



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 5484—2012  
代替 GB/T 5484—2000

## 石膏化学分析方法

Methods for chemical analysis of gypsum

2012-12-31 发布

2013-08-01 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  
石膏化学分析方法  
GB/T 5484—2012

\*

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(100013)  
北京市西城区三里河北街16号(100045)

网址 [www.spc.net.cn](http://www.spc.net.cn)  
总编室:(010)64275323 发行中心:(010)51780235  
读者服务部:(010)68523946

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷  
各地新华书店经销

\*

开本 880×1230 1/16 印张 2.75 字数 78 千字  
2013年6月第一版 2013年6月第一次印刷

\*

书号: 155066·1-47240

如有印装差错 由本社发行中心调换  
版权专有 侵权必究  
举报电话:(010)68510107

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 试验的基本要求 ..... 1

5 试剂和材料 ..... 2

6 仪器与设备 ..... 16

7 试样的制备 ..... 18

8 膏状试样含水量的测定——干燥差减法 ..... 19

9 附着水的测定——干燥差减法 ..... 20

10 结晶水的测定——干燥差减法 ..... 20

11 三氧化硫的测定——硫酸钡重量法 ..... 21

12 二氧化硫的测定——碘量法 ..... 22

13 二氧化硅的测定——氟硅酸钾容量法 ..... 23

14 二氧化硅的测定——硅钼蓝分光光度法 ..... 24

15 三氧化二铁的测定——邻菲罗啉分光光度法(基准法) ..... 24

16 三氧化二铝的测定——EDTA 直接滴定铁铝含量(基准法) ..... 25

17 氧化钙的测定——EDTA 滴定法 ..... 26

18 氧化镁的测定——EDTA 滴定差减法(基准法) ..... 26

19 二氧化钛的测定——二安替比林甲烷分光光度法 ..... 27

20 氧化钾和氧化钠的测定——火焰光度法 ..... 27

21 氯离子的测定——硫氰酸铵容量法(基准法) ..... 27

22 氟离子的测定——离子选择电极法 ..... 27

23 五氧化二磷的测定——磷钼蓝分光光度法 ..... 27

24 二氧化碳的测定——碱石棉吸收重量法(基准法) ..... 27

25 pH 值的测定——离子选择电极法 ..... 28

26 水溶性五氧化二磷的测定——磷钼蓝分光光度法 ..... 28

27 水溶性氧化镁的测定——原子吸收光谱法 ..... 29

28 水溶性氧化钾和氧化钠的测定——火焰光度法 ..... 29

29 水溶性氯离子的测定——硝酸银滴定法 ..... 30

30 水溶性氟离子的测定——离子选择电极法 ..... 30

31 酸不溶物的测定——盐酸处理法 ..... 31

32 烧失量的测定——灼烧差减法(代用法) ..... 31

33 三氧化二铁的测定——EDTA 直接滴定法(代用法) ..... 32

34 三氧化二铝的测定——直接滴定法(代用法) ..... 32

35 三氧化二铝的测定——硫酸铜返滴定法(代用法) ..... 33

36 氧化镁的测定——原子吸收光谱法(代用法) ..... 34

37 氯离子的测定——磷酸蒸馏-汞盐滴定法(代用法) ..... 34

38 氯离子的测定——(自动)电位滴定法(代用法) ..... 34

39 二氧化碳的测定——自动光电滴定法(代用法) ..... 35

40 重复性限和再现性限 ..... 35

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 ..... 38

## 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 5484—2000《石膏化学分析方法》，与 GB/T 5484—2000 相比主要变化如下：

- 范围由“适应于天然石膏、硬石膏”改为“适应于天然石膏、硬石膏和工业副产石膏”(见第 1 章，2000 年版的第 1 章)。
