

水泥快速化学分析

国家基本建设革命委员会建筑材料科学研究院编

中国工业出版社

243159

水泥快速化学分析

国家基本建设革命委员会建筑材料科学研究院編

中国工业出版社

本书主要介绍了应用铂坩埚以及镍、银坩埚进行水泥及水泥原料化学分析的快速方法，方法简单、准确，适合于中小水泥厂应用。

本书第一章介绍了分析样品的采取与制备方法；第二章介绍了一般化验的仪器使用方法；第三章简要叙述了水泥及水泥原料主成分容量分析方法的基本原理，其中着重介绍了络合滴定的基本原理；第四章为试剂的配制与标定；第五章是20种水泥及水泥原料的各种系统分析方法。主要供中、小型水泥厂初从事化学分析工作的同志阅读，亦可供大型水泥厂的分析人员和有关从事科研、教学工作的同志参考。

水 泥 快 速 化 学 分 析

国家基本建设革命委员会
建筑材料科学研究院编

中国工业出版社出版
新华书店发行

中国工业出版社第三印刷厂印刷

1971年3月第一版 1971年3月第一次印刷

15165·4688(建材-17) 每册 0.85 元

毛主席语录

在生产斗争和科学实验范围内，人类总是不断发展的，自然界也总是不断发展的，永远不会停止在一个水平上。因此，人类总得不断地总结經驗，有所发现，有所发明，有所創造，有所前进。

中国人民有志气，有能力，一定要在不远的将来，赶上和超过世界先进水平。

前 言

在战无不胜的毛泽东思想的光辉照耀下，在党的“九大”团结胜利旗帜的指引下，我国水泥工业和其它工业战线一样，一个新的生产跃进高潮正在迅猛出现，特别是生产普通水泥的小立窑水泥厂正象雨后春笋般地建设起来。为了适应跃进的大好形势，必须采取简便、快速、准确地测定水泥原、燃料和成品的化学成分，以便更好地选定和控制原料的比例，保证水泥生产质量，这已成为当前急待解决的重要问题之一。

我们编写的这本书，就是希望为解决这个问题出一份应尽的力量。在编写过程中，我们认真地学习了毛主席关于“**备战、备荒、为人民**”，“**自力更生，艰苦奋斗，破除迷信，解放思想**”等一系列伟大教导，狠批了大叛徒刘少奇的反革命修正主义科研路线，进一步提高了阶级斗争和路线斗争觉悟。在此基础上，我们对水泥原、燃料及成品的快速化学分析方法和实际操作中的一些经验和体会进行了总结。

水泥原、燃料及成品的快速化学分析方法是在一九五八年大跃进中开始试验研究的，并在以后的实际工作中得到逐步的应用。特别是最近几年来，我院分析人员以无产阶级文化大革命中焕发出来的革命干劲，对这一方法进行了深入一步的试验研究，解决了代铂问题，提出了一套用银坩埚、镍坩埚熔融试样的快速化学分析方法，使这一方法应用范围更为广泛。

根据当前小立窑水泥厂的条件以及对工业废渣综合利用的需要，这本书所选择的方法、设备都比较简单，同时对分析样品的种类又收集得较齐全。在讲述测定原理时，尽力做到简单明了。而在讲到每一方法时，都较详细地叙述了这一方法的要点和实验

条件选择以及操作中的注意事项，以便于初学者掌握。

但是，由于我们的政治、业务水平不高，深入实际不够，加上时间又较仓促，因此在编写过程中定有遗漏和错误，诚恳地希望广大读者给予批评指正。

编者

一九七〇年九月于北京

目 录

第一章 分析样品的采取与制备	1
第一节 平均样品的采取	1
第二节 平均样品的制备	3
第三节 制备样品应注意的事项	5
第二章 分析仪器的使用	6
第一节 天平的使用与校准	6
第二节 玻璃仪器的使用与校准	13
第三节 金属及陶磁器皿的使用	17
第三章 水泥及水泥原料主成份分析原理概述	19
第一节 用氟硅酸钾容量法测定二氧化硅的基本原理	19
第二节 络合滴定的基本原理	26
一、络合滴定法的实质及其对反应的要求	27
二、络合滴定突跃与络合物的稳定常数及络合比值的关系	27
三、氨羧络合剂	27
四、单一金属离子与EDTA的络合反应	33
五、能进行络合滴定的条件	50
六、络合滴定理论曲线	54
七、金属指示剂	64
八、络合滴定中的各种滴定法	78
九、混合物中金属离子的测定	80
十、水泥分析中常见金属离子的滴定条件简介	91
第三节 离子交换的基本理论知识	102
一、离子交换树脂的一般性能	102
二、离子交换树脂的种类	103
三、离子交换树脂交换反应的基本原理	104
四、离子交换树脂的选择	105
第四章 试剂的配制与标定	107

