

水泥中氯离子含量的检测

前言：GB/T 176-2017 《水泥化学分析方法》标准于2017年12月29日发布，将于2018年11月01日正式实施。新标准紧跟国际标准和国外先进标准的变化，结合我国检测技术和分析仪器的的发展，新增了多种方法，并修订了部分标准条款。

一、 水泥中氯离子含量现状

氯盐是廉价而易得的工业原料，它在水泥生产中具有明显的经济价值。一方面，它可以作为熟料煅烧的矿化剂，能够降低烧成温度，有利于节能高产；它也是有效的水泥早强剂，不仅使水泥3天强度提高50%以上，而且可以降低混凝土中水的冰点温度，防止混凝土早期受冻；另一方面，氯离子又是混凝土中钢筋锈蚀的重要因素。由于钢筋锈蚀是混凝土破坏的主要形式之一，所以，各国对水泥中的氯离子含量都作出了相应规定。



氯离子的来源主要是原料、燃料、混合材料和外加剂，但由于熟料煅烧过程中，氯离子大部分在高温下挥发而排出窑外，残留在熟料中的氯离子含量极少。如果水泥中的氯离子含量过高，其主要原因是掺加了混合材料和外加剂（如：工业废渣、助磨剂等）。

二、 水泥中氯离子的含量该如何检测

GB/T 176-2017 《水泥化学分析方法》中对于氯离子检测最大的变化是删除了磷酸蒸馏—汞盐滴定法，新增了（自动）电位滴定法及离子色谱法。因为磷酸

蒸馏—汞盐滴定法中采用的是汞盐测定，对人体及环境均有害，且 2016 年 4 月 28 日，第十二届全国人民代表大会常务委员会第二十次会议批准《关于汞的水俣公约》（以下简称《汞公约》）。《汞公约》将自 2017 年 8 月 16 日起对我国正式生效。

表 1. GB/T 176-2017 《水泥化学分析方法》标准分析方法比对

方法	硫氰酸铵容量法	(自动) 电位滴定	离子色谱法
方法定位	基准法	代用法	代用法
前处理过程	繁琐	简单	较繁琐
定量过程	人工读数，肉眼判断终点	自动计量，自动判断	自动计量，自动判断
时间	长	短	中
设备成本	低	中	高
耗材成本	低	低	高
性价比	中	高	低

三、上海雷磁 ZDCL-1 型氯离子自动电位滴定仪



ZDCL-1 型氯离子自动电位滴定仪采用自动电位滴定方法检测水泥中氯离子的含量。用硝酸分解试样，加入氯离子标准溶液，提高检测灵敏度，然后加入过氧化氢以氧化共存的干扰组分，加热溶液后冷却至室温，用硝酸银标准滴定溶液滴定至终点。

表 2. ZDCL-1 型氯离子电位滴定仪相关技术参数

型号			ZDCL-1型氯离子自动电位滴定仪
技术参数			
滴	容量滴	滴定分析重复性	0.20%

定 装 置	定单元	滴定容量允许误差	10ml 滴定管：±0.025ml
		滴定管分辨率	10ml 滴定管：1/10000
		滴定管输液或补液速度	(55±10) s (滴定管满度时)
测 量 装 置	电位滴 定模块	测量范围	(-1800.0~1800.0) mV,
		分辨率	0.1mV
		基本误差	不大于 0.2mV
		稳定性	(±0.3mV±1个字)/3h
	温度 补偿	测量范围	(-5.0~105.0) °C
		分辨率	0.1°C
基本误差		±0.3°C	

ZDCL-1 型氯离子自动电位滴定仪实现了测试过程的“傻瓜化”，将测试方法内置在检测仪器里，并配套相应的测试试剂和样品前处理方法，使得没有经验的操作人员也能很容易地掌握和操作。

四、 性能和功能比对

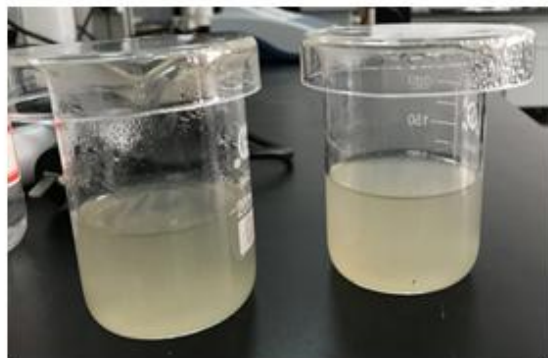
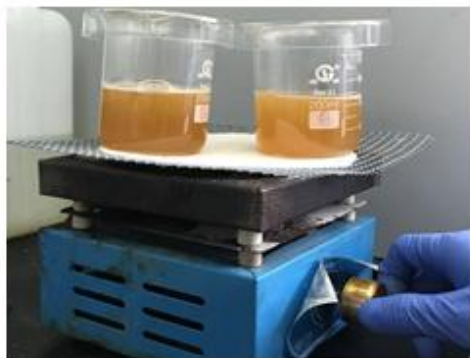
市售常规氯离子自动滴定仪	上海仪电科学仪器有限公司 ZDCL-1 型氯离子自动电位滴定仪	比对结果
仪器满足 JJG-814 自动滴定仪鉴定规程	仪器满足 JJG-814 自动滴定仪鉴定规程 0.05 级(最高级别)	优于：有明确可通过级别且为最高级别
采用阀门滴定管一体化设计,采用 10mL 滴定管,细分驱动,提高滴定液计量精度	10ml、20ml 滴定管可选,滴定管外置,方便更换,可直观观察滴定管中溶液情况。电机驱动,驱动器分辨率 1/10000,最小分辨体积 0.001ml	优于：滴定管种类可选,外置式方便更换,避免漏液导致线路板损坏,也便于观察滴定剂运行情况
空白试验测定功能,可随时设定空白溶液的体积并自动记录	支持空白滴定,可以自动计算空白值,并应用于样品的测定(自动扣除空白),空白值可选择手动设定或自动测量两种模式,方便快捷,可选择关	优于：空白模式测定方式较多,具有选择性,满足不同用户需求

