

## 小 经 验

试钛灵比色法连续测定铌钽与铁钛—  
应用于铌铁金红石的微量分析

铌铁金红石的化学式为 $(\text{Ti}, \text{Nb}, \text{Fe})\text{O}_2$ , 是富含铌钽(常含铁)的金红石的变种。在设计该矿物微量分析流程时, 主要考虑铌钽与铁钛的分离。

## 主要试剂

铌标准溶液: 以焦硫酸钾熔融, 制成每毫升含100微克 $\text{Nb}_2\text{O}_5$ 的4%草酸铵溶液。

钽标准溶液: 以焦硫酸钾熔融, 制成每毫升含50微克 $\text{Ta}_2\text{O}_5$ 的4%草酸铵溶液。

混合掩蔽剂: 固体 $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ 与 $\text{Na}_4\text{P}_2\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$ 按1:4.5重量比混匀。

## 铌钽与铁钛的分离

由于它们的离子半径 $\text{Nb}^{5+}(0.070)$ ,  $\text{Ta}^{5+}(0.073)$ ,  $\text{Ti}^{4+}(0.068)$ ,  $\text{Fe}^{3+}(0.064)$ ,  $\text{Fe}^{2+}(0.076)$ , 相近, 化学性质相似, 一般化学法测定时, 应予以先分离。纸上层析法是分离铌钽与铁钛的简便而有效的方法, 适于微量分析。

采用甲基异丁酮:丁酮:氢氟酸:硝酸=60:30:15:5(体积比)为展开剂, 在新华快速层析滤纸上( $22 \times 18$ 厘米), 上行法展开110分钟( $15^\circ\text{C}$ )左右, 丹宁溶液喷雾显色。铁钛的 $R_f$ 值为零, 铌钽的 $R_f$ 值近于1。

## 铁钛的连续测定

1. 实验表明, 试钛灵与铁和钛的络合物最大吸收分别在520毫微米和390毫微米处。在 $\text{pH}5-6$ 范围内于波长405毫微米测钛, 此处铁的络合物吸收较小; 在波长570毫微米测铁, 此处钛络合物吸收为零。铁和钛的络合物吸光度至少40分钟内无变化。

2. 铁的存在对测钛有严重干扰, 采用加固体

草酸—焦磷酸钠混合掩蔽剂消除铁的影响, 并保持溶液的体积和酸度不变, 以利连续测定。加入量为100—200毫克。

3. 标准曲线: 取铁和钛标准溶液于一组50毫升容量瓶中, 加2毫升1%试钛灵溶液, 稀氨水调至橙红色, 加10毫升醋酸—醋酸钠缓冲液( $\text{pH}5.4$ ), 用水稀至刻度。测量吸光度绘制铁的标准曲线。向测完铁后的容量瓶中加混合掩蔽剂200毫克, 溶解后测量吸光度绘制钛的标准曲线。0—100微克 $\text{Fe}_2\text{O}_3/50$ 毫升, 0—200微克 $\text{TiO}_2/50$ 毫升符合比尔定律。

## 铌钽的连续测定

1. 实验表明, 试钛灵与铌和钽的络合物分别于波长450毫微米测铌, 390毫微米波长测钽。

铌络合物在 $\text{pH}4.1$ 吸光度最大, 需严格控制酸度在 $\text{pH}4.0-4.2$ 之间, 络合物形成较快且稳定。铌络合物在 $\text{pH}5.8-6.7$ 之间吸光度基本不变, 70分钟显色完全。

2. 钽不影响铌的测定, 铌大于30微克时干扰钽的测定。在测钽后的溶液中, 加固体焦磷酸钠0.6~1.0克,  $\text{pH}$ 值升至6.0~6.7时, 钽络合物颜色褪去, 铌络合物逐渐形成并趋于稳定, 实现了铌钽的连测。

3. 标准曲线: 取钽和铌的标准溶液于第一组25毫升比色管中, 取铌标准溶液于第二组比色管中, 1.6%焦硫酸钾—4%草酸铵溶液补足至7毫升, 加10毫升6%试钛灵溶液, 稀氨水调至 $\text{pH}4$ 左右, 加 $\text{pH}4$ 醋酸—氢氧化钠缓冲液5毫升, 用水稀至刻度。绘制钽标准曲线和校正曲线, 向第一组余液, 加0.6

分 析 结 果 比 较

表 1

项 目 结 果 方 法	$\text{Fe}_2\text{O}_3(\%)$	$\text{TiO}_2(\%)$	$\text{Nb}_2\text{O}_5(\%)$	$\text{Ta}_2\text{O}_5(\%)$
本 法	14.91 14.11	49.78 47.45	22.86 22.98	11.22 10.80
	14.99 15.47	48.53 49.42	22.18 23.24	10.91 9.47
	14.57 13.88	50.91 49.70	22.83 23.88	9.46 10.23
	14.66	49.30	23.00	10.35
常 量 法	15.12	50.67	23.08	10.73

克焦磷酸钠, 溶解后测吸光度, 绘制铌标准曲线。  
0—300微克  $\text{Nb}_2\text{O}_5$ /25毫升, 0—200微克  $\text{Ta}_2\text{O}_5$ /25毫升符合比尔定律。

#### 铌铁金红石的微量分析

称取300—500微克矿样于铂坩埚中, 0.2克焦硫酸钾熔融, 氢氟酸浸取, 纸色层分离。

剪下铁钛带, 灰化, 同上熔融。3毫升1%盐酸浸洗, 移至50毫升量瓶中, 下同标准曲线。

剪下铌钽带, 灰化, 同上熔融。7毫升4%草酸铵加热浸洗。移至25毫升比色管中, 下同标准曲线。以矿样中铁的微克数在校正曲线上查得相应吸

光度, 此值与矿样中钽的吸光度之差, 即为钽的实际吸光度。结果列于表1。

#### 参 考 文 献

- 〔1〕 王忠贤, 张蓉玉, 黄钇钽矿微量化学分析, (1975)。
- 〔2〕 地质地球化学, (4), 18, (1976)。
- 〔3〕 福建地质局实验室, 矿物岩石化学分析, 430, (1973)。

中国地质科学院矿产综合利用研究所 王忠贤