- 增加了收到基和干燥基的定义(见第 3 章)。
- 报告中附着水、膏状试样含水量的分析结果以收到基(见 3.1)表示；其他分析结果以干燥基(见 3.2)表示。
- 试样的制备分为附着水试样的制备和化学分析试样的制备，附着水试样的制备根据收到基样品的粒度和附着水的多少制备成所需的附着水试样的细度(6 mm 以下、3 mm 以下或 150  $\mu\text{m}$  以下)，化学分析试样的制备由“0.080 mm 方孔筛筛析”改为“全部通过孔径为 150  $\mu\text{m}$  方孔筛”(见第 7 章，2000 年版的第 6 章)。
- 增加了膏状试样含水量的测定——干燥差减法(见第 8 章)。
- 测定附着水时，由“称取约 1g 试样”改为按照不同的试样细度(6 mm 以下、3 mm 以下或 150  $\mu\text{m}$  以下)称取不同的试样质量(见第 9 章，2000 年版的第 7 章)。
- 三氧化硫的测定分为“天然石膏、硬石膏和不含有亚硫酸钙的工业副产石膏”和“含有亚硫酸钙的工业副产石膏”(见第 11 章，2000 年版的第 10 章)。
- 增加了二氧化硫的测定——碘量法(见第 12 章)。
- 增加了氯离子的测定——硫氰酸铵容量法(基准法)、磷酸蒸馏-汞盐滴定法(代用法)和(自动)电位滴定法(代用法)(见第 21 章、第 37 章和第 38 章)。
- 五氧化二磷的测定由正丁醇—三氯甲烷萃取—磷钼黄分光光度法改为“磷钼蓝分光光度法”(见第 23 章，2000 年版的第 21 章)。
- 增加了二氧化碳的测定——碱石棉吸收重量法(基准法)和自动光电滴定法(代用法)(见第 24 章和第 39 章)。
- 增加了 pH 值、水溶性五氧化二磷、水溶性氧化镁、水溶性氧化钾和氧化钠、水溶性氯离子、水溶性氟离子的测定(见第 25 章、第 26 章、第 27 章、第 28 章、第 29 章和第 30 章)。

本标准参考 ISO 3052—1974《石膏结晶水含量的测定》、ASTM C471M—01(2006)《石膏和石膏制品化学分析方法》和 JIS R9101—1995《石膏化学分析方法》标准进行修订的。

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：中国建筑材料科学研究总院 中国建筑材料检验认证中心有限公司、北京城建建设工程有限公司。

本标准参加起草单位：云南省建筑材料产品质量监督检验站、福建省水泥产品质量监督检验中心(龙岩)、深圳广田高科新材料有限公司。

本标准主要起草人：王瑞海、闫伟志、崔健、王冠杰、朱晓玲、刘文长、周绍波、周桂林、杨军霞、金霞、方理。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为：

- GB/T 5484—1986、GB/T 5484—2000。

# 石膏化学分析方法

## 1 范围

本标准规定了天然石膏、硬石膏和工业副产石膏化学分析方法的基准法和代用法。  
本标准适用于天然石膏、硬石膏和工业副产石膏。

## 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 176—2008 水泥化学分析方法

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

## 3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

### 3.1

**收到基 received base**

以收到状态时的石膏为基准。

### 3.2

**干燥基 dried base**

以除去附着水的石膏为基准,即以石膏试样在 45 °C ± 3 °C 干燥至恒量状态时的石膏为基准。

## 4 试验的基本要求

### 4.1 试验次数与要求

每一项测定的试验次数规定为两次,用两次试验结果的平均值表示测定结果。

### 4.2 质量、体积、滴定度和结果的表示

用“克(g)”表示质量,精确至 0.000 1 g。滴定管体积用“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。

标准滴定溶液的浓度、滴定度和体积比经修约后保留有效数字四位。

pH 值分析结果保留小数点后一位。除了 pH 值以外的分析结果以质量分数计,氯离子、水溶性五氧化二磷、水溶性氧化镁、水溶性氧化钾和氧化钠、水溶性氯离子、水溶性氟离子分析结果以 % 表示至小数点后三位,其他各项分析结果以 % 表示至小数点后二位。

