

锆英石单矿物全分析

锆英石 (ZrSiO_4) 为锆的硅酸盐矿物, 其主要成份为 (Zr 、 Hf) O_2 56—67%、 SiO_2 30—33%。伴生元素有: Fe_2O_3 、 Al_2O_3 、 TiO_2 、 CaO 、 MgO 、 MnO 、 P_2O_5 , 并含有稀土、铀、钍、铍、锡等。

主元素含量较高, 伴生元素含量极微, 样品重量提供又少, 这些都给锆英石单矿物分析带来很多困难。

为减少样品用量并缩短全分析流程, 我们采用了多种分析手段相互配合, 比较合理的确定了锆英石单矿物中主、次及微量元素的分析方法。

主、次元素分析简要流程如下:

20—50毫克样品, 用 1 克氢氧化钠和 0.6 克过氧化钠, 在石墨坩埚熔融或者用 1 克过氧化钠在铂金坩埚半熔, 用少量沸水浸取, 转入 50 毫升聚四氟乙烯小烧杯中煮沸, 驱尽过氧化氢, 用聚四氟乙烯漏斗过滤入预先盛有 10% 盐酸 80 毫升 (最后制备成 2—4% 盐酸溶液) 的 200 毫升容量瓶——溶液 [A]。沉淀用盐酸溶解, 制备成 20% 盐酸溶液——溶液 [B]。

铈、稀土、铀、钍、钪等微量元素用火法质谱法测定, 得到了比较满意的结果。仅取 1—5 毫克的样品就可同时准确测定锆英石微量元素。

溶液 [A] 测定项目:

1. 分取部分溶液用硅钼兰比色法测定

二氧化硅。

2. 分取部分溶液用铬天青 S-溴化十六烷基吡啶, 在 pH 6.2 的醋酸-醋酸铵缓冲液介质中比色测定三氧化二铝。

3. 磷钒钼兰比色测定五氧化二磷。

4. 分取部分溶液, 用原子吸收法测定氧化锰。

溶液 [B] 测定项目:

1. 锆 (铪) 的测定: 分取溶液若干毫升 (相当 20 毫克样品), 加入 ZrO_2 20 毫克 (用 $\text{ZrOCl}_2 \cdot 8\text{H}_2\text{O}$ 配制成 1mg/ml ZrO_2 的 20% 盐酸溶液。取出 30 毫升与样品测定同时进行标定)。采用苦杏仁酸沉淀锆 (铪) 重量法测定之。

2. 二氧化铪测定: 用阳离子交换薄膜交换吸附 $\text{Zr}(\text{Hf})\text{O}_2$, X-荧光光谱法测定之。

3. 分取部分溶液用磺基水杨酸比色法测定三氧化二铁。

4. 分取 25 毫升溶液加入 0.05 mol/L EDTA 2ml (消除锆 (铪) 的影响); 用二安替比林甲烷比色法测定二氧化钛。

5. 分别吸取溶液 [A] 和 [B] 合并后, 原子吸收法测定氧化钙和氧化镁。

采取本系统流程, 所测全分析结果如下表。

本方法流程测定元素多, 锆英石单矿物还有的伴生元素如 V、Sn、W 等均可在系统中测定, 省样, 结果令人满意。

全 分 析 结 果

含量% 样号	元素 Zr(Hf)O ₂	HfO ₂	SiO ₂	Tl ₂ O ₃	Al ₂ O ₃	TiO ₂	CaO	MgO	MnO
I	66.51	—	32.66	0.20	0.12	0.003	0.10	0.074	<0.02
II	65.00	1.50	32.56	0.26	0.46	0.48	1.11	0.029	0.016
含量% 样号	元素 P ₂ O ₅	RF ₂ O ₃	U ₃ O ₈	ThO ₂					总 和
I	0.022	0.069							99.76
II	—	0.67	0.14	0.17					100.90

刘德慧 詹秀春 地矿部岩矿测试研究所