

复杂矿石中滑石的测定

郑大中

地矿部成都综合岩矿测试中心, 610081

摘要 含滑石复杂矿石试样经 650℃ 焙烧, 使其中绿泥石、菱镁矿等变得能迅速溶于 1+1 HCl 中, 而滑石溶解率很低。残渣用 HF-HClO₄ 或 KOH 处理, 用火焰原子吸收法或滴定法测定 MgO, 计算滑石量。10 余种共存矿物在一定范围内不干扰测定。

关键词 滑石 镁 复杂矿石 火焰原子吸收法 滴定法

滑石矿中滑石 $\text{Mg}_3[\text{Si}_4\text{O}_{10}](\text{OH})_2$ 含量的测定已有报道^[1-3], NH_4Cl ^[1]法对含白云石、方解石类试样效果良好, 但对含绿泥石、菱镁矿、蛇纹石的样品效果不佳。HCl 长时间加热法^[2]对沉积型滑石的溶出率较大, 测定结果普遍偏低, 再现性差。 HClO_4 -HCl-热重法^[3], 对滑石-碳酸盐类样品较适用, 但对滑石-硅酸盐类样品则不适用, 这是因为滑石单矿物的纯度对热失重温度有影响, 在 600—1050℃ 失重的硅酸盐矿物较多^[4-5]。此外, 可溶性硅酸析出后, 在这一温度区间也有失重^[6]。

本文利用绿泥石、菱镁矿、白云石、蛇纹石与滑石热稳定性差异及它们的焙烧产物在沸酸中溶解速度的差异, 采用控温焙烧、沸酸快速分解的方法, 使滑石与上述干扰矿物有效分离, 然后用 AAS 法或络合滴定法测定残渣中 Mg, 求得滑石含量。方法快速、简便, 经用于复杂矿石中滑石含量的测定, 获得满意结果。

实验部分

一、仪器及工作条件

日立 180-80 原子吸收光谱仪, 镁空心阴极灯 (上海电光器械厂产)。

燃气: 空气 (1.60 kg/cm²)-乙炔 (0.2

kg/cm²); 分析线波长: 202.6nm; 灯电流 7.5mA; 狭缝宽 2.6nm; 塞曼效应自动扣除背景, 曲线方程, 积分 10s, 浓度直读打印出分析结果。

二、矿物和试剂

滑石 (MgO 31.24%, FeO 0.08%, CaO 0.03%, Fe₂O₃ 0.17%, Al₂O₃ 0.35%, 灼减量 5.53%), 纯度 98.00%, -160 目; 绿泥石 (MgO 16.32%), -150 目; 菱镁矿, 纯度 96.53%, -150 目; 白云石, 纯度 98.22%, -150 目; 蛇纹石 (MgO 39.00%), -150 目。

Mg 标准溶液 1mg MgO/ml, 取于 800℃ 新灼烧并冷却的 MgO 溶于 HCl 中, 制成含 1% HCl 的标准溶液。

三、实验方法

按分析手续, 并根据实验需要改变相应的个别条件。

实验结果

一、试样的焙烧

室温下用 20ml (1+1) HCl 直接浸取菱镁矿、绿泥石 14h, 溶出率均低于 30%; 在电炉上加热煮沸, 可大大提高其溶解速度。煮沸 12min, 100mg 菱镁矿溶出 47.5%, 20mg 绿泥石溶出 76.5%, 而此时 200mg 滑石已溶出 4.8%。这表明, 样品直接用 HCl 处理,

效果不理想。

我们曾用控温焙烧-铵浸的方法^[7],使Mg的碳酸盐与Mg的磷酸盐及Mg的硅酸盐定量分离。因此,本文仍用焙烧的办法,使菱镁矿 $MgCO_3$ 变为 MgO ,绿泥石 $n(Mg,Fe)O \cdot m(Al,Fe)_2O_3 \cdot pSiO_2 \cdot qH_2O$ 以及蛇纹石 $Mg_3[Si_2O_5](OH)_4$ 晶格破坏、脱水,亚铁被氧化,矿粒呈多孔状,使它们在HCl中的溶解速度剧增(表1)。而滑石的热稳定性高^[4],在规定条件下并无变化,在HCl中溶解速度仍较慢。控时快速(4min)分解,即可使滑石与上述干扰矿物有效分离。