√ 第一节 普通试剂的配制	107
第二节 标准溶液的配制与标定	112
第五章 水泥及水泥原料的系统分析方法	129
第一节 粘土(页岩及煤灰)分析	129
甲、系统分析方法之一(铂坩埚—氢氟酸分解法)	129
乙、系统分析方法之二(银坩埚熔融法)	141
丙、系统分析方法之三(铂坩埚熔融— R_2O_3 沉淀分离法)	146
丁、其它项目的测定	148
第二节 砂岩分析	149
第三节 石灰石分析	150
第四节 生石灰和消石灰分析	155
第五节 矿渣分析	157
第六节 铁矿石分析	166
第七节 石膏分析	174
第八节 含磷、氟石膏中三氧化硫的测定	179
第九节 煤的工业分析	182
第十节 水泥生料分析	187
甲、系统分析方法之一(铂坩埚烧结— R_2O_3 沉淀分离法)	187
乙、系统分析方法之二(银坩埚熔融法)	188
丙、系统分析方法之三(镍坩埚熔融法)	193
丁、其它项目的测定	198
第十一节 窑灰氧化钾分析(四苯硼酸钠快速法)	200
第十二节 水泥熟料分析	203
甲、系统分析方法之一(氯化铵脱水——铁、铝、钙、镁不分离测定法)	203
乙、系统分析方法之二(在硅酸存在下,铁、铝、钙、镁不分离测定法)	205
丙、其它项目的测定	206
第十三节 普通水泥分析	218
第十四节 火山灰质水泥分析	218
第十五节 矿渣水泥分析	218
第十六节 高铝水泥原料与成品(矾土、矾土水泥)分析	219

甲、系统分析方法之一(R_2O_3 沉淀分离 测定法).....	219
乙、系统分析方法之二(在硅酸存在下, 铁、铝、 钙、镁不分离 测定法).....	230
丙、其它项目的测定.....	232
第十七节 重晶石分析.....	232
第十八节 钡水泥分析.....	237
第十九节 镁砂、菱镁矿、工业氧化镁的分析.....	239
甲、系统分析方法之一(EGTA 法).....	239
乙、系统分析方法之二(镁沉淀分离法).....	245
丙、其它项目的测定.....	248
第二十节 萤石分析.....	248
附录一 常用酸及氨水的比重和浓度.....	251
附录二 国际原子量表(1961年).....	252
附录三 四位对数表.....	253
附录四 主要参考资料.....	259

第一章 分析样品的采取与制备

在实验室里对于某一试样要进行分析时，必须要求试样均匀有代表性，亦即分析试样的化学成分，能确实符合整批矿样的平均成分，这样得到的分析结果才有意义。否则，分析得再准确，也不能代表矿样的平均成分，所得结果毫无意义。要取得最有代表性的分析试样，样品的采取和制备，是一件极其重要的工作。

选取平均样品一般分二个步骤：即现场采取平均样品和在实验室中制备所分析的平均样品。

第一节 平均样品的采取

一、野外现场采样

矿山取样一般采用刻槽、钻孔或沿矿山开采面分格取样的方法。刻槽法取样应垂直于矿层的延伸方向，沟间距离应视原料成分的均匀程度而定，一般在50~80米之间。在沟槽中的取样点，一般每隔一米取一个样品。在矿山开采面上取样，通常在一平方米上取一个样品。为了解矿层在矿山内部的分布及其化学成分，则用钻孔的方法取样。

选采粘土矿的平均样品时，要特别注意矿山原料的均匀性，应根据它的均匀性来决定取样的沟道及方法。当有夹层砂时，应在垂直方向每隔一米左右取一个样品。在一般的情况下，则根据粘土层的厚度进行分层取样。取样沟道之间的距离约为10~25米。

