%；对于三氧化硫含量的测定，允许误差不得超过0.4%。这些规定旨在提高水泥化学分析的准确性和可靠性，从而确保水泥产品的性能和质量。误差限值和衡量标准（基准法）如表2所示：

表 2 误差限值和衡量标准（基准法）

测定指标		GB/T176-1996		GB/T176-2008	
		同一试验室/%	不同试验室/%	重复性限/%	再现性限/%
烧失量		0.15	-	0.15	0.25
不溶物	含量≤3%	0.10	0.10	0.10	0.10
	含量>3%	0.15	0.20	0.15	0.20
二氧化硅		0.15	0.20	0.15	0.20
三氧化二铁		0.15	0.20	0.15	0.20
三氧化二铝		0.20	0.30	0.20	0.30
氧化钙		0.25	0.40	0.25	0.40
氧化镁		0.15	0.25	0.15	0.25
三氧化硫		0.15	0.20	0.15	0.20
二氧化钛		0.05	0.10	0.05	0.10
一氧化锰		0.05	0.10	0.05	0.10
氧化钾		0.10	0.15	0.10	0.15
氧化钠		0.10	0.15	0.05	0.10

注：“-”表示不适用。

GB/T176-2017标准对多次测量结果的误差限制进行了更严格的规定。在进行同一样品的多次测量时，各个测量值之间的相对误差不得超过规定的数值。这一规定对于保证各个成分含量的准确性和可靠性至关重要，为水泥生产提供了更为可靠的依据。

在GB/T176-2017标准中，还对测量各个成分含量过程中可能出现的误差进行了深入分析和规定。这些规定涵盖了实验操作的各个环节，从样品的取样、处理、测量到数据分析，旨在最大限度地减少误差的产生，提高实验结果的准确性。

为了达到这一目的，GB/T176-2017标准对实验操作的每个步骤都进行了详细的规定和说明。例如，在取样环节，标准规定了取样的位置、方法和数量，以确保所取样品具有代表性。在样品处理环节，标准规定了样品的制备、分离和纯化等步骤，以确保样品的质量和一致性。在测量环节，标准规定了使用的仪器、试剂和操作方法，以确保测量的准确性和可靠性。

此外，GB/T176-2017标准还对实验数据的分析进行了规定。例如，标准规定了数据的处理方法、异常值的判断和处理、结果的表示和误差分析等，以确保实验结果的准确性和可靠性。

二、水泥化学分析新方法的要点

(一) EDTA 直接滴定法

在GB/T176-2017这个国家标准中，为了更好地与国际标准接轨，并全面覆盖各种类型的水泥，修订单位进行了广泛的调研和实验。他们发现，扩大标准的范围可以更好地满足各种水泥的检测需求，使得水泥化学分析更加丰富多彩。

在新的标准下，检测人员在进行水泥化学分析时，有了更多的选择。他们可以选择离子色谱法或ICP-OES法来检测Fe₂O₃、Al₂O₃、MgO、K₂O等关键成分。这两种方法都具有高准确性和可靠性，为水泥质量控制提供了强有力的支持。

其中，新基准法实操分为两步。首先，采用EDTA直接滴定法测量Fe₂O₃的含量。这一步需要将样品溶液的pH值调到1.8，升温到60-70℃，并用磺基水杨酸钠作为指示剂。当观察到溶液变为亮黄色时，说明Fe₂O₃的测量已经完成。

接下来，按照EDTA滴定法的流程，可以测量铁铝总量。这一步需要将样品溶液的pH值调到3，煮沸溶液，加入EDTA-铜和PAN作为指示剂。当溶液再次变为亮黄色时，铁铝总量就已经测量完毕。

在整个滴定过程中，需要不断搅拌样品溶液，直到亮黄色稳定。最后，通过差减法可以计算出Al₂O₃的含量。

这个基准法的实施不仅提高了水泥化学分析的准确度，还为相关行业的技术人员提供了一种方便的检测方法。修订单位通过不断优化和完善标准，为我国水泥行业的健康发展做出了积极的贡献。同时，这也反映了我国在标准化工作方面取得的进步和发展。

(二) (自动) 电位滴定法

在GB/T176-2017标准中，电位滴定法被广泛应用在水泥中氯离子含量的测定。这种方法既适用于自动滴定，也适用于人工滴定，但无论哪种方式，都需要使用专门的氯离子电位滴定设备。

在开始测定之前，需要对样品进行预处理。这一步

骤至关重要，因为预处理能够确保后续测定的准确性。首先，将水泥和水按照一定的比例混合，然后加入25毫升的硝酸，使溶液呈酸性，以防止在测定过程中出现沉淀。这一步的目的是为了中和溶液，提高氯离子测定的准确性。

接下来，再加入过氧化氢，去除溶液中的硫化物。硫化物是一种常见的干扰物质，如果存在硫化物，会对氯离子的测定造成影响。因此，通过加入过氧化氢去除硫化物，能够提高测量的准确度。

在选择滴定液时，硝酸银标准液是常用的选择。其浓度应控制在0.02mol/L。硝酸银标准液作为滴定液的主要原因是其与氯离子的反应具有很高的选择性，能够准确地测定氯离子的含量。

为了进一步提高测量的准确度和灵敏度，可以向样品溶液中加入2毫升的氯离子标准溶液。这一步骤的作用是提供一个已知的氯离子量，用于标定和校准实验结果。

在滴定过程中，使用0.02mol/L的硝酸银标准液进行滴定。这个浓度是肉眼可见的，使得检测人员能够直观地观察到滴定的过程和结果。通过观察滴定过程中的颜色变化，检测人员可以判断滴定的终点，从而得到准确的测量结果。

