



矽线石含量分析方法的研究和测定

本试验是针对平山县罗圈矿区的,该矿区的矿物组合为矽线石、石英、钾长石、白云母黑云母、钛磁(赤)铁矿等矿物。本方法用氢氟酸为选择性溶剂,先将样品经过800℃以上的高温灼烧,而后再用氢氟酸在室温下浸泡,过滤分离其它含铝矿物,用EDTA容量法测定出矽线石中三氧化二铝含量,换算出矽线石含量。

(一) 选择性溶解最佳条件的选择

称0.1克样品,用2:1氢氟酸3毫升室温下浸泡15小时,则有18—40%的白云母分离不净,室温浸泡48小时,仍有5%的白云母分离不净,如果浸泡15小时后放在水浴上加热1小时,白云母能够被溶解分离,但是矽线石的溶解度急剧增加,从2%增至25—32%。本方法选用称0.1克样品在铂坩埚中,先在850℃灼烧1小时,而后再在室温用2:1氢氟酸3毫升浸泡15小时为矽线石的选择性溶剂和分离条件。在此条件下该矿区的其它含铝矿物,都能够被溶解分离,而矽线石溶解度只有2%。

(二) 矽线石溶解度影响因素试验

在本方法选用的溶解分离条件下:

1. 矽线石的溶解度同浸泡时间成正比。
2. 在5—32℃范围内矽线石的溶解度随着浸泡温度的增高而加大。
3. 加大2:1氢氟酸的用量6—9毫升,对矽线石的溶解度没有影响。
4. 除以上几个因素外,矽线石的溶解度还受

样品粒度的影响,矽线石粒度越小溶解度越大。本方法要求样品粒度在—200目。

(三) 矽线石样品分析

盐酸——硼酸混合溶液:1:9盐酸100毫升加4克硼酸加热溶解。

醋酸——醋酸钠缓冲溶液: pH5.9。

称取0.1克试样于铂坩埚中,将坩埚放入马弗炉中升温至850℃灼烧1小时。取出冷却后加2:1氢氟酸3毫升搅匀,放置约15小时后,用慢速定量滤纸加少许纸浆过滤,将坩埚内残渣全部移到滤纸上,用热盐酸——硼酸混合溶液洗残渣及滤纸4—5次,而后用热水洗至无酸性。将滤纸及残渣放在银坩埚中灰化,加6—8克氢氧化钾低温放入马弗炉中,升温至350℃控制20分钟以便除水份,继续升温至750℃熔融30分钟,取出冷却后,用沸水浸提至100毫升容量瓶中,冷却后稀释至刻度摇匀放置澄清。分取清液20毫升,加8毫升盐酸酸化,加入0.04M EDTA溶液40毫升、用水稀释至150毫升,加热近沸取下,加几滴二甲酚橙指示剂,以氨水调节溶液由黄色刚变紫色,加入12毫升pH5.9的缓冲溶液,加热煮沸15分钟保温30分钟,取下自然冷却后,补加几滴二甲酚橙指示剂,先用0.03M醋酸锌溶液滴定至近终点,然后用0.01M标准醋酸锌溶液滴定至溶液由黄色刚变红紫色。加入20%氟化钾溶液10毫升,加热煮沸2分钟,取下稍冷补加几滴二甲酚橙指示剂,以0.01M标准醋酸锌溶液滴定至终点,记下此次读数计算矽线石含量。(下转160页)

(上接157页)

$$\text{矽线石}\% = \frac{M_{\text{ZnAc}} \times V_{\text{ZnAc}} \times \frac{\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot \text{SiO}_2}{2000}}{\text{分取样重(克)}} \times 100 \times \text{校正系数}$$

样品分析结果对比

编号	本方法	磷矿队方法	编号	本方法	磷矿队方法
	矽线石%	矽线石%		矽线石%	矽线石%
1	35.95	36.49	6	14.19	14.82
2	30.14	31.35	7	7.54	7.75
3	10.94	11.55	8	64.09	64.90
4	3.23	3.07	9	37.88	38.22
5	33.65	34.57	10	20.42	20.30

(四) 讨论:

0. 如有铁铝榴石存在, 可将炉温升至 1000℃ 灼烧 1 小时, 按本方法条件可分离掉。对矿物组合相同的兰晶石也可应用此方法, 兰晶石的溶液度约 %。

2. 采用先灼烧后冷浸, 不但可将干扰矿物白云母等分离, 且可降低矽线石溶解度较稳定。

3. 通过对矽线石纯矿物的回收试验, 用氢氟酸浸泡样品时, 室温在 6—20℃ 矽线石校正系数可采用 1.015, 室温在 20—30℃ 采用 1.02。

(河北省地质局实验室 黄瑞芳 供稿)