由于各个矿山生成条件的不同，各厂矿山取样的方法也不可能一致。一般应根据原料矿层分布的情况、矿层均匀性以及矿山的大小来制定采样方法。

矿山各点可采 200~300 克矿样，将各点所取的样混合在一起，待以制备平均分析样品。

二、已运进厂的原材料取样

原材料运送到工厂，堆存在原材料库内，如果在采矿时已经采取过平均样品，没有特殊需要，一般就用不着再在原料堆上取样。但由于某种原因需要取样，则带上一个小铁镢、一个铁锤和一个箩筐。首先在原材料堆的周围从地面起每隔 0.5 米左右用铁镢划一根横线，然后每隔 1~2 米从上至下划一根直线，在直线与横线的交点作为取样点（如图 I—1），然后在取样点处深入 0.3~0.5 米处用铁镢挖取 100~200 克的矿样。如遇块状的矿样，取出一部分，用铁锤砸碎，再取 100~200 克。

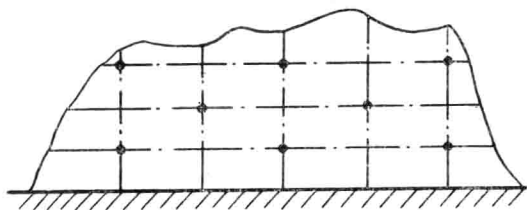


图 I—1

大约在每 100 吨的原材料堆上需要取出 5~10 公斤矿样。在每一取样点采取样品时，都不能在表面上采取，而必须深入 0.3~0.5 米处取。然后把同一批进厂的同一起来源的原材料倒在一只箩筐中，拿回化验室供制备平均样用。

三、生产过程中成品和半成品取样

（一）生料和出磨水泥的平均样品的取样

生料和水泥是粉末状的，并且是连续生产连续运送的，所以采取一定时间的平均试样（如每天的、每班的、以至四小时等）。各种原材料或熟料本身的成分以及生产工序的原因而有所跳动。所以采取平均样品，许多工序上都采用了自动连续取样设备来代替人工的定时取样的方法。人工取样有在 30 分钟或 1 小时以至 4

小时或 8 小时取样 1 次，然后把这些试样倒在同一白铁桶中，组成这一段时间的平均样品。

（二）熟料平均样品的取样

在土立窑生产过程中，熟料中黄粉率是很高的，为了避免影响熟料的质量，大都要把这些黄粉筛掉。因此，在采取一定时间内熟料平均试样，以鉴定熟料的质量时，就必须采取已经筛去黄粉的熟料。由于土立窑生产熟料，是每隔一定时间卸料一次。所以采取平均样时，也就要每卸一次取样一次，然后再将几次所取的熟料保存起来，组成这一段时间的平均试样，每次取样的多少，由需要的数量来决定（如要进行物理试验等）。每次取样时，应用铁锹在卸出熟料的不同地方铲取所需要的数量。

第二节 平均样品的制备

一、样品的烘干

如果样品过于潮湿，致使粉碎、研细与过筛发生困难，如发生沾粘或堵塞现象，则必须先将样品干燥。

一般少量样品，可在烘箱中干燥，温度保持在 $105\sim 110^{\circ}\text{C}$ 。对易分解的样品，如煤粉、含结晶水的石膏等，应在较低的温度下烘干，一般在 $60\sim 65^{\circ}\text{C}$ 下进行。

