

# 硅酸盐分析

刘雪华 蒋玉琴 编著

浙江教育出版社

# 硅 酸 盐 分 析

刘雪华 蒋玉琴 编著

浙江教育出版社

## 硅酸盐分析

刘雪华 蒋玉琴 编著

---

职工教育出版社(北京西城区教胡同)

职工教育出版社出版发行

沈阳606所印刷厂印刷

---

开本 787×1902毫米 1/16 印张 8.875

数字 19.6千字

1989年7月第1版 1989年7月第1次印刷

ISBN 7-80059-158-1/TQ·002 定价 4.30元

## 前 言

建筑材料工业是国民经济的一个重要支柱，又是薄弱环节，为使建筑业持续、稳定地发展，提高建材职工队伍的素质，到一九九〇年形成以中级技术工人为主体，技术等级结构比较合理，具有较高政治、文化、技术业务素质的职工队伍，意义十分重大。为此我们统一组织编写了这套《建材中级技术工人教材》。

这套教材涉及建筑材料、非金属矿、无机非金属材料三大产业的主要工种，系统地介绍了建材工业各有关专业的中级技术，内容丰富，理论联系实际，通俗易懂，适用于建材各厂矿企事业单位或其他行业的相关企事业单位开展工人中级技术（业务）培训，亦可作为有关技工学校、职业技术学校的参考教材，同时也可供从事相关工种的技术工人自学。

在编写过程中，我们得到了许多厂矿企事业单位的领导、技术干部、工程技术人员的大力支持，在此致以衷心地感谢。由于时间仓促，加之水平所限，书中定有不妥之处，欢迎广大读者批评指正，以便今后再版修订。

国家建筑材料工业局教材办工室

1988年8月10日

## 编写说明

本书系受国家建筑材料工业局委托，根据1983年制定的中等技工学校《水泥化学分析》教学大纲，并增加玻璃、陶瓷分析方面的内容编写而成的。可作建材行业技工学校、职业学校教材，也可供从事硅酸盐分析的分析人员参考。

本书主要包括三大部分：第一部分为平均试样的采取与制备。着重介绍了固体试样的采样、制样和试样的分解方法。第二部分为水泥化学分析。包括水泥生料、熟料及其成品的系统分析方法。第三部分为玻璃、陶瓷成品与主要原料的主要成分分析。

本书在编写过程中，对所介绍的分析方法力求全面新颖，纳入最新的国家标准分析方法和目前常用的较先进的快速分析方法，并将多年来实践中总结出的经验编入操作注意事项中。

本书的第一篇及第二篇的第一章由蒋玉琴编写，第二篇的第二、三章及第三篇由刘雪华编写。全书由山东建材学院于宗杰审阅。

本书编审过程中，得到了辽宁省职工教育教材编审委员会等单位的支持，特在此表示感谢！

由于我们的水平有限，经验不足，书中错误和不当之处在所难免，我们衷心希望读者提出批评指正。

编 者

1988年8月

# 目 录

## 绪 言

### 第一篇 固体试样的采取制备与分解

第一章 平均试样的采取与制备.....	5
第一节 平均试样的采取方法.....	5
第二节 试样的制备与保管.....	8
第二章 试样的分解.....	12
第一节 酸溶解法.....	12
第二节 熔融法.....	13

### 第二篇 水泥化学分析

第一章 例行控制中的检验方法.....	19
第一节 生料控制中的检验方法.....	19
第二节 熟料控制中的检验方法.....	41
第三节 水泥控制中的检验方法.....	44
第四节 水泥中混合材掺加量的分析.....	55
第二章 水泥与水泥原料主要成分的测定原理.....	61
第一节 二氧化硅的测定.....	61
第二节 三氧化二铁的测定.....	63
第三节 三氧化二铝的测定.....	64
第四节 二氧化钛的测定.....	66
第五节 氧化亚锰的测定.....	66
第六节 氧化钙的测定.....	67
第七节 氧化镁的测定.....	69
第八节 其它组分的测定.....	70
第三章 水泥与水泥原料的化学分析方法.....	72
第一节 试剂的配制.....	72
第二节 水泥熟料的分析方法.....	77
第三节 水泥生料的分析方法.....	85
第四节 石灰石分析.....	86
第五节 粘土的分析.....	90
第六节 煤灰分析.....	94
第七节 铁矿石分析.....	94
第八节 石膏分析.....	98
第九节 矿渣分析.....	100
第十节 萤石中氟及氟化钙的测定.....	103

