

氟硅酸钾容量法中沉淀条件的改进

俞宗寿

安徽省地矿局区域地质调查队化验室

近十年来,我室一直采用氟硅酸钾法测定岩石矿物中的二氧化硅。在工作中我们发现,沉淀体系中大量钾盐的存在是保证分析质量的一个十分重要的环节。这一点资料⁽¹⁾⁽²⁾中均有介绍。采用氢氧化钾熔矿,在试样熔块提取酸化后,须加入固体氯化钾至饱和。由手册⁽³⁾可知,氯化钾在水中的溶解度随温度而异,氯化钾的加入量难以控制,少了会使氟硅酸根沉淀不完全从而导致分析结果偏低,多了则会给后来沉淀的过滤和洗涤增加困难影响分析质量。工作中,我们原采用先加入一定量的固体氯化钾待搅拌溶解后,再逐步补加至饱和。这样一批分析样品(一般20—30个)所需搅拌氯化钾的时间就要耗去两小时或更长,劳动强度也较大。本人在工作中发现,加入一定体积的氯化钾饱和溶液于沉淀体系中,可使劳动强度降低,操作流程缩

短。又由于该氯化钾饱和溶液中氯化钾的溶解量随温度自然调节,从而使分析质量得以保证。笔者已用本法获得令人满意的结果。用本法所得的分析结果,以及和原法的结果对照,分别如表1和表2所示。

使用本法的具体步骤如下:

称取0.1000克试样于银坩埚(或镍坩埚中),然后滴入2—3滴无水乙醇,加入1.5克氢氧化钾(一般为7粒左右)。于马弗炉中低温升至650℃熔融并保持20分钟。取出坩埚,待冷至室温后,擦尽坩埚底并将其置于250毫升塑料烧杯中,加入10毫升沸水于坩埚中,再缓缓加入10毫升盐酸,用少许水(不大于10毫升)洗出坩埚,再加入10毫升已加热近沸的饱和氯化钾溶液摇匀。下同资料⁽³⁾所述程序。

表1 分析结果

分析编号	SiO ₂ %		标准偏差	相对标准偏差	置信范围 (置信度95%)	推荐值 (SiO ₂ %)
	测定结果	平均值				
BH0120—2W	1.41 1.34	1.34	0.06	4.48	1.34±0.06	1.28
	1.41 1.27					
	1.34 1.27					
EH137-1	44.63 44.63	44.51	0.13	0.29	44.51±0.14	44.43
	44.42 44.42					
	44.63 44.35					
含铂粗面岩	73.13 72.99	73.02	0.13	0.18	73.02±0.14	73.11
	72.92 72.99					
	73.21 72.85					

表2 分析结果对照

分 析 编 号	SiO ₂ %				误 差	推荐值 (SiO ₂ %)
	原 法		本 法			
	测定结果	平均值	测定结果	平均值		
86H0441	21.20 21.43	21.32	21.34 21.20	21.27	-0.05	
86H0444	67.58 67.29	67.44	67.15 66.87	67.51	+0.07	
86H0447	52.64 52.78	52.71	52.92 52.92	52.92	+0.21	
86H0450	16.65 16.46	16.56	16.57 16.50	16.54	-0.02	
86外123	44.17	44.17	44.32	44.32	+0.15	
BH137-1	44.53	44.53	44.63	44.63	+0.10	44.43
BH0120-2W	1.35	1.35	1.35	1.35	0	1.28

参 考 文 献

〔1〕 安徽省地矿局测试中心, 矿物岩石分析,
P. 158, 1984。

〔2〕 湖北省地质实验室, 矿物岩石分析, P.
342, 1972。

〔3〕 常文保、李克安, 简明分析化学手册, P.
64—65, 北京大学出版社, 1981。