自动停止滴定功能，当仪器检测到了化学计量点后，会停止滴加硝酸银标准滴定溶液，节省	终点自动提示，并在到达设定结束条件或找到化学计量点时自动停止滴定，节省资源和时间，并有效的保护仪器	优于：具有多种自动停止方式，保护仪器，节省资源
具有数据存储功能，仪器配有 USB 功能，可随时将数据保存到仪器或 U 盘中，可在测量完溶液后，查看滴定曲线及滴定数据	数据管理功能，支持储存 200 套滴定结果和一套滴定曲线，符合 GLP 规范的测量信息，客户追溯信息更完整，支持数据删除、查阅、打印或者输出	优于：数据管理方式多样，满足不同用户需求
滴定管精度：±0.008mL	滴定体积允许误差：0.25%	优于：10mL：0.025uL，20mL：0.035uL
最小滴定体积：0.04mL	最小滴定体积：0.001mL	优于：仪器默认最小滴定体积 0.02mL，可设置至 0.001mL

五、 电位滴定法测定水泥中氯离子的含量

1. 样品预处理

称取约 5g 试样，精确至 0.0001g，置于 250mL 烧杯中，加入 20mL 水，搅拌使试样完全分散，然后在搅拌下加入 25mL 硝酸（1+1），使得水泥样品中不含有未反应的固体大颗粒，加水稀释至 100mL，加入 2mL 氯离子标准溶液和 2mL 过氧化氢，盖上表面皿，加热煮沸，微沸 1min—2min。冷却至室温。



加热及冷却过程

2. 测量过程

1) 仪器准备：ZDCL-1 型氯离子自动电位滴定仪

电极：a) pCl-1-01 氯离子电极

b) 217-01 双盐桥参比电极

2) 试剂准备：

硝酸（1+1）

过氧化氢

氯离子标准溶液

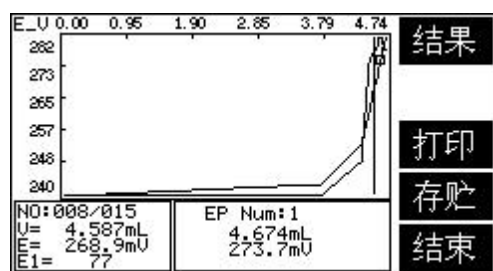
硝酸银标准滴定溶液

3) 操作步骤

AgNO₃ 标准滴定液标定：吸取 10.00mL 氯离子标准溶液放入 250mL 烧杯中，加入 2mL 硝酸（1+1），用水稀释至约 150mL，置于 ZDCL-1 型氯离子自动电位滴定仪上滴定至终点。

空白滴定：吸取 2.00mL 氯离子标准溶液，置于 250mL 烧杯中，加水稀释至 100mL，加入 2mL 硝酸（1+1）和 2mL 过氧化氢，盖上表面皿，加热煮沸，微沸 1min—2min。冷却至室温，用水冲洗表面皿和玻璃棒，加入一颗磁力搅拌子后置于 ZDCL-1 型氯离子自动电位滴定仪上滴定至终点。

样品分析：将冷却至室温的预处理的样品，用水冲洗表面皿和玻璃棒，加入一颗磁力搅拌子后置于 ZDCL-1 型氯离子自动电位滴定仪上滴定至终点。



滴定结束!	存贮
终点体积: 4.869mL	
空白体积: 2.000mL	
滴定剂浓度: 2.000e-02	查阅
样品质量: 5.00g	打印
测量结果: 0.04%	
按确认键结束	确认

六、 注意事项

- 1) 在搅拌下加入 25mL 硝酸（1+1），使得水泥样品中不含有未反应的固体大颗粒，若有未反应的固体大颗粒会造成测量结果不准确。
- 2) 加热过程中操作注意防护，应在通风橱内操作，以便生成的气体和酸雾能及

时排出。

欢迎访问上海仪电科学仪器官方网站 www.lei-ci.com 获取更多相关资料。