第十一节	火山灰质混合材石灰吸收值的测定	105
<b>第三篇 日用瓷与平板玻璃分析</b>		
第一章	平板玻璃、日用瓷成品主要成分的测定	107
第一节	二氧化硅的测定	107
第二节	三氧化二铁的测定	110
第三节	二氧化钛的测定	112
第四节	三氧化二铝的测定	113
第五节	氧化钙的测定 (EDTA 络合滴定法)	116
第六节	氧化镁的测定 (EDTA 络合滴定法)	117
第二章	平板玻璃、日用瓷主要原料的分析	119
第一节	砂岩分析	119
第二节	芒硝的分析	120
第三节	纯碱分析	123
第四节	水玻璃的分析	124
第五节	硼酸的分析	126
第六节	硼砂的分析	127
第七节	玻璃配合料均匀度的测定	128
<b>附    录</b>		
附录一	常用化合物分子量表	131
附录二	原子量表 (1981年国际原子量)	133
附录三	常用酸碱的浓度表	134
附录四	常用坩埚的性能表	134
附录五	金属坩埚的使用规则	135
附录六	学生用硅酸盐分析仪器单	136

## 绪 言

硅酸盐是指由二氧化硅和金属氧化物所形成的盐类。硅酸盐在自然界分布极广，种类繁多。是构成地壳岩石、土壤和许多矿物的主要成分。天然的硅酸盐有长石、石英、高岭土、云母、石棉、滑石等。它们须用相当复杂的分子式表示。通常将硅酸酐分子 ( $\text{SiO}_2$ ) 和构成硅酸盐的所有氧化物的分子式分开来写，如：

正长石  $\text{K}_2\text{Al}_2\text{Si}_6\text{O}_{16}$  或  $\text{K}_2\text{O} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 6\text{SiO}_2$

高岭土  $\text{H}_4\text{Al}_2\text{Si}_2\text{O}_9$  或  $\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SiO}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$

以硅酸盐矿物为主要原料、经高温处理，可以生产出各种硅酸盐制品或硅酸盐材料。

如：石灰石 ( $\text{CaCO}_3$ )

粘土 ( $\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SiO}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ )  $\xrightarrow{\text{高温}}$  水泥 ( $3\text{CaO} \cdot \text{SiO}_2$ ) ;

铁矿石 ( $\text{Fe}_2\text{O}_3$ )

$2\text{CaO} \cdot \text{SiO}_2$ ;  $3\text{CaO} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3$ ;  $4\text{CaO} \cdot \text{Fe}_2\text{O}_3 \cdot \text{Al}_2\text{O}_3$ )

又如：砂子 ( $\text{SiO}_2$ )

石灰石 ( $\text{CaCO}_3$ )  $\xrightarrow{\text{高温}}$  玻璃 ( $\text{Na}_2\text{O} \cdot \text{SiO}_2$ ;  $\text{CaO} \cdot \text{SiO}_2$ )

碱金属盐 ( $\text{Na}_2\text{CO}_3$ )

传统的硅酸盐制品与材料有水泥、玻璃、陶瓷、耐火材料、砖瓦、搪瓷等，是无机非金属材料的主要构成部分，在国民经济中占重要的地位。

硅酸盐分析是分析化学的一部分，是分析化学在硅酸盐生产中的应用。它主要研究水泥、玻璃等硅酸盐生产中的原料、材料、成品、半成品的组成的分析方法及其原理。是一门实践性很强的课程。

通过硅酸盐分析可以评定原料的质量，并检查工艺过程是否正确进行，从而使我们在生产中能最经济的使用原料，科学地指导生产、及时消除生产故障，保证产品合格、减少废品提高经济效益。由此可见，硅酸盐分析是硅酸盐生产中的眼睛，起着指导生产的作用。

除此之外，几乎所有的其他矿物中都还有硅酸盐的杂质。如石灰石、白云石，主要成分是碳酸盐，但也常混有粘土存在。因此，硅酸盐分析对其它矿物分析也有重要意义。

硅酸盐分析的项目有： $\text{SiO}_2$ 、 $\text{Fe}_2\text{O}_3$ 、 $\text{Al}_2\text{O}_3$ 、 $\text{CaO}$ 、 $\text{MgO}$ 、 $\text{K}_2\text{O}$ 、 $\text{Na}_2\text{O}$ 、 $\text{TiO}_2$ 、 $\text{MnO}$ 、 $\text{FeO}$ 、 $\text{P}_2\text{O}_5$ 及烧失量等。前五个组分为常规系统分析项目。虽然分析的项目大体相同，但由于不同的样品中各种氧化物的含量范围不同，测定所用方法也有差异。如测定水泥、玻璃中三氧化二铝时，虽都用EDTA络合滴定法。当测定是水泥样品中的三氧化二铝时，由于氧化钙的含量较高而采用PAN为指示剂的铜盐回滴定法。当测定玻璃中的三氧化二铝时，由于玻璃中氧化钙的含量较水泥中氧化钙含量低的多，因此采用二甲酚橙或半二甲酚橙为指示剂的铋盐返滴定法为更合适。