实验表明:焙烧温度如低于600℃,焙烧时间少于30min,绿泥石、蛇纹石晶格未彻底破坏,Mg的碳酸盐分解不完全;焙烧温度如高于700℃,热解出的 MgO 又可能与硅质化合,在酸中溶解速度减慢,均影响分离效果。以逐渐升温至650℃,并保持此温度30min为宜。

二、矿物的选择性溶解

实验结果(表1)表明:焙烧过的矿物以HCl(1+1)在室温下溶解,100mg菱镁

矿、白云石立即溶解,20mg绿泥石8h才基本溶完,而10mg蛇纹石溶完所需时间更长。在电炉上加热溶解,虽可使50mg绿泥石、10mg蛇纹石在3min内溶完,但滑石的溶出率较高。在沸水浴上加热4min,可使50mg绿泥石、10mg蛇纹石完全溶解,200mg滑石的溶出率为0.9%,因此,以在沸水浴上溶解为宜。加热的时间与滑石的溶出率成正比,故用秒表严格控制加热时间。溶毕后应立即过滤,使酸液尽快与残渣分离。在规定条件下溶出的少量滑石,可在结果中校正。

实验表明:5—7 mol/L HCl加入15—25ml,取样量50—200mg,对滑石的溶出率影响不大,这是因为溶剂已高度过量,在预先加热煮沸和加热选择溶解过程中其浓度逐渐趋于一致。样品粒度对干扰矿物的定量分离及滑石的溶出率均有影响,但在-150目至-170目范围内影响不大,在实际工作中采用-160目。

三、共存矿物的影响

考察了15种常与滑石伴生或共生的矿物对测定滑石的影响。实验结果表明,其量

表1 650℃焙烧后矿物的溶解率^①(%)

矿物名称	重量(mg)	A		B		C	
		溶解率	备注	溶解率	备注	溶解率	备注
菱镁矿	50	100.0	溶解迅速	100.0	溶解迅速	100.0	溶解迅速
	100	100.0		100.0	同上	100.0	
白云石	50	100.0		100.0	同上	100.0	
	100	100.0		100.0	同上	100.0	
绿泥石	20	100.0	溶解缓慢	100.0	1.5min溶完	100.0	4min溶完
	50	98.5		100.0	同上	100.0	
蛇纹石	10	80.0		100.0	3min溶完	100.0	
	20			90.0		87.5	
滑石	100	1.8		2.7		1.0	
	200	1.5		2.5		0.9	
	200					1.8	加热8min
	200					2.7	加热12min
	200					3.5	加热16min

① A的试验条件为20ml (1+1) HCl,室温溶8h。B的试验条件为20ml沸(1+1)HCl,电炉加热3min。C的试验条件为20ml沸(1+1)HCl,沸水浴加热4min。

(mg) 在下列范围内没有影响: 菱镁矿、白云石、方解石、石英 (100), 绿泥石、高岭石、长石、菱锰矿、软锰矿、菱铁矿、黄铁矿、褐铁矿、磷灰石、有机碳 (50)、蛇纹石 (10)。

四、高含量Mg的测量

火焰原子吸收法, 一般用于低含量Mg的测定, 如选用次灵敏线 202.6nm, 并适当延长积分时间, 或用分析线 285.2nm 塞曼效应偏光弱原子吸收测量^[8], 则均可准确测定高含量 Mg。

络合滴定法测定高含量Mg是很成熟的, 但对于含Al量高的样品, 加入三乙醇胺后有白色胶状Al(OH)₃析出, 严重吸附Ca²⁺、Mg²⁺, 使滴定终点返色, 测得结果偏低。当Al(OH)₃析出时, 如以甲基橙为指示剂, 用(1+1) HCl将其溶解并使溶液变为红色, 再加入pH为10的NH₄OH-NH₄Cl缓冲溶液即可避免。这表明三乙醇胺络合Al有个过程和一定条件。亦可在加入三乙醇胺之前, 加入适量酒石酸盐与Al络合消除其影响。

