

# 甲基纤维素凝聚重量法测定二氧化硅

吴秀英 赵子龙\* 吴耀辉

(江西省地质科学研究所 实验室, 南昌 330201)

**摘要** 采用甲基纤维素(MC)凝聚剂重量法测定二氧化硅的含量,对溶液体积、甲基纤维素(MC)用量、温度等因素对硅酸凝聚的效果进行了优化研究,并对甲基纤维素凝聚剂与动物胶凝聚剂进行了比较。实验结果表明,在盐酸介质中,甲基纤维素对硅酸有极强的凝聚能力,甚至在室温条件下也能使硅酸大量凝聚。另外在沉淀中夹杂的铁、铝等氧化物少,操作简便,分析时间短。

**关键词** 重量法;二氧化硅;甲基纤维素

**中图分类号:**O655.1 **文献标志码:**A **文章编号:**2095-1035(2013)04-0059-03

## Determination of Silica by Methylcellulose Condensation Weight Method

WU Xiuying, ZHAO Zilong, WU Yaohui

(Laboratory of Jiangxi Geological Science Institute, Nanchang, Jiangxi 330201, China)

**Abstract** A weight method using methylcellulose(MC) as flocculants to condense silica was developed to determine silica. The effect of solution volume, the dosage of MC and temperature, etc. on the condensation of silica were studied and the optimal conditions were selected. The effects of methylcellulose flocculants and animal glue coagulants on the condensation of silica were compared. The experimental results showed that methylcellulose has a strong ability to condense silicic acid in hydrochloric acid medium and even at room temperature, MC caused lots of silicic acid to condense. In addition, the method has a lot of advantages such as smaller amount of iron and aluminum oxide mingled with the precipitation, simple operation and short analysis time.

**Keywords** weighting method; silica; methylcellulose

## 0 前言

重量法测定岩石矿物样品中的二氧化硅,应用最广泛的凝聚剂是动物胶<sup>[1-3]</sup>。该法省时,但凝聚不完全,滤液中含有少量二氧化硅,且凝聚的二氧化硅不纯净,夹杂着少量的铁、铝等氧化物。近年来有关资料介绍用十六烷基三甲基溴化铵(CTAB)<sup>[4]</sup>、甲基纤维素(MC)、聚环氧乙烷(PEO)<sup>[3]</sup>、聚乙二醇、聚乙烯醇等为凝聚剂,重量法测定岩石样品中的二

氧化硅含量。

对甲基纤维素凝聚剂与动物胶凝聚剂进行了比较。实验结果表明,在盐酸介质中,甲基纤维素对硅酸有极强的凝聚能力,甚至在室温条件下也能使硅酸定量凝聚。另外,在沉淀中夹杂的铁、铝等氧化物少,操作简便,分析时间短。测定结果准确可靠,该法适用于样品中不同含量的二氧化硅测定,而且滤液均能用常规方法直接测定铝、铁、钛、钙、镁、锰、磷和滤液中的二氧化硅等。