硅酸盐分析对准确度的要求决定于生产的要求。它应该有符合生产上所需要的准确度。对准确度的要求不同所采用的分析方法也就不同。根据实际需要硅酸盐分析方法主要分为两



类，即标准分析法和快速分析法。

**标准分析法：**用来测定原料、成品的化学组成，用所得结果进行工艺上的计算，及用作买卖价格计算的根据。此种方法应具有较高的准确度，为保证准确，往往在分析过程中增加一些辅助操作，因而加长了分析时间。较为理想的标准分析法是既能保证结果准确，操作又足够迅速。

**快速分析法：**主要用于控制生产工艺过程中最关重要的阶段。要求快速分析法要加速分析的过程，缩短分析时间。可在允许范围内降低准确度。有的快速法就是以标准法简化一些操作手续，从而缩短了分析时间的。

分析所用试剂应符合要求，所用水都应是无离子水。目前市售一般化学试剂的等级分类为：

级别	符号	用途
一级（优级纯）	GR	科研、精密分析
二级（分析纯）	AR	科研、一般分析
三级（化学纯）	CP	控制分析
四级（实验试剂）	LR	辅助试剂

用于标定标准溶液用的应为高纯试剂或基准试剂。

市售液体试剂的浓度一般以重量百分浓度表示或以比重表示。如：

盐酸 $\text{HCl}$ ，比重1.17~1.19，重量百分含量为35.0~38.0%。

硝酸 $\text{HNO}_3$ ，比重1.39~1.41，重量百分含量为65~70%。

硫酸 $\text{H}_2\text{SO}_4$ ，比重1.83~1.84，重量百分含量为94~96%。

氨水 $\text{NH}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$ ，比重0.907~0.90，重量百分含量为25~27.0%。

硅酸盐化学分析中所用一般试剂溶液浓度的表示方法有两种：

## 一、百分浓度

除市售液体试剂是以重量百分浓度（即100克溶液中所含溶质的克数）表示外，所配各百分浓度的溶液皆为重量体积百分浓度（即100毫升溶剂中所含溶质的克数）。如20%的氢氧化钾溶液，系指100毫升水中加入20克的氢氧化钾配制而成的溶液。一般以固体试剂为溶质配制的溶液多以此种方法表示。

## 二、体积比浓度

即溶质的体积份数比溶剂的体积份数。一般以液体试剂为溶质配制的溶液多以此种方法表示。如：1 : 2的三乙醇胺是一体积的三乙醇胺与两体积的水混合而成。3 : 97的盐酸是指3体积市售浓盐与97体积水混合而成。

标准溶液的浓度表示方法有二种：

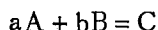
### 1. 摩尔浓度 (M)

即一升溶液中所含溶质的摩尔数或一毫升溶液中所含溶质的毫摩尔数表示的溶液浓度。

## 2. 滴定度 ( $T_{M_1/M_2}$ )

即一毫升 $M_1$ 的标准溶液相当于被测物质 $M_2$ 的克数(克/毫升)。

本书中各滴定分析计算均采用摩尔浓度的换算关系。在计算过程中,必须准确地找出有关组分的摩尔数或毫摩尔数之间的关系(摩尔比),注意量的单位、避免差错。例如:滴定剂A与被测物B按下式进行反应:



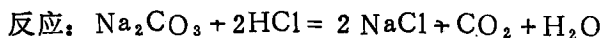
则滴定剂A与被测物B反应中的摩尔比为 $a : b$ 。A的毫摩尔数等于A的摩尔浓度 $M_A$ 与A的毫升数 $V_A$ 的乘积,即可求得B的毫摩尔数。

A的毫摩尔数: B的毫摩尔数 =  $a : b$

$$\text{则 B的毫摩尔数} = \text{A的毫摩尔数} \times \frac{a}{b} = M_A V_A \times \frac{a}{b}$$

因此,通过反应中反应物之间的摩尔比关系,当已知某一物质的量后就可求出另一物质的量。

**例一** 称取已烘干的基准试剂碳酸钠0.6000克,溶解后以甲基橙为指示剂,用盐酸标准溶液滴定消耗22.60毫升,计算盐酸标准溶液的摩尔浓度。



$$\text{Na}_2\text{CO}_3\text{的毫摩尔数} = \frac{0.6000}{106.0} \times 1000$$

$$\text{HCl的毫摩尔数} = \text{HCl的摩尔浓度} M_{\text{HCl}} \times 22.60$$

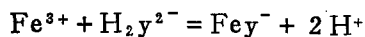
$$\text{Na}_2\text{CO}_3\text{的毫摩尔数: HCl的毫摩尔数} = 1 : 2$$

$$M_{\text{HCl}} \times 22.60 = \frac{0.6000}{106.0} \times 1000 \times 2$$

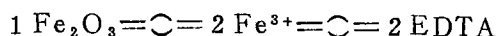
$$M_{\text{HCl}} = \frac{0.6000 \times 1000 \times 2}{106.0 \times 22.60} = 0.5009\text{M}$$