在进行水泥中氯离子含量测定时，需要注意操作细节和规范。例如，要确保使用的设备和试剂的质量和纯度符合标准要求；操作过程中要严格控制实验条件，如温度、酸度等；同时，要定期对设备进行校准和维护，以确保结果的准确性和可靠性。只有这样，才能为水泥的质量控制提供可靠的依据。

(三) 乙二醇萃取-EDTA 滴定法

跟GB/T176-2008相比，GB/T176-2017修订的乙二醇萃取-EDTA滴定法是一种更为先进的检测方法。它结合了多种检测方法的优点，不仅提高了检测的精准度，而且使滴定过程的终点更加明显。这种方法对样品的要求较高，需要将样品磨成符合标准的小颗粒，以便更好地与乙二醇进行反应。

在检测过程中，检测员需要在加热的条件下，将乙二醇和样品混合。这样可以使水泥中的游离氧化钙与乙二醇发生化学反应，生成乙二醇钙。这个反应呈弱碱性，有助于后续的滴定检测。反应完成后，检测员需要将溶液进行过滤，以去除其中的杂质和不必要的反应产物。

接着，检测员将得到的滤液放入强碱性溶液中。这种强碱性溶液的pH值超过13，能够提供足够的碱度来促进后续的化学反应。此时，检测员需要向溶液中加入三乙醇胺和混合指示剂。三乙醇胺是一种常用的络合剂，可以与溶液中的金属离子形成稳定的络合物，从而消除干扰离子对游离氧化钙测定的影响。而混合指示剂则可以指示滴定过程中的化学变化，帮助检测员准确判断滴定的终点。

按照规定的流程进行EDTA滴定是最后的关键步骤。EDTA是一种常用的络合剂，能够与各种金属离子形成稳定的络合物。通过滴定操作，检测员可以准确测定出水泥中的游离氧化钙含量。整个过程中，检测员需要严格控制实验条件，确保实验结果的准确性和可靠性。

(四) 其他要点

在GB/T176-2017标准中，为了更好地保障水泥化学分析的安全性和环保性，修订检测方法时对实验用的试剂进行了更换。相较于之前的版本，新标准更注重试剂的安全性和环保性，用其他试剂替代了含重金属的试剂。在进行水泥化学分析时，选择正确的试剂是至关重要的。例如，在硫代硫酸钠滴定的过程中，新标准采用碘酸钾标准地碘溶液代替了原来的试剂。这一改变有助于减少重金属的排放，降低对环境的污染。

此外，GB/T176-2017还对部分实验操作进行了调整。在氯化铵重量法中，修订了SiO₂沉淀操作的参数。与旧标准相比，新标准将高温炉灼烧温度的范围从950-1000℃拓宽到了(1175±25)℃和950-1000℃。这种调整解决了灼烧温度的争议，使实验结果更加准确可靠。同时，氟硅酸钾容量法中硝酸的添加量也有所调整，从原来的10-15mL改为15mL；而样品溶液的放置温度则从30℃调整到了10-26℃，放置时间保持不变。这些细微的调整不仅提高了实验的准确性，还有助于减少实验过程中对环境的负面影响。

结束语

总而言之，滴定法测Fe₂O₃是水泥化学分析中的重要环节。通过调整样品溶液的pH值和温度，以及使用特定的指示剂，可以准确地完成这一分析。电位滴定法和乙二醇萃取-EDTA滴定法等新方法的应用，提高了测定的准确性和灵敏度，为水泥的质量控制提供了可靠依据。在实验过程中，选择合适的试剂和调整实验操作参数同样重要，这有助于减少环境污染和保证实验结果的准确性。随着技术的不断进步，水泥化学分析方法将继续优化和完善，为相关行业的发展提供有力支持。

参考文献

- [1] 朱殊. 应用X射线荧光分析方法检测水泥及相关样品中化学成分的方法验证[J]. 建材发展导向, 2023, 21(16): 12-14.
- [2] 夏海燕. 水泥中氧化钙含量检测终点的返色现象及消除途径探究[J]. 江西化工, 2021, 37(06): 47-49.
- [3] 詹妮. 水泥及原料中游离氧化钙测定要点[J]. 水泥工程, 2021(06): 45-47.
- [4] 施灿, 刘芳. 水泥窑协同处置固体废物化学成分分析测定探讨[J]. 中国水泥, 2021(11): 86-91.
- [5] 都志强, 李刚, 欧阳志. 基于化学分析的水泥浆体中游离氧化钙的水化反应[J]. 粘接, 2021, 47(09): 59-62.
- [6] 段兆辉, 张格, 刘亚民等. 铝酸盐水泥中全硫的测定研究-红外法[J]. 中国水泥, 2021(S1): 29-31.
- [7] 张晓敏, 李武滔, 邵翌等. 关于水泥化学分析中常见问题研究[J]. 四川水泥, 2021(02): 3-4.
- [8] 马亚利. 水泥化学分析新方法的要点探究[J]. 四川水泥, 2020(05): 2.
- [9] 刘丽清. 水泥化学分析新方法的要点分析与研究[J]. 科技风, 2019(19): 157.
- [10] 方雯. 水泥化学分析新方法的学习与研究[J]. 低碳世界, 2019, 9(04): 288-289.