

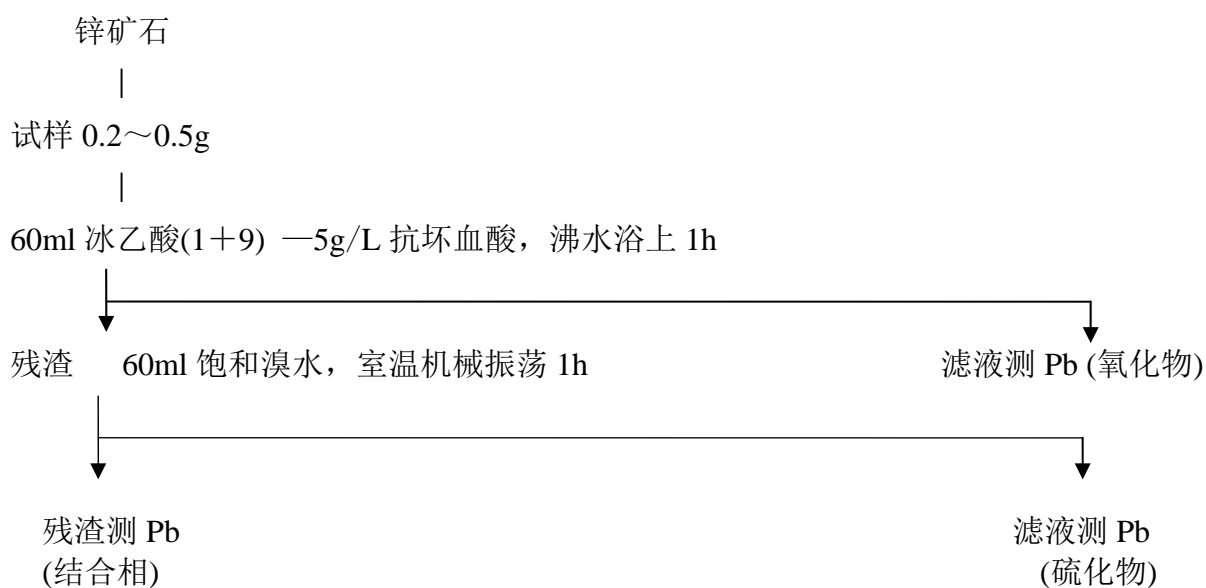
锌的相态分析

锌在地壳中的平均含量为 83×10^{-6} 。锌的主要工业矿物为闪锌矿 (ZnS) 和铁闪锌矿 ($(\text{Zn}, \text{Fe})\text{S}$)。在锌矿床的氧化带, 常可见有菱锌矿 (ZnCO_3)、水锌矿 ($\text{Zn}_5(\text{CO}_3)_2(\text{OH})_6$) 和锌矾 (ZnSO_4)。其他重要的锌矿物还有异极矿 ($\text{Zn}_4(\text{Si}_2\text{O}_7)(\text{OH})_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$)、硅锌矿 (Zn_2SiO_4)、红锌矿 (ZnO) 和锌铁尖晶石 ($(\text{Zn}, \text{Mn})\text{Fe}_2\text{O}_4$) 等则少见。锌的物相分析在矿床评价中则重要为查明锌是以工业矿物、次生矿物或是以铁、锰、钴、碳质等吸附状态和硅酸盐中类质同象状态存在。

一、锌矿石或化探样品中锌的物相分析

方 法 提 要

本分析系统可测定硫化物相 (主要为闪锌矿)、氧化物相 (主要为铅菱锌矿、水锌矿、红锌矿)、结合相 (主要为锌铁尖晶石和褐铁矿包裹锌)。方法系用冰乙酸 (10+90) 在沸水浴上浸取锌的氧化物, 用饱和溴水室温振荡浸取锌的硫化物, 最后的残渣测定结合相锌。方法适用于铅锌矿和化探样品中锌的物相分析。分析流程见下图。