**例二** 称取0.5000克水泥熟料,将其溶解转入250毫升容量瓶中。摇匀后取出50毫升,在适宜条件下,以0.01500MEDTA标准溶液滴定铁,消耗5.00毫升,求试样中 $\text{Fe}_2\text{O}_3$ 的百分含量。

**解** EDTA ( $\text{H}_2\text{Y}^{2-}$ ) 滴定 $\text{Fe}^{3+}$ 的反应为:



反应时 $\text{Fe}^{3+}$ 与EDTA的摩尔比为 $1 : 1$ ,但1摩尔的 $\text{Fe}_2\text{O}_3$ 相当于2摩尔的 $\text{Fe}^{3+}$ ,故1摩尔的 $\text{Fe}_2\text{O}_3$ 相当于2摩尔EDTA



由此得到:

$$\text{Fe}_2\text{O}_3\text{的毫摩尔数: EDTA的毫摩尔数} = 1 : 2$$

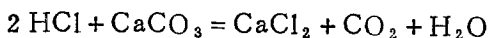
$$\text{Fe}_2\text{O}_3\text{的毫摩尔数} = \frac{1}{2} \text{ EDTA的毫摩尔数} = \frac{1}{2} M_{\text{EDTA}} \cdot V_{\text{EDTA}}$$

$$\text{Fe}_2\text{O}_3\% = \frac{\frac{1}{2} M_{\text{EDTA}} \cdot V_{\text{EDTA}} \times \frac{250}{50} \times \frac{\text{Fe}_2\text{O}_3\text{摩尔质量}}{1000}}{\text{样重}}$$

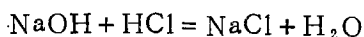
$$= \frac{\frac{1}{2} \times 0.01500 \times 5.00 \times \frac{250}{50} \times \frac{159.69}{1000}}{0.5000} \times 100 = 5.99$$

**例三** 取0.2500克不纯碳酸钙试样，溶解于25.00毫升0.2600M的HCl标准溶液中，过量的酸用去6.50毫升0.2450M的NaOH标准溶液中和，求试样中CaCO<sub>3</sub>%。

**解** 本例题为返滴定法实例，滴定剂与被测物之间的反应为：



过量HCl与返滴定剂反应



计算时应先算出与CaCO<sub>3</sub>作用实际消耗HCl的数值，然后计算其百分含量。

实际消耗HCl的量 = HCl的加入量 - HCl过剩量。而HCl的过剩量可通过NaOH的用量计算。由于NaOH与HCl的摩尔比是1 : 1的关系，也即NaOH的毫摩尔数就是过量HCl的毫摩尔数。因此

$$\text{实际消耗HCl毫摩尔数} = M_{\text{HCl}}V_{\text{HCl}} - M_{\text{NaOH}}V_{\text{NaOH}}$$

又因，HCl毫摩尔数：CaCO<sub>3</sub>毫摩尔数 = 2 : 1，所以，CaCO<sub>3</sub>毫摩尔数 = HCl毫摩尔数 × 1/2

$$\text{CaCO}_3 \text{的克数} = \text{HCl 毫摩尔数} \times \frac{1}{2} \times \frac{\text{CaCO}_3 \text{的摩尔质量}}{1000}$$

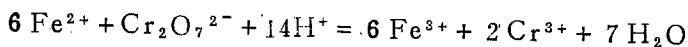
$$\text{CaCO}_3 \% = \frac{(M_{\text{HCl}}V_{\text{HCl}} - M_{\text{NaOH}}V_{\text{NaOH}}) \times \frac{1}{2} \times \frac{\text{CaCO}_3 \text{摩尔质量}}{1000}}{\text{样 重}} \times 100$$

$$= \frac{(0.2600 \times 25.00 - 0.2450 \times 6.50) \times \frac{1}{2} \times \frac{100.09}{1000}}{0.2500} \times 100$$

$$= 98.24$$

**例四** 将样品溶解并使铁转变为Fe<sup>2+</sup>后，用K<sub>2</sub>Cr<sub>2</sub>O<sub>7</sub>滴定铁，求0.01500M的K<sub>2</sub>Cr<sub>2</sub>O<sub>7</sub>标准溶液对Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>的滴定度T<sub>K<sub>2</sub>Cr<sub>2</sub>O<sub>7</sub>/Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub></sub>。