报告中膏状试样含水量、附着水的分析结果以收到基(见 3.1)表示;其他分析结果以干燥基(见 3.2)表示。

### 4.3 空白试验

除了另有规定外,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。

### 4.4 灼烧

将滤纸和沉淀放入预先已灼烧并恒量的坩埚中,为避免产生火焰,在氧化性气氛中缓慢干燥、灰化至无黑色炭颗粒后,放入高温炉(见 6.9)中,在规定的温度下灼烧。在干燥器(见 6.7)中冷却至室温,称量。

### 4.5 恒量

除了膏状试样含水量的测定(见第 8 章)和附着水的测定(见第 9 章)另有规定外,其他恒量试验时经第一次灼烧或烘干、冷却、称量后,通过连续对每次至少 15 min 的灼烧或烘干,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。

### 4.6 检查 $\text{Cl}^-$ 离子(硝酸银检验)

按规定洗涤沉淀数次后,用少许水淋洗漏斗的下端,用数毫升水洗涤滤纸和沉淀,将滤液收集在试管中,加几滴硝酸银溶液(见 5.24),观察试管中溶液是否浑浊。如果浑浊,继续洗涤至用硝酸银检验不再浑浊为止。

### 4.7 检验方法的验证

本标准所列检验方法应依照国家标准样品/标准物质(如 GSB 08—1352 水泥用石膏成分分析标准样品)或不同检测方法之间进行对比检验,以验证方法的准确性。

## 5 试剂和材料

### 5.1 总则

除另有说明外,所用试剂应为分析纯或优级纯试剂。所用水应不低于 GB/T 6682 中规定的三级水的要求。标准中的无二氧化碳的水是指新煮沸并冷却至室温的水。

本标准所列市售浓液体试剂的密度指 20 °C 的密度( $\rho$ ),单位为克每立方厘米( $\text{g}/\text{cm}^3$ )。

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+5)表示 1 份体积的浓盐酸与 5 份体积的水相混合。

### 5.2 盐酸( $\text{HCl}$ )

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

### 5.3 硝酸( $\text{HNO}_3$ )

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

### 5.4 硫酸( $\text{H}_2\text{SO}_4$ )

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

**5.5 冰乙酸( $\text{CH}_3\text{COOH}$ )**

1.05 g/cm<sup>3</sup>, 质量分数 $\geq 99\%$ 。

**5.6 磷酸( $\text{H}_3\text{PO}_4$ )**

1.68 g/cm<sup>3</sup>, 质量分数 $\geq 85\%$ 。

**5.7 过氧化氢( $\text{H}_2\text{O}_2$ )**

1.11 g/cm<sup>3</sup>, 质量分数 30%。

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

0.90 g/cm<sup>3</sup>~0.91 g/cm<sup>3</sup>, 质量分数 25%~28%。

**5.9 三乙醇胺 $[\text{N}(\text{CH}_2\text{CH}_2\text{OH})_3]$** 

1.12 g/cm<sup>3</sup>, 质量分数 $\geq 98\%$ 。

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

体积分数 95%或无水乙醇。

**5.11 乙醇胺( $\text{HOCH}_2\text{CH}_2\text{NH}_2$ )**

1.01 g/cm<sup>3</sup>, 体积分数 $\geq 99\%$ 。

**5.12 盐酸溶液****5.12.1 盐酸(1+1)**

将 1 份体积的浓盐酸与 1 份体积的水混合。

**5.12.2 盐酸(1+5)**

将 1 份体积的浓盐酸与 5 份体积的水混合。

**5.12.3 盐酸(1+10)**

将 1 份体积的浓盐酸与 10 份体积的水混合。

**5.13 硝酸溶液****5.13.1 硝酸(1+1)**

将 1 份体积的浓硝酸与 1 份体积的水混合。

**5.13.2 硝酸(1+20)**

将 1 份体积的浓硝酸与 20 份体积的水混合。

**5.14 硫酸溶液****5.14.1 硫酸(1+1)**

将 1 份体积的浓硫酸缓慢注入 1 份体积的水中, 混匀。

5.14.2 硫酸(1+2)