铅矿石中锌的物相分析流程

试 剂 配 制

浸取剂 Zn I 冰乙酸(10+90) —5g/L 抗坏血酸溶液。

浸取剂 Zn II 饱和溴水。

氨水 - NH_4Cl 底液 230g NH_4Cl 溶于 1000ml NH_4OH 中。

锌标准溶液 称取 1.0g 金属 Zn 加入 10ml HCl (1+1)，加热溶解后，移入 1000ml 容量瓶中，以水定容，此溶液也 1mg/ml Zn。

分 析 步 骤

(1) 氧化物相锌的测定。称取 0.5g 试样于 200ml 锥形瓶中，加入 60ml 浸取剂 Zn I，置沸水浴上并经常搅动，浸取 1h，取下稍冷后，用加有纸浆的慢速滤纸过滤，滤液接入 250ml 烧杯中，用冰乙酸(2+98)洗锥形瓶 2~3 次，再用水洗残渣 5~6 次，滤液测定 Zn，残渣保留测定下一相。向滤液中加入 5ml HNO_3 ，加热蒸发至干，取下，加 5ml HNO_3 、5ml H_2SO_4 (1+1)，蒸发至 H_2SO_4 冒烟近干，取下，加 5ml HCl ，加入溶解盐类并蒸干。取下，趁热滴加 HCl 至盐类溶解，沿杯壁加入 20ml 水并温热，冷却后，转入 50ml 容量瓶中，加入 12.5ml 氨水 - NH_4Cl 底液、在 1ml 10g/L 动物胶溶液、2ml 饱和 Na_2SO_3 溶液，以水定容。用示波谱法 1.1~1.6V 测定 Zn，此为氧化物相的 Zn。

(2) 硫化物相锌的测定。浸取氧化物后的不溶残渣，转入原锥形瓶中，加入 60ml 浸取 Zn II，加塑料塞后，机械振荡 1h。取下用中速滤纸过滤，用水洗锥形瓶 2~3 次，洗残渣至滤纸无黄色为止（上述操作在通风厨内进行）。滤液测定 Zn，残渣保留，用于测定下一相。向滤液中加入 5ml HNO_3 ，蒸发至干，再加 5ml HCl 蒸干，取下趁热滴加 HCl 至盐类溶解，沿杯壁加入 250ml 水，以下同氧化物相测定 Zn。

(3) 结合相铅的测定。浸取硫化物后的残渣连同滤纸转入瓷坩埚中，在电炉上干燥炭化后，在 400~500℃灼烧 30min，转入聚四氟乙烯烧杯中，加入 20ml HCl 在电热板上溶解片刻后，加 5ml HNO₃、2~3ml HF，待试样溶好后蒸发至干，并用水洗杯壁，加 5ml HCl 重复蒸干一次。取下，趁余热滴加 HCl 至盐类热解，沿杯壁加入 20ml 水，以下同氧化物相测定 Zn。

注 意 事 项

- (1) 胶皮塞中常含有 Zn，在浸取和热解试样时，要防止污染。
- (2) 氧化物相锌的浸取也可按用 100ml 100g/L(NH₄)₂CO₃ - NH₄OH(1+1) - 5g/L 抗坏血酸混合溶液在沸水浴中浸取 1h 进行。
- (3) 测定化探样品中 Zn 含量为 10⁻⁶ 时，可用 AAS 法(原子吸收光谱法)测定。

二、有含锌锰结核矿石中锌的物相分析

方 法 提 要

本分析系统可测定氧化物相锌、锰结核相锌和硫化物相锌三相。方法基于用氨水 - NH₄Cl 溶液浸取氧化物相锌后，用 HCl - 盐酸羟胺浸取锰结核相中的锌，最后残渣中测定闪锌矿中锌。分析流程见下图。