**解** 滴定反应为



从反应看出Fe<sup>2+</sup>与K<sub>2</sub>Cr<sub>2</sub>O<sub>7</sub>的摩尔比为6 : 1。但1摩尔的Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>相当于2摩尔的Fe<sup>2+</sup>。即

$$3 \text{摩尔Fe}_2\text{O}_3 \equiv 6 \text{摩尔Fe}^{2+} \equiv 1 \text{摩尔K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$$

因此，Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>与K<sub>2</sub>Cr<sub>2</sub>O<sub>7</sub>的摩尔比为3 : 1。也就是Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>的摩尔数是K<sub>2</sub>Cr<sub>2</sub>O<sub>7</sub>的摩尔数的3倍。

$$\text{Fe}_2\text{O}_3 \text{毫摩尔数} = M_{\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7} \cdot V_{\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7} \times 3$$

$$\text{Fe}_2\text{O}_3 \text{克数} = M_{\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7} \cdot V_{\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7} \times 3 \times \frac{\text{Fe}_2\text{O}_3 \text{摩尔质量}}{1000}$$

因此，1毫升0.01500M K<sub>2</sub>Cr<sub>2</sub>O<sub>7</sub>相当于Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>的克数为

$$T_{\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7/\text{Fe}_2\text{O}_3} = 0.015 \times 3 \times \frac{159.69}{1000} = 0.0071186 \text{克/毫升。}$$

# 第一篇 固体试样的采取制备与分解

## 第一章 平均试样的采取与制备

试样分析的全过程通常包括采样、制样、溶熔样、分析方法的选择、干扰元素的消除、分析测定、结果报出等几个环节。要确保分析结果的正确，必须对以上各个环节进行认真综合的考虑。

在生产中，被分析的物质往往量大而颗粒大小和化学成分都不均匀。化验室没有必要也不可能将大宗的料都将进行分析，只能从中取其少量进行化学成分的测定。这少量用来进行化学成分测定的物质我们称它为试样。如测定出的结果，只能代表试样的组成，则此分析是没有多大意义的，只有当试样的结果能代表大宗的物料的平均组成时，此分析的作用才是有用的。当所取少量试样的化学组成能代表大宗的物料的平均化学组成时，我们称这少量试样为平均试样。平均试样有代表性。忽视了这一点，试样不足以代表全部物料的平均成分，分析做的再准确也不能代表物料的平均成分。所得结果不但毫无意义甚至错误的提供了无代表性的实验数据，会给实际工作带来难以估计的后果。因此平均试样的采取和制备是非常重要的。

### 第一节 平均试样的采取方法

#### 一、平均试样的采取

为了得到一个平均试样，取样时应从两个方面来考虑：一是取样点的选取。二是取样量的多少。取样点应根据分析的目的，物料的存放情况，从不同的部位，不同的深度选取多个取样点。取样点越多越有代表性。但相应的给样品处理带来麻烦。取样量的多少，与物料的均匀程度和颗粒大小有关。一般来讲，取样量与物料最大颗粒直径的平方成正比。通常用以下经验公式（也称取样公式）来计算取样量。

$$Q = Kd^2$$

式中  $Q$ ——为采取试验的最低可靠重量（单位公斤）

$d$ ——为采取试样中最大颗粒的直径（单位毫米）

$K$ ——为随物料特性不同而取的经验系数

$K$ 一般在0.02~1之间。物料均匀的，可取小一点，如0.1~0.3；物料不太均匀的，可取0.4~0.6；物料极不均匀的，可取0.7~1.0等。

**例如** 选取某较均匀的矿石样品时，其中最大颗粒直径约为20毫米，设 $K$ 值为0.1，问原始样品应选取多少公斤？送实验室的样品约需100克，问此样品最大颗粒的直径应不超过多少毫米？

**解** 原始样品的最低可靠量为：

$$Q = 0.1 \times 20^2 = 40 \text{ (公斤)}$$

送实验室的样品最大直径为：

$$d = \sqrt{Q/K} = \sqrt{0.1/0.1} = 1 \text{ (毫米)}$$

又如 某一样品，经粉碎后，其最大颗粒直径约为0.08毫米，设K值为0.05，问不失其代表性样品应选取的最低重量是多少克？

解 样品应选取的最低重量为：

$$Q = 0.05 \times 0.08^2 = 0.00032 \text{ (公斤)} = 0.32 \text{ (克)}$$

测定此样时，若称取0.5克仍不失其代表性。

从而看出：取样量的多少与物料的统一程度成反比，而与物料的最大颗粒直径的平方成正比。即物料越均匀取样量越少；物料颗粒越大则取样量就越多。

## 二、取样方法

### 1. 矿山取样

从矿山上采取平均试样进行化学分析的目的，是为了掌握整个矿山的化学成分的变化情况，为编制矿山网和制定开采计划提供必要和充分的分析数据。整个矿山矿石的质量往往差别很大，为充分利用矿山资源，可将矿山按质量情况分成若干网点，对各网点的矿石分别取样分析。生产中便可根据各网点的质量情况搭配使用。既保证矿石质量稳定又可使劣质矿石也充分发挥作用。