五、滑石含量的计算

在规定条件下, 滑石的溶出率为0.9% (表1), 因此, 滑石含量的计算按下式进行:

$$\text{滑石}\% = \text{MgO}_{\text{滑石}}\% \times 3.1366 \times 1.009$$

若按用户要求已测总镁量, 则可测定

HCl 浸出液中的Mg量, 差减求得滑石含量, 这样更为简便。

六、准确度实验

用人工模拟样品对本法的准确度及合理性进行了考察, 从所得结果表2表明, 本法准确度良好。

本法用于四川秀山复杂矿石中滑石的大批分析及其选矿样品的原矿、中矿、精矿、尾矿样品的分析, 所得结果的准确度、精密度良好, 选矿实验的滑石浓度平衡良好, 表明方法具有较高的合理性。

分析手续

称取0.2000g样品(-160目)于10-15ml 光洁的瓷坩埚中, 置于马弗炉中逐渐升温至650℃, 保持30min, 取出, 冷却, 将样品转移至200ml烧杯中, 以少量50%乙醇使样品湿润分散开, 加入煮沸的(1+1) HCl 20ml, 摇匀, 置于沸水浴上溶解4min (其间摇动3次), 立即取下并用中速滤纸过滤。此段分相操作宜分批进行, 每批处理限在5件以内。用小片滤纸及淀帚将余渣转移至漏斗上, 再以水洗涤7-8次, 将余渣连同滤纸放入原焙烧瓷坩埚中, 逐渐升温至650℃灰化, 冷却, 将余渣转移至100ml 聚四氟乙烯杯中, 加入7-8ml HF及3ml HClO₄, 摇匀, 置电热

表2 模拟样品分析结果

编号	模拟样品组成(mg)					测得值(mg)
	菱镁矿	白云石	绿泥石	蛇纹石	滑石●	
1	50	50	50		50	49.68
2	75	75			50	49.94
3	40	40	50	10	60	58.10
4	100	30	10		60	58.62
5	10	70	40		80	78.56
6	20	40	30	10	100	96.90
7		40	40		120	117.28
8	50			10	140	137.42
9			30	10	160	156.54
10		10		10	180	176.66

● 滑石单矿物纯度98.00%。

板上加热分解,并蒸发至 HClO_4 白烟基本冒尽,取下冷却,加入3—5ml (1+1) HCl ,加热溶解盐类,以水定容为100ml。也可将余渣连同滤纸放入银坩埚中灰化,然后加入3—4g KOH ,逐渐升温至 650°C 熔融10min,使样品完全分解,取出冷却,以沸水浸取, HCl 酸化,以水定容为200ml。分取部分溶液用火焰原子吸收法或络合滴定法测定滑石中 Mg 。

参 考 文 献

- 〔1〕 郑大中、顾锦元,《岩石矿物及测试》,1981, 3(1), 89。

〔2〕 岩石矿物分析编写小组编,《岩石矿物分析》,地质出版社,1974, 106—111页。

〔3〕 张映宿,《地质实验室》,1988, 4(4), 220。

〔4〕 黄伯龄 编著,《矿物差热分析鉴定手册》,科学出版社,1987, 498—528页。

〔5〕 辽宁省地质局中心实验室编,《矿物差热分析》,地质出版社,1975, 156—233页。

〔6〕 建筑材料科学研究院编著,《水泥化学分析》,中国建筑工业出版社,1982, 243页。

〔7〕 郑大中、郑若锋,《冶金分析》,1990, 10(2), 56。

〔8〕 杨重九,《第三届原子光谱分析学术报告会论文摘要集》,1989, III AA-3。

〈收稿日期:1990年10月5日〉

Analysis of Talc in Complex Ores

Zheng Dazhong

(Chengdu Comprehensive Center of Rock and Mineral Testing, Ministry of Geology and Mineral Resources, Chengdu, Sichuan 610081)

After roasted at 650°C , chlorite, baudisserite etc. in the complex ore samples can be dissolved instantly in boiling (1+1) HCl and talc remains insoluble. The residue is treated with HF-HClO_4 or KOH . Mg in talc is determined by flame AAS or titrimetry. Interferences of coexisting minerals were studied and tolerable amounts were given.

Key words: talc, complex ore, flame AAS, titrimetry.