试 剂 配 制

氨水 - NH₄Cl 溶液 160g NH₄Cl 溶于 400ml 氨水中，用水稀释至 1L。

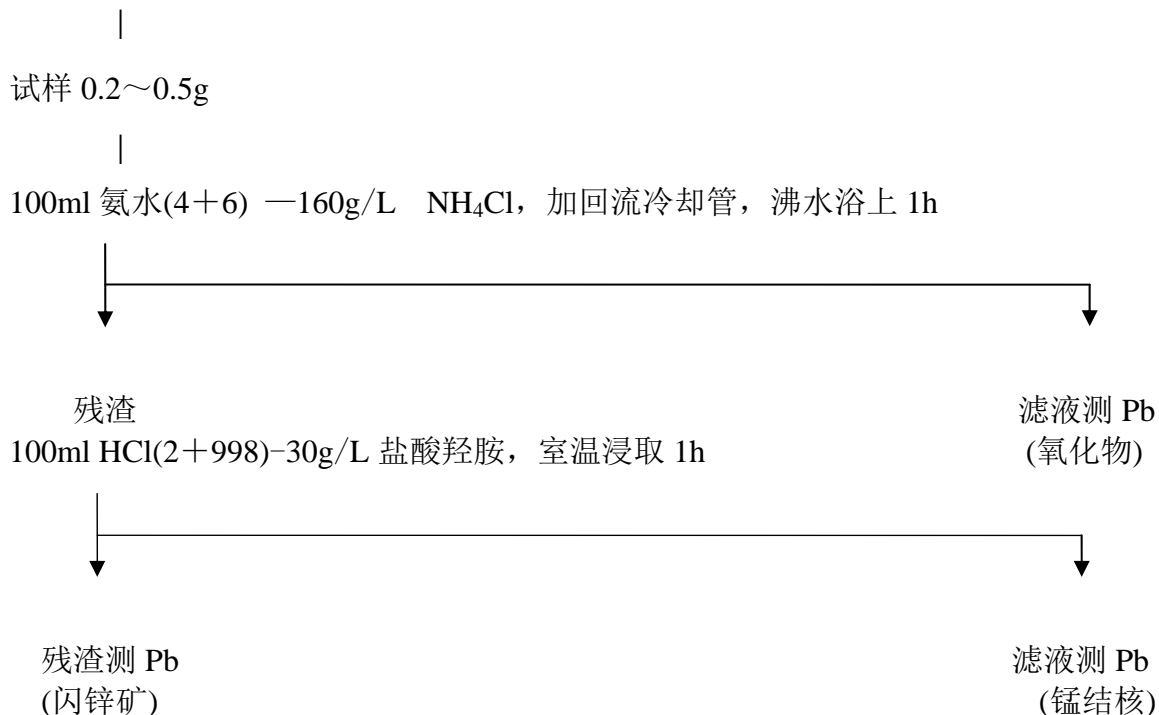
HCl - 盐酸羟胺溶液 30g 盐酸羟胺溶于水中，加入 2ml HCl，用水稀释至 1L。

分 析 步 骤

(1) 氧化物相锌的测定。称 0.2~0.5g 试样于 250ml 锥形瓶中，加 100ml 氨水 - NH₄Cl 溶液，塞上插有 50cm 长玻璃管的胶皮塞，在沸水浴上浸取

1h, 过滤, 用水洗锥形瓶 1~2 次, 洗残渣 3~4 次, 将滤液制备成相应的介质后用 AAS 法或极谱法测定 Zn。

含锰结核锌矿石



含锰结核锌矿石中锌的物相分析流程

(2) 锰结核相锌的测定。残渣连同滤纸转回原锥形瓶中, 加入 100ml HCl - 盐酸羟胺溶液, 室温振荡 1h, 过滤, 用水洗并将全部残渣转到滤纸上, 洗残渣 3~4 次。将滤液制备成相应介质后用 FAAS 法或极谱法测定, 此为锰结核相的 Zn。残渣留作测定闪锌矿中 Zn。

(3) 闪锌矿相铅的测定。上述残渣连同滤纸置瓷坩埚中灰化, 在 600℃灼烧 30min 后, 转入烧杯中, 用王水分解, 用合适的方法测定 Zn, 为闪锌矿中的 Zn。

注 意 事 项

同前。