由于各矿山的情况不同，采样方法也不同，可根据矿层分析情况、矿层的不均匀程度、矿山大小等来制定取样方法。现将矿山取样的几种方法介绍如下：

(1) 沿矿山开采面分格取样法 分格取样，实际是指取样点分布的规律性。在沿矿山开采面划定的方格或菱形网格的各角，采取相等量的矿样，通常是每平方米面积上取一个样，合成样品。

(2) 刻槽取样法 此法就是在矿体的不同部位刻出规则的槽，刻槽时凿下的矿样作为样品。槽的断面一般是长方形。断面为  $3 \times 2$  厘米  $\sim 10 \times 5$  厘米，深度  $1 \sim 10$  厘米。刻槽前，应将岩石表面弄平扫净。

(3) 钻孔取样法 钻孔取样主要用于了解矿山的内部结构和成分变化情况。

(4) 炮眼取样法 在矿山放炮打眼时，取共凿出的碎屑细粉组合而成。

(5) 拣块取样法 就是在掌子面、爆堆上或破体的适当部位拣矿块做为样品（若整体矿应将表面的风化层去掉）。这种方法优点是简便易行，但不足之处是存有相当的主观性。取样人员必须是对矿山的质量情况相当熟悉、具有丰富的实践经验的人，方可取得有代表性的试样。尤其是矿山质量不太均匀，各矿层的成分变化较大时尤其要慎重。

### 2. 从车厢和小车中取样

首先将物料铲平。按图1-1-1选取取样点。

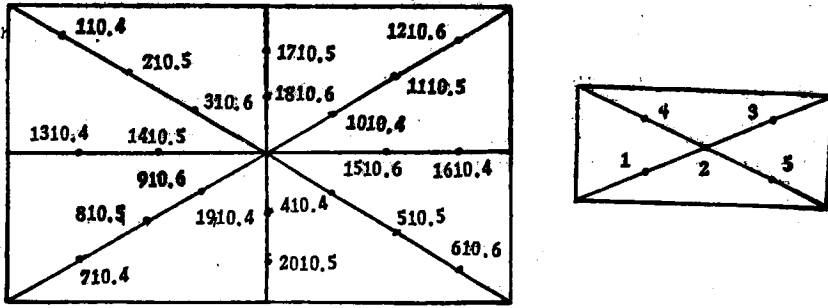


图 1-1-1 车厢A和小车B中取样点分布图

图中分子为取样点的号码分母为取样点离物料表面的距离(米)。然后按图中所示各点在每个车厢中取样。如有50个车厢,需取50个样。即在第一车厢的第一取样点处取样,自第二车厢中第二取样点处取样,余此类推。20个车厢中取样后各取样点都已取过一次,自第21车厢又从第一取样点开始重复进行。直至全部取完为止。

取次时,如系在刚装好的车厢中,物料尚未因沉落和运输而分层,可以在表面取样。各取样点的取样量一致。如物料既有粉状又有块状,取样既不能只取粉状也不能只取块状,应按其比例适当采取。将各点所取样品混合而成平均试样。

### 3. 从料堆上取样

从料堆上取样,首先在料堆的周围离堆底0.5米处划一条横线,然后依次每隔0.5米划一横线。再与横线垂直,每隔1~2米划一条竖线,选取竖线的交点作为取样点。如图1-1-2所示。

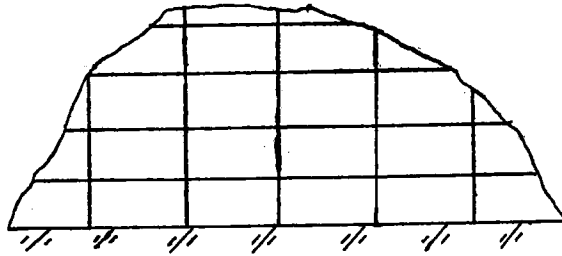


图 1-1-2 料堆取样示意图

堆放的物料原来就是不均匀的,在堆放过程中由于大小块的不同或比重不同,大块的物料从上滚下,聚集在料堆底部,而细粒堆集在中心,从而造成分层现象,增加了物料的不均匀性,因此必须从不同的部位取样。故从取样点取样时,应将表面剥去,在0.3~0.5米的深处用铁铲各取一分试样,各取样点所取之样混合而成平均试样。取样时应注意,若有块状物,也应按比例砸取之。如若表面杂质较多,使用时又不能将表层完全剥去,可考虑从表层取几个点使所取样和物料使用时条件尽量一致,以保其试样的代表性。