二、粒状样品的破碎与缩分

把取回的数公斤的原材料矿样，大颗粒的进行破碎至直径在 25 毫米左右。

破碎大颗粒矿样一般采用颚式粗破碎机，如没有机械设备时，可用人工的办法在钢板上用铁锤砸碎。然后进行缩分。

样品缩分的方法一般有锥形四分法、挖取法和分样器缩分法三种。

锥形四分法：将混匀好的样品堆成圆锥形，用铲子将锥顶压平，使成为截面圆锥体。通过圆心分成四等分，去掉任一相对两等分，剩下的两等分如此重复进行（如图 I—2）。

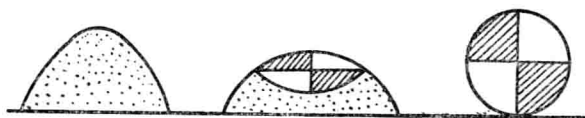


图 I—2 四分法

挖取法（正方法）：将混匀好的样品铺成正方形或长方形的均匀薄层，然后用直尺划成若干个小正方形。用小铲将每一间

隔的小方形中的样品全部取出（如图 I—3），然后放在一起再行混匀。通常在缩减少量样品或到最后选取分析样品时，常用此法。

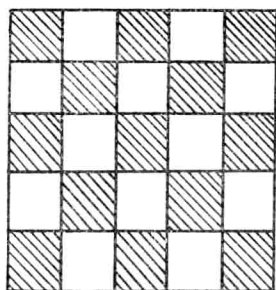


图 I—3 挖取法

用人工办法将矿样在钢板上用铁锤砸碎时，用铁铲把样品来回翻动若干次。均匀后，把样品铲起放在钢板另一空处，堆成锥形。按上述锥形四分法进行缩分。然后将剩下的部分，用铁锤继续砸碎至10～

15毫米。依上法混合均匀后再缩分两次，至大约只剩有10毫米以下的试样0.5公斤左右，再把试样放在铁乳钵捣碎，均匀后再进行缩分，如此将试样放入铁乳钵中捣碎10分钟左右，取出缩分，直至约20～30克为止。

三、样品的磨细

样品的细磨是在盘磨机、球磨机或铁的和瓷的乳钵中进行。或再于玛瑙乳钵中研细。细磨时先使粉末用4900孔/平方厘米筛筛出，筛余的粗粒试样再进行细磨，直至样品全部通过4900孔筛。最后用磁铁吸去铁屑，保存于带盖的磨口玻璃瓶中。

若为出磨粉状物料，如混合生料、煤粉、水泥等，一般的就不再行研磨，而只经混匀与缩分之后，即可直接作为化学分析的试样。

第三节 制备样品应注意的事项

在破碎、磨细样品前，对每一件设备如机器里面的颚板、辊轴、磨盘或钢板、铁锤以及乳钵等均应用刷子刷净，不应有其它样品粉末残留。

碎样时应尽量防止样品小块和粉末飞散。

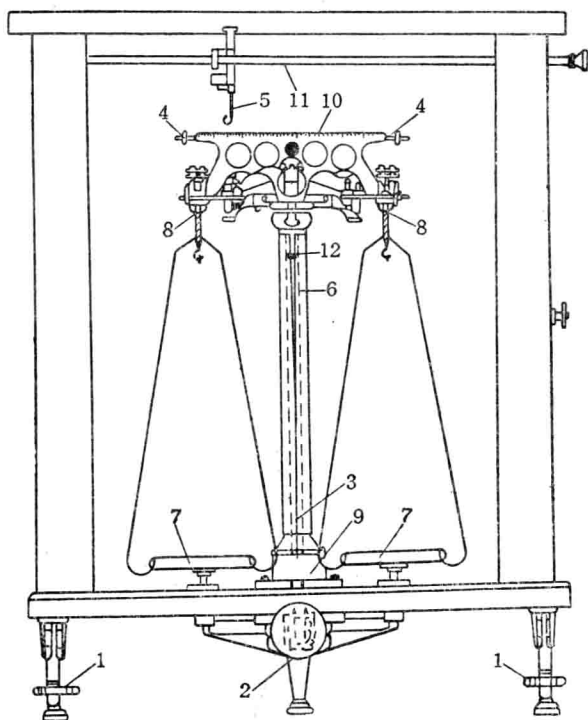
在过筛时，如有筛余，那怕是很小的一个颗粒也不应弃去，仍须继续粉碎至全部过筛为止。

在碎样过程中，因破碎器的磨损而使样品中铁的含量增加，所以最好用锰钢制的磨盘、辊轴或颚板等。

第二章 分析仪器的使用

第一节 天平的使用与校准

分析天平，如图Ⅱ—1所示，它的构造简单。其主要部分为



图Ⅱ—1 分析天平

- 1—水平调节螺旋；2—梁升降钮；3—指针；4—零点调节螺旋；
5—游码钩；6—支柱；7—天平盘；8—蹬座；9—读数标尺；
10—天平梁；11—移动游码杆；12—重心调节螺旋