收稿日期:2013-06-06 修回日期:2013-07-11

基金项目:江西省宜春市-分宜县锂资源调查评价项目(20120135)资助

作者简介:吴秀英,女,工程师,主要从事地质产品分析检测研究。

\*通信作者:赵子龙,男,主任工程师,主要从事地质产品分析检测研究。Email:798121137@qq.com

## 1 实验部分

### 1.1 主要试剂

甲基纤维素(1 g/L, 分子量为 14 000 以上): 称 0.1 g MC 溶于 100 mL HCl(6 mol/L) 中。

### 1.2 实验方法

称取 0.500 0 g 样品于镍(银)坩埚中, 加入 4 g 氢氧化钾(钠), 于低温马沸炉中, 渐渐升温至 650~700 °C 熔融 20 min。取出坩埚冷却, 置于 250 mL 烧杯中, 加入 30~50 mL 热水, 再加 20 mL 浓盐酸中和, 洗出坩埚, 于低温电热板或水浴上蒸发至 10 mL 左右(呈浆糊状), 补加 20 mL 浓盐酸, 在 70~100 °C 下加热。取下加入 5 mL MC(1 g/L), 搅拌均匀, 并自然冷却至室温。用少量水吹洗杯壁, 中速或快速定量滤纸过滤, 先用 5% 的热盐酸分两次溶盐(每次约 30 mL), 再用 2% 的热盐酸洗涤烧杯及沉淀 8~10 次, 最后用热水洗涤沉淀 3~4 次, 将沉淀和滤纸放入已恒重的坩埚中, 低温灰化, 在 950~1 000 °C 灼烧 2 h, 称重至恒重。

## 2 结果与讨论

### 2.1 溶液体积对硅酸凝聚的影响

固定凝聚时 HCl(6 mol/L) 和凝聚剂 5 mL MC(1 g/L) 的用量。改变试样提取酸化后试液蒸至不同体积。实验结果见表 1。

表 1 蒸发体积对凝聚二氧化硅的影响

Table 1 Effect of evaporation volume on the amount of silicate agglomerate

溶液体积/mL	试样原含 二氧化硅/mg	回收二氧 化硅/mg	回收 率/%
50	369.0	365.0	98.92
35	369.0	365.6	99.1
10	369.0	368.6	99.89
砂粒	369.0	370.0	100.3

从表 1 结果表明, 蒸发体积过大。二氧化硅凝聚不完全且难过滤, 滤液残留的二氧化硅较高, 蒸至砂粒状, 不仅费时, 而且在二氧化硅沉淀中夹杂铁、铝氧化物多。本方法采用将试液蒸至 10 mL 进行凝聚。

### 2.2 MC 用量的影响

固定蒸发溶液体积 10 mL, 凝聚时 HCl 的浓度为 6 mol/L, MC(1 g/L) 不变, 只是改变 MC 的用量, 实验结果见表 2。

表 2 凝聚剂(MC)用量的选定

Table 2 Selection of MC dosage

MC 用量/mL	试样原含 二氧化硅/mg	回收二氧 化硅/mg	回收 率/%
1	369.0	365.0	98.92
5	369.0	368.5	99.86
10	369.0	368.3	99.81
30	369.0	370.0	100.3

从表 2 实验数据看出, MC 的用量在 5~10 mL 时, 凝聚二氧化硅较完全, 本法选用 5 mL MC(1 g/L)。

### 2.3 凝聚二氧化硅时温度的影响

固定溶液体积 10 mL, 凝聚时 HCl(6 mol/L), 5 mL MC(1 g/L) 不变, 仅改变凝聚温度。实验结果见表 3。

表 3 凝聚时温度影响

Table 3 Effect of temperature on the amount of silicate agglomerate

凝聚温度	试样原含 二氧化硅/mg	回收二氧 化硅/mg	回收 率/%
加热至沸	369.0	367.0	99.45
微沸 5 min	369.0	367.1	99.48
70~80 °C	369.0	368.1	99.76
室温	369.0	368.3	99.81

表 3 结果表明, 凝聚时温度在某种程度上有略微影响。实验表明, 70~80 °C 及室温条件下, 凝聚二氧化硅较好, 回收率高。70~80 °C 时凝聚, 更好过滤, 因此, 本法选择 70~80 °C 条件凝聚。

### 2.4 凝聚剂对滤液中其它项目的影响

凝聚剂对滤液中其它项目的影响(见表 4)。

表 4 滤液中加入各元素的回收情况

Table 4 Recovery rate after adding various elements to filtrate

项目及方法	加入标 量/ $\mu\text{g}$	加 MC 量/mg	测量数据 值/ $\mu\text{g}$	回收 率/%
二氧化硅(硅钼)	50	1.00	51	102.0
	100	1.00	99	99.0
	200	1.00	200	100.0
二氧化钛 (二安替比林甲烷)	50	1.00	50	100
	100	1.00	101	101.0
	200	1.00	198	99.0
三氧化铁 (磺基水杨酸)	50	1.00	50.5	101.0
	100	1.00	100	100.0
	200	1.00	250	100.0
三氧化二铝 (氟化钠 - EDTA)	10.00 mg	0.5	9.98 mg	99.8
	10.00 mg	1.00	10.00 mg	100.0
	10.00 mg	2.00	10.00 mg	100.0
氧化钙(EDTA)	10.00 mg	0.5	9.98 mg	99.8
	10.00 mg	1.00	10.00 mg	100.0
	10.00 mg	1.00	10.00 mg	100.0