### 4. 从运输机上取样

在运输机上每隔一定时间采取一次试样,取样时可以将物料自输送带上按全宽拨下,混合而成。

物料在输送机上,由于输送带是运动着的,物料也会分层,大块靠近输送带的边缘而细

粒留在中心，因此必须全宽拨下方可不失其代表性。

### 5. 自小包中取样

许多物料包装成桶、袋等小包装。取样时则首先从一批包装中选定一定的包数从中取样，物料为粉状物时，可用探料钻(图1-1-3)。将探料钻插入包中，直至包底，在钻的凹处落入物料，可以从不同深度取得试样，将钻孔提起取出试样。

### 6. 从生产线上自动连续取样或瞬时取样

为了控制生产，各生产线都在其关键部位设有自动取样装置。如水泥厂在绞刀(螺旋输送机)的外壳上钻1~1.5厘米的小孔，放入一弹簧，利用绞刀转动使弹簧将物料弹出，流入取样桶内。相隔一定时间此样品就是这段时间内的平均试样。此种连续取样比较准确可靠，也可用人工定时取样(也称瞬时取样)，如半小时或一小时，将规定时间内所取个样各取相同数量混合，组成这段时间内的平均试样。

取样用的工具一般可用卷边的锹和铲，它的大小应一次在一个取样点取足所需数量的试样，不许可用过大的锹与铲，因为这样难于从不同部位取得相同重量的试样。

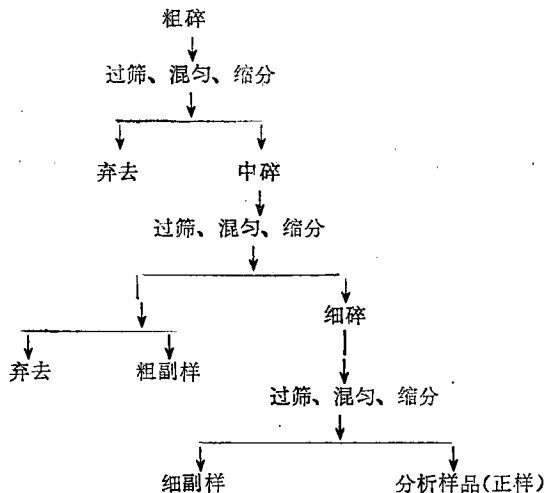


图1-1-3 探料钻

## 第二节 试样的制备与保管

### 一、试样的制备过程

初次采来的平均试样，一般数量都很大，组成也不均匀。而供分析用的试样，量不是很大但组成却是非常均匀的而且是很细的粉末。这样取很少量试样(0.1~1.0克)做出的结果才有代表性。对于组成不均匀的试样，必须经过一定程序的加工处理，才能做出供分析用的试样。分析试样的制备过程如下：



## 1. 破碎

试样破碎可用机械破碎，也可用人工破碎，对大颗粒的样品，一般先以颚式破碎机或在钢板上用铁锤粗碎，对颗粒在10毫米以下者，可用轧辊式破碎机或用铁锤击破。每次破碎完毕，应将试样全部通过指定的筛子（标准筛如图1-1-4）。首先用较粗的筛子，随着试样颗粒的减小，选用的筛孔数目应逐渐增加（孔径逐渐减小）。当破碎至2~3毫米时可用球磨机、圆盘粉碎机、磁研钵或玛瑙研钵研细，最后使样品全部通过0.08毫米孔径的方孔筛。分析用分样筛各筛号的孔径见表1-1-1。

表1-1-1

分析用分样筛号及孔径

筛号 (网目)	孔径 (毫米)	筛号 (网目)	孔径 (毫米)	筛号 (网目)	孔径 (毫米)
3 $\frac{1}{2}$	5.66	20	0.84	100	0.149
4	4.76	25	0.71	120	0.125
5	4.00	30	0.59	140	0.105
6	3.36	35	0.50	170	0.088
8	2.38	40	0.42	200	0.074
10	2.00	45	0.35	230	0.062
12	1.68	50	0.297	270	0.053
14	1.41	60	0.250	325	0.044
16	1.19	70	0.210	400	0.037
18	1.10	80	0.177	—	—

试样在破碎过程中，要不使其失去代表性，这与分析结果的准确性同等重要。要确保试样组成不发生改变，必须注意以下几点。

(1) 不得混入其它杂质，因此在破碎、磨细样品之前，应将所用之设备与物品，用刷子刷洗干净，不得有残存的其它物质，然后用待磨试样洗刷1~2次，弃去，方可开始正常工作，破碎过程中，由于破碎器的磨损而可能使样品中铁的含量增加，因此破碎器的材料最好是锰钢的。一般情况下，如样品中不含金属铁或磁铁成分时，可以在分析前以吸铁石吸去由于破碎器磨损而掉落的铁。