天平梁，梁上具有三把玛瑙制成的刀口，及天平盘、支柱、梁升降钮等，使用这种天平称量时，需时较长。近来的新型天平操作简便。如电光分析天平，见图Ⅱ—2，具有机械自动加砝码与光学读数，装备有空气阻尼筒，以减少指针摆动周期，达到迅速称量。这种天平具有较高的准确度与灵敏度。

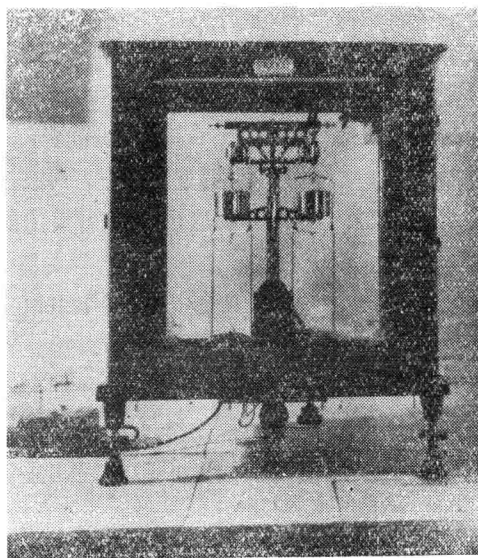


图 Ⅱ—2 电光分析天平

一、天平的调节

(一) 水平调节：天平安置是否水平，直接影响到使用要求，调节方法是旋转天平座下的螺旋足，当天平上的圆水准泡的空气泡在正中或垂线锤对准心，这时天平已处在水平状态。

(二) 零点调节：标尺刻度牌以中间刻度为“0”，向左方刻度为10，向右方刻度为10。当空称量时，零点并不一定在“0”上，但不能大于左方或右方两格。如零点距离“0”太远，应该进行调节。旋动天平梁左右两端的调节螺旋，往外旋使被旋方加重，反之则减轻，直至指针指示平衡为止。光学分析天平除进行

上述调节外，尚有利用光学系统调节零点，使反射标尺的零度线与幕上游标尺上的零线相合即可。

(三) 重心调节：天平的灵敏度（每偏转一个分度所需的重量值），会因天平载重的增加而稍有降低。一般希望天平的灵敏度在载重改变 1 毫克时，指示偏转 2~5 刻度，即标尺每一刻度相当于 0.5~0.2 毫克载重的改变为宜。电光分析天平的光学标尺自 0~10 毫克（或 0~100 毫克），经光线投影到幕上与游标尺相遇，以指示天平梁偏转的读数。当加入 10 毫克标准砝码时，光学标尺读数应为 10 毫克处。若灵敏度不符合上述要求，需要加以调节。把梁上重心螺旋（或指针上的附重）作上下调整，使天平梁重心改变，就可改变天平的灵敏度。这项工作需由熟悉天平的人员来进行。

(四) 砝码的校准：分析天平是分析工作中最主要而又常用的仪器之一。称量准确度对分析结果有重大影响。在普通的分析工作中，要求能准确称量到十分之一毫克。分析天平所用砝码，必须具有相当的准确度，使用时应十分小心，防止损坏和沾污砝码以免改变它的重量。但是在使用过程中砝码的重量略有有些改变，需要定期加以校准。

为了避免天平两臂可能有些不等长的影响，校准砝码时所采用的称量法必须是反复法或置换法，我们这里采用反复法。

校准时先把游码当作暂时的标准，即把它的重量暂时认为是真正的 0.01000 克，校准先从 0.01 克的小砝码开始。

首先将 0.01 克的小砝码置于左盘，把游码放在天平梁右端刻度为 10 的地方，放下升降枢，使天平指针左右摆动，求得其平衡点，假定平衡点为 9.8（标尺中间点读数是 10 的，以 e_1 代表之）。然后将小砝码放在右盘，把游码移到天平梁左端刻度为 10 处，再求一次平衡点，这次平衡点假定是 10.3（ e_2 ）。设天平的灵敏度（以 S 表示之）为 0.25 毫克/格。则游码（ P_2 ）与小砝码（ P_1 ）间的重量差应该等于：