



中华人民共和国专业标准

ZB-D 51004-86

HGT/T 3575-86

蛇纹石矿石分析方法

Analytical methods for serpentine ores

1986-12-20 发布

1987-09-01 实施

中华人民共和国化学工业部 批准

本标准适用于蛇纹石矿石中硅、钙、镁、铝、镍、铁、吸附水含量及烧失量的测定。

1 蛇纹石矿石硅含量的测定（高氯酸脱水重量法）

本方法参照采用ISO 5890—1981《锰矿石和精矿硅含量的测定——重量法》。

1.1 方法提要

试样用盐酸分解，残渣用碳酸钠熔融后，以原溶液浸出，加高氯酸蒸发冒烟，使硅酸脱水，过滤，灼烧，称重，加氢氟酸除硅，由氢氟酸处理前后的重量差，计算二氧化硅的含量。

1.2 试剂

- 1.2.1 无水碳酸钠 (GB 639—77)；
- 1.2.2 盐酸 (GB 622—77)： ρ 1.19g/ml (1 + 1)；
- 1.2.3 盐酸 (5 + 95)；
- 1.2.4 高氯酸 (GB 623—77)：70%；
- 1.2.5 硫酸 (GB 625—77)： ρ 1.84g/ml；
- 1.2.6 氢氟酸 (GB 620—77)：40%。

1.3 试样

试样通过106mm筛孔，于105~110℃烘至恒重，置于干燥器中。

1.4 分析步骤

1.4.1 称取0.5g试样（称准至0.0002g），置于250ml烧杯中。

1.4.2 加少量水润湿试样，盖上表面皿，缓缓加入30ml盐酸（1.2.2），置于电热板上，加热至微沸，用少量水冲洗表面皿，用中速定量滤纸过滤，用热水洗涤烧杯及残渣各3~4次。将滤液和洗液转入原烧杯中保存。

1.4.3 将残渣和滤纸转入铂坩埚中，仔细干燥，灰化，置于马弗炉内，于850℃灼烧30min，取出冷却。

1.4.4 加入3g无水碳酸钠（1.2.1），混匀，覆盖1g无水碳酸钠，盖上坩埚盖，置于马弗炉内于950℃熔融30min。取出，冷却，将坩埚放入原烧杯中低温加热浸取，用水洗出坩埚及盖，加20ml高氯酸（1.2.4）。

1.4.5 盖上表面皿（留一条缝），置于电热板上，加热至冒高氯酸浓厚白烟15min，取下冷却（由于高氯酸用量较大，注意通风安全）。

1.4.6 加5ml盐酸（1.2.2）、50ml热水，用少量水冲洗表面皿，搅拌使盐类溶解，用中速定量滤纸过滤，用带橡皮头的玻璃棒擦净烧杯壁上的沉淀，合并到滤纸上，用热盐酸（1.2.3）洗涤沉淀5~6次，再用温水洗10次以上，保留滤液及洗液。

注：必须洗净高氯酸，以防干燥，灰化时崩溅。

1.4.7 于滤液及洗液（1.4.6）中加入10ml高氯酸（1.2.4），以下按分析步骤（1.4.5）~（1.4.6）重复操作。

1.4.8 将两次所得沉淀置于原铂坩埚中，仔细干燥、灰化后，置于马弗炉内于1000℃灼烧30min，

取出，置于干燥器中冷却至室温，称重，重复灼烧至恒重。

1.4.9 用少量水润湿沉淀，加3~5滴硫酸(1.2.5)，10ml氢氟酸(1.2.6)，加热蒸发冒尽白烟后，将坩埚置于马弗炉内于1000℃灼烧30min，取出，置于干燥器中冷却至室温，称重，重复灼烧至恒重。

按整个分析步骤进行空白试验。

1.5 分析结果计算

二氧化硅(SiO₂)含量(X₁)以质量百分数(%)表示，按式(1)计算：

$$X_1 = \frac{(m_1 - m_2) - (m_3 - m_4)}{m} \times 100 \dots\dots\dots (1)$$

式中：*m*₁——氢氟酸处理前沉淀与铂坩埚的重量，g；
*m*₂——氢氟酸处理后沉淀与铂坩埚的重量，g；
*m*₃——氢氟酸处理前试剂空白与铂坩埚的重量，g；
*m*₄——氢氟酸处理后试剂空白与铂坩埚的重量，g；
m——试样重量，g。

1.6 容许差

本方法平行测定结果的二氧化硅容许差值在0.55%(绝对值)以内，取平行测定结果的算术平均值作为测定结果。

2 蛇纹石矿石硅含量的测定(氟硅酸钾容量法)

2.1 方法提要

试样用氢氧化钠熔融，水浸取酸化，在硝酸溶液中加氯化钾与氟化钾，使硅酸以氟硅酸钾形式沉淀，经过滤洗涤，除去游离酸，将氟硅酸钾沉淀置于沸水中水解，用溴百里香酚蓝-酚红作指示剂，用氢氧化钠标准溶液滴定所析出的氢氟酸。

2.2 试剂

2.2.1 氢氧化钠(GB 629—81)。

2.2.2 硝酸钾(GB 647—77)。

2.2.3 盐酸(GB 622—77)；ρ1.19g/ml。

2.2.4 硝酸(GB 626—78)；ρ1.40g/ml。

2.2.5 无水乙醇(GB 678—78)；95%。

2.2.6 苯二甲酸氢钾(GB 1257—77)。

2.2.7 酚酞(HGB 3039—59)；0.5%。

2.2.8 氯化钾(GB 646—77)。

2.2.9 氯化钾：25%。

2.2.10 氟化钾(GB 1271—77)。

2.2.11 氟化钾：20%。称取40g氟化钾(2.2.10)(KF·H₂O)置于塑料杯中，加入150ml水和50ml硝酸(2.2.4)，加氯化钾(2.2.8)至饱和，放置30min，用快速滤纸过滤，滤液于塑料瓶中保存备用。

2.2.12 硝酸钾-氟化钾洗液：称取5g硝酸钾(2.2.2)和2g氟化钾(2.2.10)，置于塑料烧杯中，加入100ml水至溶解(加几滴甲基红指示剂，用5%氢氧化钠和1N盐酸调至黄色)。

2.2.13 氯化钾乙醇洗液：量取50ml乙醇(2.2.5)，加50ml水，加入氯化钾(2.2.8)至饱和(加几滴甲基红指示剂用0.1N氢氧化钠和0.1N盐酸调至黄色)。

2.2.14 甲基红：0.5%。称取0.5g甲基红，溶于20ml乙醇(2.2.5)，用水稀释至100ml。

2.2.15 溴百里香酚蓝-酚红指示剂：称取0.09g溴百里香酚蓝和0.11g酚红，溶于20ml乙醇(2.2.5)和20ml水，用0.1N氢氧化钠调至鲜明紫色，用水稀释至100ml(可使用一个月)。