(2) 在破碎过程中应尽量减少小块试样和粉末的飞溅。

(3) 试样中质地坚硬的组分难以破碎，因此过筛时必须使试样全部通过筛子，不得弃去难磨组分。

(4) 如果样品过于潮湿，致使粉碎、研细与过筛发生困难者（如发生粘结、堵塞等现象），应先将样品干燥，然后在进行处理。如系大量样品可将其摊开在空气中甩干；如系小量样品可放烘箱中干燥，一般在105~110℃的温度下进行。但对易分解的样品如石膏等应放在较低温度下进行。对吸水较强的样品可在较高温度下如120~130℃烘干。

## 2. 混合

经破碎过筛后的试样，应加以混合，使其组成均匀。混合可以人工进行。对于试样量较大的，可在平坦、光滑、干净的地板上，用锹取样将其堆成一个圆锥形。堆时每一锹都应倒

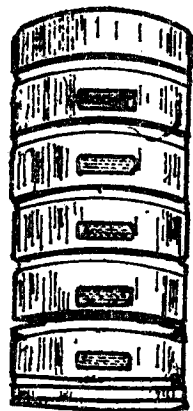


图1-1-4 标准筛



至堆顶，使试样绕堆四周下落。当全部试样都堆成一堆后，再用锹将此堆以同样的方法堆成另一锥形。如此反复进行，直至混合均匀。对于少量试样的混合，可在光滑、干净的纸上或塑料布上用掀角法进行混匀。即试样放在纸或塑料布上，提起纸或塑料布的一角，使试样滚到对角，然后提起对角，如此进行3~4次之后，将试样留在中央，然后用另外两个对角如此反复进行3~4次，使试样充分混匀后进行缩分。

### 3. 缩分

所取试样没有必要全部加工成分析试样，经破碎、混合过的试样，随着颗粒越来越小，其组成也就越来越均匀。可将试样不断的缩分，以减少试样的处理量。缩分时，保留的具有足够的代表性的样品的最低可靠重量。仍按取样公式 $Q = kd^2$ 计算。其中样品的最大颗粒直径 $d$ ，以粉碎后样品能全部通过的孔径最小的筛号的孔径为准。

缩分的方法有以下几种：

(1) 锥形四分法 (如图 1-1-5) 将混合均匀的试样堆成圆锥形。用铲子或木板将锥顶压平，使成为截锥体。通过截面上相垂直的两条直径将试样分成四等分，去掉任一相对的二等分。再将剩余的二等分混合，堆成圆锥体，如此重复进行，直至缩分到所需数量为

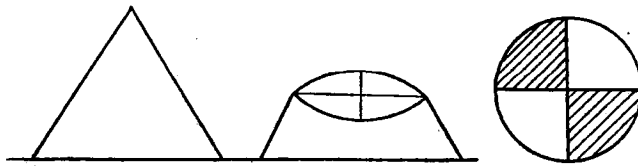


图1-1-5 锥形四分法

止。再磨碎、混合、缩分至规定粒度与重量。

(2) 挖取法 (正方形法) 将混合均匀的试样，铺成正方形或长方形的均匀薄层，并将其划分成若干个小正方形。用小铲将每一定间隔的小正方形中的样品全部取出 (如图 1-1-6)，放在一起再进行混匀，如此反复进行。缩分少量样品常用此法。

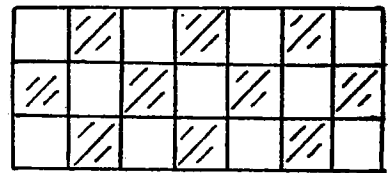


图1-1-6 挖取法

(3) 分样器缩分法 分样器品种很多，最简单的是槽形分样器 (如图 1-1-7)。分样器中有数个左右交替的用隔板分开的小槽 (一般不少于10个而且必须都是偶数)。在下面的两侧分别放有承接的样槽。将样品倒入分样器中后，试样即从两侧流入两边的样槽中，于是把试样均匀的分成两等分。

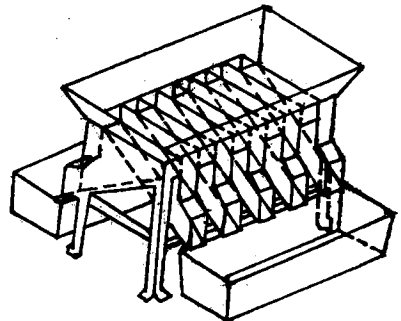


图1-1-7 槽形分样器

用分样器缩分试样时，不必预先混合均匀即可直接进行缩分。但缩分试样的最大颗粒直径不应大于格槽宽度的 $\frac{1}{2} \sim \frac{1}{3}$ 。

## 二、试样的保管

试样处理完毕经缩分成两份，分装在两个磨口玻璃瓶中一瓶送化验室进行分析，一瓶保