将1份体积的浓硫酸缓慢注入2份体积的水中,混匀。

5.15 乙酸(1+1)

将1份体积的冰乙酸与1份体积的水混合。

5.16 氨水(1+1)

将1份体积的氨水与1份体积的水混合。

5.17 乙醇(1+4)

将1份体积的乙醇与4份体积的水混合。

5.18 三乙醇胺(1+2)

将1份体积的三乙醇胺与2份体积的水混合。

5.19 氢氧化钠(NaOH)

固体,密封保存。

5.20 氢氧化钾(KOH)

固体,密封保存。

5.21 氢氧化钠溶液(200 g/L)

将20 g 氢氧化钠(NaOH)溶于水中,加水稀释至100 mL,贮存于塑料瓶中。

5.22 氢氧化钾溶液(200 g/L)

将20 g 氢氧化钾(KOH)溶于水中,加水稀释至100 mL,贮存于塑料瓶中。

5.23 氯化钡溶液(100 g/L)

将10 g 氯化钡( $\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ )溶于水中,加水稀释至100 mL。

5.24 硝酸银溶液(5 g/L)

将0.5 g 硝酸银( $\text{AgNO}_3$ )溶于水中,加入1 mL 硝酸,加水稀释至100 mL,贮存于棕色瓶中。

5.25 无水碳酸钠( $\text{Na}_2\text{CO}_3$ )

将无水碳酸钠用玛瑙研钵研细至粉末状,贮存于密封瓶中。

5.26 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 抗坏血酸溶液(50 g/L)

将 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。

## 5.29 pH 3.0 的缓冲溶液

将 3.2 g 无水乙酸钠( $\text{CH}_3\text{COONa}$ )溶于水中,加入 120 mL 冰乙酸( $\text{CH}_3\text{COOH}$ ),加水稀释至 1 L。

## 5.30 pH 4.3 的缓冲溶液

将 42.3 g 无水乙酸钠( $\text{CH}_3\text{COONa}$ )溶于水中,加入 80 mL 冰乙酸( $\text{CH}_3\text{COOH}$ ),加水稀释至 1 L。

## 5.31 pH 10 的缓冲溶液

将 67.5 g 氯化铵( $\text{NH}_4\text{Cl}$ )溶于水中,加入 570 mL 氨水( $\text{NH}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$ ),加水稀释至 1 L。

## 5.32 酒石酸钾钠溶液(100 g/L)

将 10 g 酒石酸钾钠( $\text{C}_4\text{H}_4\text{KNaO}_6 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ )溶于水中,加水稀释至 100 mL。

## 5.33 钼酸铵溶液(15 g/L)

将 3 g 钼酸铵 $[(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24} \cdot 4\text{H}_2\text{O}]$ 溶于 100 mL 热水中,加入 60 mL 硫酸(1+1),混匀。冷却后加水稀释至 200 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。

## 5.34 氯化钾(KCl)

颗粒粗大时,应研细后使用。

## 5.35 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。

## 5.36 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(见 5.10),混匀。

## 5.37 氟化钾溶液(20 g/L)

将 20 g 氟化钾( $\text{KF} \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ )溶于水中,加水稀释至 1 L,贮存于塑料瓶中。

## 5.38 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。

## 5.39 邻菲罗啉溶液(10 g/L,乙酸溶液)

将 1 g 邻菲罗啉( $\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ )溶于 100 mL 乙酸(1+1)中,用时现配。