从表4结果表明,MC凝聚剂对滤液中各项目的测定均无影响。

### 2.5 方法的准确度精密度实验

对GBW07152的国家标准样品测定12次,测定结果分别为:74.20%,74.45%,74.22%,74.25%,74.32%,74.43%,74.37%,74.40%,74.39%,74.33%,74.35%,74.28%与标样值74.37%的相对标准偏差1.3%,可见方法有很好的

重现性。

## 3 样品分析

对硅酸盐标准样品和不同矿种管理样进行了测定,二氧化硅含量从1.5%~97.32%,MC凝聚所测结果与推荐值相符合。表5列出了MC法与动物胶法的分析结果,两法均采用银坩埚熔矿,滤液回收。

表5 MC法与动物胶法分析结果对比表

Table 5 Results comparison between the MC method and the animal glue method

/%

岩矿分类	样品编号	检测项目与质量分数											
		SiO <sub>2</sub>		Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>		Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>		TiO <sub>2</sub>		CaO		MgO	
		动物胶	MC	动物胶	MC	动物胶	MC	动物胶	MC	动物胶	MC	动物胶	MC
硅酸盐岩	GBW07103	72.80	72.75	13.38	13.35	2.10	2.11	0.30	0.30	1.54	1.58	0.40	0.40
粉石英	GBW03113	95.70	95.68	2.34	2.35	0.20	0.21	0.04	0.04	0.16	0.15	0.10	0.09
镁质粘土	GBW03130	61.87	61.98	0.085	0.082	0.30	0.30	0.01	0.01	0.39	0.37	31.90	31.01
粘土	GBW03103	66.60	66.51	13.22	13.26	4.65	4.65	0.65	0.65	3.25	3.23	1.88	1.85
高岭土	GBW03122	44.50	44.80	38.60	38.65	0.70	0.68	0.38	0.38	0.15	0.14	0.06	0.07
硅灰石	GBW03123	50.40	50.30	0.37	0.29	0.10	0.08	0.02	0.02	40.39	40.50	0.96	0.98
泥灰岩	GBW07236	30.44	30.30	8.90	9.00	3.69	3.72	0.45	0.45	34.36	34.52	1.92	2.01
灰岩	GBW03106	4.40	4.32	0.61	0.60	0.30	0.28	0.03	0.03	50.30	50.28	2.30	2.32

## 4 结语

MC作为一种新的凝聚剂,能将硅酸从较低酸度HCl(6 mol/L)中,快速定量地凝聚,加标回收率所达到99%以上,缩短分析时间、简化了操作程序,比动物胶法有明显的优点。本法适应矿种多,测量范围宽(见表5)。是硅酸盐,碳酸盐和其它矿种,系统分析中测定二氧化硅较好的一种方法。经大批生产实验,方法稳定,结果准确,能满足地质分析要求。

### 参考文献

- [1] 李连仲,马光祖,李家熙,等. 岩石矿物分析[M]. 第三版. 北京:地质出版社,1991.
- [2] 陈军中,赵俊磊,王超. 岩石矿物分析第四版[M]. 北京:地质出版社,2011.
- [3] 张菊芬,程寿森. 岩石和矿石分析规程[M]. 西安:陕西科学技术出版社,1993.
- [4] 孙怀文,孙本良. 十六烷基三甲基溴化铵凝聚重量法测定硅酸盐中二氧化硅[J]. 理化检验:化学分册,2001, 37(5):231.