

豫西南矽线石物相分析方法研究

程广才^① 阮福增

河南省地矿厅第4地质调查队 南阳 473056

摘要 以豫西南地区4个矿区的矿物组合为依据,建立了铝量法测定矽线石含量的物相分析方法。对比了不同方法制备的矽线石及其不同存在条件下溶解率的差异,确定了接近矿区实际的、准确合理的分析结果校正办法。

关键词 矽线石 物相分析 溶解率 校正系数

矽线石与红柱石、蓝晶石是一组同质异象变体的无水铝硅酸盐矿物,同属蓝晶石族,其化学通式为 $\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot \text{SiO}_2$ 。对蓝晶石族矿物含量的分析,目前常用的化学方法有铝量法、硅量法、重量法和铝硅含量法等。但无论采用何种方法都必须将其它含铝(或硅)矿物分离,以消除干扰。

本文根据豫西南地区矽线石与其伴生矿物的组成特点、矽线石的溶解特性,采用机械办法制备保持其自然状态的矽线石样品,铝量法测定矽线石的含量,并用人工模拟样品中的溶解率求得校正系数。校正后的分析结果准确、可靠。

1 实验部分

1.1 矿物组合与单矿物制备

通过人工重砂全分析,确定了本地区4个矿区的主要矿物组分及含量(见表1)。在采用铝量法测定矽线石含量时,其它含铝矿物必

须分离排除。

原样经重砂分离、镜下挑选后,用不同制备方法制得2个矽线石单矿物样品:①矽单3号,用1+1 HCl 温热浸泡0.5h,洗净,烘干,磨碎过200目筛,—300目占68.99%,纯度为98.27%。②矽单4号,用2+1 HF 室温浸泡45h,洗净,烘干,磨碎过200目筛,—300目占67.07%,纯度为99.03%。两个矽线石单矿物化学分析结果见表2。

表1 矿区主要矿物组分含量 $w(B)/10^{-2}$

组分	试 样				
	SR18	SR19	SR03	91D6	91D8
矽线石	50.55	37.78	61.91	22.64	43.60
石英	17.86	21.54	10.79	18.65	32.00
石榴石	26.24	31.13	11.79	13.16	微量
云母 ^①	微量	0.48	6.88	18.23	5.20
长石	3.41	2.02	2.99	15.74	微量
高岭石	—	—	1.65	5.45	18.90

①云母包括白云母、黑云母、绢云母。

表2 矽线石单矿物分析结果

项目	$w(B)/10^{-2}$								总量
	SiO_2	Al_2O_3	Fe_2O_3	TiO_2	CaO	MgO	K_2O	Na_2O	
矽单3号	37.40	61.83	0.32	0.00	0.00	0.21	0.03	0.00	100.05
矽单4号	37.26	62.31	0.32	0.00	0.00	0.00	0.02	0.00	99.99

① 程广才 男,工程师。阮福增 男,高级工程师。二人均从事岩矿分析工作,对高铝矿物物相分析研究较多。

1.2 溶剂的选择和矿物分离条件

参考文献[1],试验了 HF 与 HCl、HNO₃、H₂SO₄和水按9种不同比例配制的混合溶剂,控制适当条件进行筛选,发现 HF+HNO₃+H₂O=5+5+1时,矽线石溶解率最低。在此溶剂中,水浴70±1℃的恒温下浸泡4h,所有含 Al 伴生矿物的溶解率均达99%以上,已分离完全。故选定 HF+HNO₃+H₂O=5+5+1混合溶剂4ml,水浴温度70±1℃浸泡4h 为最

佳工作条件。

1.3 矽线石溶解率及校正系数

1.3.1 不同存在条件下的溶解行为

在确定的工作条件下,试验了矽线石单矿物在不同存在条件下的溶解率(表3)。结果表明:矽线石单独存在时溶解率较高,且随着量的增加而降低;而人工模拟样中矽线石溶解率较低,且随含量的增加而增高。

表3 矽线石单矿物在不同存在条件下的溶解率

%

状 态	矽 线 石 量 (mg)							
	10	20	30	40	50	60	70	80
单独存在	10.34	9.39	9.35	8.99	8.94	8.48	8.63	8.41
在模拟样中 ^①	3.83	4.00	4.33	4.92	5.05	5.19	5.59	5.78

① 模拟样总量为100mg。

1.3.2 不同制备方法对溶解率的影响

在相同的工作条件下测定了不同方法制备的矽线石单矿物在人工模拟样中的溶解率(表4)。结果表明,用机械方法制备,不经 HF

处理的矽线石(矽单3号)与用 HF 浸泡提纯的矽线石(矽单4号),在完全相同条件下,溶解率相差甚大。

表4 不同方法制备的矽线石溶解率

试 样	矽线石在模拟样中含量(%)							
	10	20	30	40	50	60	70	80
矽单3号	7.51	7.81	8.27	8.44	8.86	9.34	9.31	9.27
矽单4号	3.83	4.00	4.33	4.92	5.05	5.19	5.59	5.78

1.3.3 校正系数

由于矽线石单独存在只有在单矿物分析时才会遇到,而矿区生产中,大量样品矽线石矿物都是以自然状态存在于试样中。因此本文采用机械方法提纯的、保持其自然状态的

矽线石单矿物(矽单3号),在人工模拟样中不同含量的溶解率所求得的校正系数(表5)来校正分析结果,这样既符合矿区实际又具有代表性。

表5 矽线石矿物不同溶解率的校正系数

项 目	矽线石在人工模拟样中含量(%)							
	10	20	30	40	50	60	70	80
溶解率(%)	7.51	7.81	8.27	8.44	8.86	9.34	9.31	9.27
校正系数	1.081	1.085	1.090	1.092	1.097	1.103	1.103	1.102