## 5.40 乙酸铵溶液(100 g/L)

将 10 g 乙酸铵( $\text{CH}_3\text{COONH}_4$ )溶于 100 mL 水中。

## 5.41 乙酸铵溶液(250 g/L)

将 25 g 乙酸铵( $\text{CH}_3\text{COONH}_4$ )溶于水中,加水稀释至 100 mL。



















**5.70 1-(2-吡啶偶氮)-2 萘酚指示剂溶液(简称 PAN 指示剂溶液)(2 g/L)**

将 0.2 g 1-(2-吡啶偶氮)-2 萘酚溶于 100 mL 乙醇(见 5.10)中。

**5.71 甲基红指示剂溶液(2 g/L)**

将 0.2 g 甲基红溶于 100 mL 乙醇(见 5.10)中。

**5.72 溴酚蓝指示剂溶液(2 g/L)**

将 0.2 g 溴酚蓝溶于 100 mL 乙醇(1+4)中。

**5.73 对硝基酚指示剂溶液(2 g/L)**

将 0.2 g 对硝基酚溶于 100 mL 水中。

**5.74 淀粉溶液(10 g/L)**

将 1 g 可溶性淀粉置于烧杯中,加水调成糊状后,在搅拌下加入 100 mL 沸水,煮沸约 1 min,冷却后使用。

**5.75 铬酸钾溶液(50 g/L)**

将 5 g 铬酸钾( $\text{K}_2\text{CrO}_4$ )溶于少量水中,滴加硝酸银标准滴定溶液(见 5.63)至有红色沉淀生成,静置 12 h 后,过滤后加水稀释至 100 mL。

**5.76 百里香酚酞指示剂溶液(2 g/L)**

将 0.2 g 百里香酚酞溶于 100 mL 乙醇(见 5.10)中。

**5.77 硫酸铜溶液(200 g/L)**

将 20 g 硫酸铜( $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ )溶于 100 mL 水中。

**5.78 硫酸铜( $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ )饱和溶液****5.79 硫化氢吸收剂**

将称量过的、粒度在 1 mm~2.5 mm 的干燥浮石放在一个平盘内,然后用一定体积的硫酸铜饱和溶液(见 5.78)浸泡,硫酸铜溶液的质量约为浮石质量的一半。把混合物放在 150 °C 的干燥箱(见 6.8)内,在玻璃棒经常搅拌下,蒸发混合物至干,烘干 5 h 以上,将固体混合物冷却后,贮存于密封瓶内。

**5.80 碱石棉**

粒度 1 mm~2 mm (10 目~20 目),化学纯,密封保存。

**5.81 钠石灰**

粒度 2 mm~5 mm,医药用或化学纯,密封保存。

**5.82 变色硅胶**

在 105 °C~110 °C 烘干至蓝色。

### 5.83 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

精确至 0.000 1 g。

### 6.2 天平

精确至 0.1 g。

### 6.3 瓷坩埚

带盖,容量 18 mL~25 mL。

### 6.4 铂坩埚

带盖,容量 25 mL~30 mL。

### 6.5 银坩埚

带盖,容量 30 mL。

### 6.6 镍坩埚

带盖,容量 50 mL。

### 6.7 干燥器

内装变色硅胶。

### 6.8 干燥箱

可控制  $45\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 3\text{ }^{\circ}\text{C}$ 、 $230\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 5\text{ }^{\circ}\text{C}$ 、 $105\text{ }^{\circ}\text{C}\sim 110\text{ }^{\circ}\text{C}$ 、 $120\text{ }^{\circ}\text{C}$ 、 $150\text{ }^{\circ}\text{C}$  温度。

### 6.9 高温炉

隔焰加热炉,在炉膛外围进行电阻加热。应使用温度控制器,准确控制炉温,并定期进行计量。可控制  $650\text{ }^{\circ}\text{C}\sim 700\text{ }^{\circ}\text{C}$ 、 $800\text{ }^{\circ}\text{C}$ 、 $850\text{ }^{\circ}\text{C}$ 、 $950\text{ }^{\circ}\text{C}\sim 1\ 000\text{ }^{\circ}\text{C}$  温度。