2 样品分析

实验表明,试样粒度对分析结果影响甚大,因此必须制定一套与分析方法相匹配的试样加工流程(如下图)。

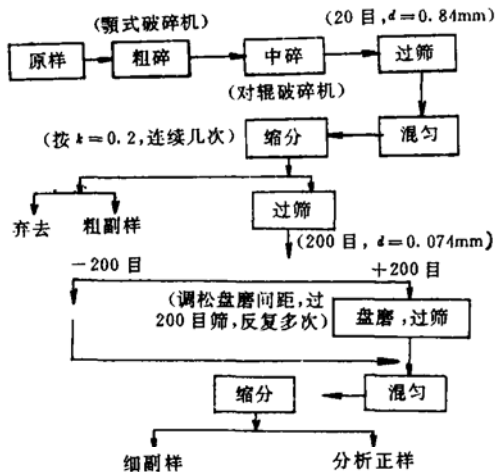


图 豫西南矽线石试样加工流程

称取0.1000g样品(−200目, 105℃烘干)于30ml聚四氟乙烯坩埚中,加混合溶剂4ml,摇匀,加盖,置于已升温至70℃的水浴锅内,保持70±1℃恒温4h,以下按文献^[1]操作。分取50ml清液,用KF取代容量法测Al₂O₃,再计算出矽线石的量。

计算:矽线石% = $Al_2O_3 \times 1.589 \times K$
式中:1.589为矽线石中Al₂O₃·SiO₂/Al₂O₃比值(理论);K为本地区矽线石校正系数(参照表5)。

对矿区6件原始样品,用本法和X衍射法进行分析,结果见表6。

表6 矽线石分析结果对照 %

方法	试 样					
	5512	5515	5516	5519	5523	5528
本 法	24.83	31.66	19.84	20.87	3.44	13.11
X 衍射法 ^①	23	29	23	19	4	12

① 西安地矿所1991年8月的结果。

取矿区已知含量的原样为基体,加入不同量的矽线石标准矿物进行标准回收,回收率为99.68%~100.38%。

对含矽线石24.83%的同一样品,不同时间和批次分析14次结果进行统计,相对标准偏差为0.85%。

3 讨论

①矽线石的溶解率比较大,受条件的影响较为显著,尤以温度的影响更为突出。所以,必须严格控制浸泡温度。采用电触点温度计控制水浴温度可以准确到±0.5℃以内。

②实验中发现,粒度对矽线石的溶解率影响较为明显。所以,在样品生产中试样加工粒度必须与方法实验所用矽线石保持一致。

4 参考文献

- 阮福增,马中景,程广才. 桑坪红柱石物相分析方法研究. 岩矿测试. 1990,9(3):164.
- 赵爱莲,程金荣,程广才等. 南阳某地蓝晶石的物相分析方法. 河南地质. 1985(3):87.

(收稿日期:1991-11-16,修回日期:1992-11-16)

Phase Analysis of Sillimanite

Cheng Guangcai and Ruan Fuzeng

(The Fourth Regional Geological Survey Team, Bureau of Geology and Mineral Resources of
Henan, Nanyang 473056)

According to the mineral assemblage in four mining districts from southwest Henan, a phase analysis method for determining sillimanite through the aluminium content was established. On the basis of an investigation on the solubility behavior of sillimanites obtained from different origin correction factors have been established to produce promising results.

Key words: sillimanite, phase analysis, solubility, correction factor

=====

多功能标准物质数据处理系统 MPDPS

地矿部岩矿测试技术研究所开发成功的多功能标准物质数据处理软件 MPDPS 可在 IBM-PC 及兼容机(PC-XT/AT/286/386/486等)任意档次的计算机上运行,有中、英文两种版本,中文版可在联想、长城、王码、UCDOS、2.13、金山等多种能显示25行汉字的汉字系统中运行。

软件由12个功能模块组成,全屏幕三维彩色窗口显示各种数表及图形,全屏幕下拉菜单控制,操作方便灵活,具备学习功能,统计功能完善。可进行离群值处理(Dixon, Grubbs, Cochran, Bartlett);均匀性检验(F检验、t检验、二层套合F检验、三层套合F检验);测试数据分布正态性检验(偏度-峰度法、Shapiro-Wilk法、D'Agostino法);多种统计参数计算(算术平均值、几何平均值、中位值、选择平均值、三均值、格氏中位值、1/4修正值、众数、主族众数、修正中位值、Hampel M-估计值、标准偏差);标准物质定值处理可提供四种模式,用户可根据数据分布情况选择最佳处理方案;具有统计图形功能(直方图、饼状图、S-分布图、回归曲线等);用数据库管理原始数据及处理结果,可自动生成各类数据报表,查询功能齐全。

用 MPDPS 软件处理定值的4批13种标准物质中已有6种被批准为国家一级标准物质;3种已被评定为国家二级标准物质,正申报国家一级标准物质;其余4种的数据处理工作正在进行。

本所开展对外标准物质数据处理服务并销售标准物质数据处理软件。

联系单位: 地矿部岩矿测试技术研究所

联系地址: 北京阜外百万庄大街26号(100037)

联系人: 罗代洪

联系电话: 8311133-520

电报挂号: 2913