### 6.10 滤纸

快速、中速、慢速三种型号的定量滤纸。

### 6.11 玻璃量器

滴定管、容量瓶、移液管。

#### 6.12 磁力搅拌器

具有调速和加热功能,带有包着惰性材料的搅拌棒,例如聚四氟乙烯材料。

#### 6.13 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。

#### 6.14 火焰光度计

可稳定地测定钾在波长 768 nm 处和钠在波长 589 nm 处的谱线强度。

#### 6.15 原子吸收光谱仪

带有镁元素空心阴极灯。

#### 6.16 氯离子电位滴定装置

精度为 2 mV,可连接氯离子选择电极和饱和氯化钾甘汞电极。

#### 6.17 酸度计

测量 pH 值范围 0~14,精度至 0.01,需通过至少两个不同的标准溶液校准的通用酸度计。

#### 6.18 离子计或酸度计

精确至 1 mV,可连接氟离子选择电极和饱和氯化钾甘汞电极。

#### 6.19 恒温水浴

可恒温  $25.0\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 3.0\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。

#### 6.20 二氧化碳测定装置(自动光电滴定法)

仪器装置示意图如图 1 所示。安装一个适宜的抽气泵和一个玻璃转子流量计,以保证气体通过装置均匀流动。





$$w_{\text{含水量}} = \frac{m_5 - m_6}{m_5} \times 100 \quad \dots\dots\dots (18)$$

式中：  
 $w_{\text{含水量}}$ ——膏状试样含水量的质量分数，%；  
 $m_6$ ——烘干后试料的质量，单位为克(g)；  
 $m_5$ ——试料的质量，单位为克(g)。

9 附着水的测定——干燥差减法

9.1 方法提要

试样在 45℃±3℃下烘干所失去的附着水分。

9.2 分析步骤

按表 2 规定的称取试样的质量，从 7.1.1 中称取试样( $m_7$ )，平铺于已烘干至恒量的适宜的容器内，将装有试样的容器在 45℃±3℃的干燥箱(见 6.8)中烘干 2 h 以上，取出放入干燥器(见 6.7)中(如果使用称量瓶，将磨口塞紧密盖好)，冷却至室温，马上称量。在同样温度下再烘干 30 min 以上，如此反复烘干，直至恒量( $m_8$ )。

如果称取约 1 g 150 μm 以下的试样，需采用 40 mm×25 mm 的称量瓶。

必要时保留测定附着水后的试样于密封容器内或置于干燥器内，可用于化学分析试样的制备。

表 2 称取试样的质量

| 试样细度      | 称取试样的质量/g | 天平分度值/g     | 连续两次称量之差/g |
|-----------|-----------|-------------|------------|
| 6 mm 以下   | 50        | 不大于 0.01    | 小于 0.1     |
| 3 mm 以下   | 10        | 不大于 0.001   | 小于 0.01    |
| 150 μm 以下 | 1         | 不大于 0.000 1 | 小于 0.000 5 |

9.3 结果的计算与表示

附着水的质量分数  $w_{\text{附着水}}$  按式(19)计算：

$$w_{\text{附着水}} = \frac{m_7 - m_8}{m_7} \times 100 \quad \dots\dots\dots (19)$$

式中：  
 $w_{\text{附着水}}$ ——附着水的质量分数，%；  
 $m_8$ ——烘干后试料的质量，单位为克(g)；  
 $m_7$ ——试料的质量，单位为克(g)。

10 结晶水的测定——干燥差减法

10.1 方法提要

试样在 230℃±5℃下烘干所失去的化合水分。

试样中的有些物质会造成结晶水的结果偏高，如有机物和氢氧化物与石膏的结晶水有相同的分解温度范围。



































