

## 内蒙某矿区物相全分析的研究钛的物相分析

天津地质调查研究所 俞祖根

内蒙某矿区除了铁矿物、稀土、铌矿物以外，还有含钛矿物十多种，其主要矿物及TiO<sub>2</sub>的含量见表1。

该矿含有较多的铁白云石，经分析未发现含

TiO<sub>2</sub>。

通常条件下，钛的物相分析主要确定金红石的含量。本文探讨了测定金红石、钛铁矿、包头矿等含钛矿物、钠闪石与黑云母等含钛硅酸盐中TiO<sub>2</sub>含

内蒙某矿区含钛矿物

表 1

矿物名称	矿物分子式	TiO <sub>2</sub> 含量 (%)	
		文献值 <sup>(5)</sup>	本试验分析值*
金红石	TiO <sub>2</sub>	89.57—95.13	97.27
钛铁矿	FeTiO <sub>3</sub>	51.01—51.78	52.50
钛铁金红石	(Ti, Nb, Fe)O <sub>2</sub>	72.94—77.13	—
钽铁钛石	BaFe <sub>2</sub> TiSiO <sub>12</sub>	15.39	15.30
易解石类	(Ce, Nd, Th, Y)(Ti, Nb) <sub>2</sub> O <sub>7</sub>	12.13—32.35	21.95
包头矿	Ba(Ti, Fe, Nb) <sub>2</sub> SiO <sub>7</sub>	29.33	29.33
黑云母	K <sub>2</sub> (Mg, Fe) <sub>2</sub> (OH) <sub>2</sub> (AlSi <sub>3</sub> O <sub>10</sub> )	—	0.58
金云母	KMg <sub>3</sub> Al(OH)Si <sub>4</sub> O <sub>10</sub>	—	0.26
钠闪石	NaFe <sup>II</sup> (SiO <sub>3</sub> ) <sub>2</sub> · Fe <sup>III</sup> SiO <sub>3</sub>	—	0.051
硫化物	MS	—	0.01

\* 本试验使用的单矿物的分析值

量的流程和方法。

### 实验部分

#### 一、金红石与其它含钛矿物的分离

经试验发现，有文献提出用8N HCl:40% HF = 1:1混合液，对本矿区的金红石溶解率较大，不宜采用。但本矿区的钛铁矿、易解石、包头矿等及含钛硅酸盐矿物在4% NH<sub>4</sub>F-5N HNO<sub>3</sub>中有很大的溶解率，而金红石则基本不溶(表2)，借此可以从矿石中分离金红石。

#### 二、金红石、钛铁矿与其它含钛矿物的分离

P. H. Колташева指出：钛铁矿经700—800℃焙烧后，形成难溶的二氧化钛不能被含氟化物和重铬酸钾的稀硝酸溶液溶解，同时又指出，焙烧的温度不宜超过800℃，否则易形成铁板钛矿使溶解度增加。吴善洪同志作过详细的工作，提出了钛铁矿与榍石的分离方法，惜未报导易解石、钽

各种含钛矿物在4% NH<sub>4</sub>F-5N HNO<sub>3</sub>混合溶剂中的溶解情况\* 表 2

序号	矿物名称	加入矿物量 (mg)	含TiO <sub>2</sub> 量 (μg)	回收情况		
				残渣部分 (μg)	溶解部分 (μg)	溶解率 (%)
1	金红石	5	4963	4795	124	2.5
2	钛铁矿	5	2625	76	2575	97.2
3	易解石	10	2195	—	2200	100
4	包头矿	5	1466	5	1460	99.7
5	金云母	20	52	1	50	98.0
6	钠闪石	50	25	2	23	90.0

\* 浸取液50毫升，沸水浴中浸取1.5小时。

铁钛石、包头矿等含钛矿物经焙烧后的溶解情况。本矿区由于矿物中含有数量不等的放射性元素，破坏了晶格，所以易解石一般为变生状态，经焙烧后逐步转变为结晶质。文献<sup>(5)</sup>指出，当焙烧温

度超过 750℃ 时, 它就完全转变为结晶质而不被氟化铵水溶液所浸取。但我们的试验证明, 经 700℃ 焙烧后, 它仍能很好地溶解于 4% NH<sub>4</sub>F—5N HNO<sub>3</sub> 混合溶剂中。

钽铁钛石经灼烧后, 组成发生了变化, 矿物颜色由橘红色变为黑色, 仍能很好地溶解于 4% NH<sub>4</sub>F—5N HNO<sub>3</sub> 混合溶剂中。

至于钛铁矿, 我们的试验结果与文献介绍的结论一致。

表 3 列出了各种含钛矿物经焙烧后在 4% NH<sub>4</sub>F—5N HNO<sub>3</sub> 混合溶剂的溶解情况。结果说明, 借此可以将金红石和钛铁矿与其它含钛矿物分离。钛铁矿的溶解率为 4%, 含量高时需校正。

焙烧温度与时间对钛铁矿和其它主要含钛矿物

各种含钛矿物经焙烧后在 4% NH<sub>4</sub>F—5N HNO<sub>3</sub> 混合溶剂中的溶解情况\* 表 3

序号	矿物名称	加入矿物量 (mg)	含 TiO <sub>2</sub> 量 (μg)	焙烧条件	回收情况		
					残渣部分 (μg)	溶解部分 (μg)	溶解率 %
1	金红石	5	4963	800℃ 30分钟	4464	25	0.5
2	钛铁矿	5	2625	700℃ 30分钟	2600	108	4.0
3	钽铁钛石	5	765	800℃ 30分钟	1	695	99.9
4	包头矿	5	1466	700℃ 30分钟	5	1424	99.7
5	金云母	20	52	同上	5	47	90.0
6	钠闪石	50	25	同上	4	23	92.0

\* 浸取液 50 毫升沸水浴中浸取 1.5 小时

溶解情况的影响试验见图 1。图 1 说明, 焙烧温度和时间以 700℃ 30 分钟为最佳。

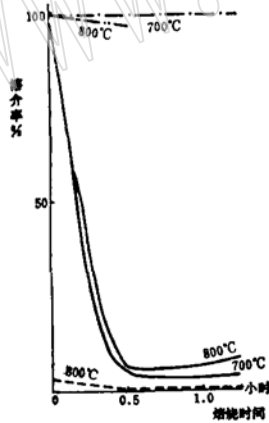


图 1 焙烧温度和时间对各种含钛矿物溶解率的影响  
——钛铁矿;  
---金红石;  
- - - 包头矿、钽铁钛石;  
- · - · - 易解石

### 三、含钛硅酸盐矿物与含钛矿物的分离

本矿区硅酸盐岩矿鉴定, 钠闪石为 10~20%, 金云母为 5~10%, 还有少量石英 (<5%)。了解钛在这些矿物中的分布有重要意义。各种硅酸盐矿物与含钛矿物的比重不同, 因此, 用比重为 3.337~8.968 的二碘甲烷作为重液可以将它们很好地分离。通过单矿物试验证明, 分离效果良好 (表 4)。

各种主要含钛矿物在二碘甲烷重液中的分离情况 表 4

No	矿石名称	加入矿物量 (mg)	含 TiO <sub>2</sub> 量 (μg)	回收率 (%)
1	黑云母	20	116	101
2	金云母	20	52	90
3	钠闪石	20	10	110
4	包头矿	10	2933	98
5	钛铁矿	5	2625	95
6	易解石	10	2196	99
7	金红石	5	4963	97

## 分析方法

### 一、分析流程

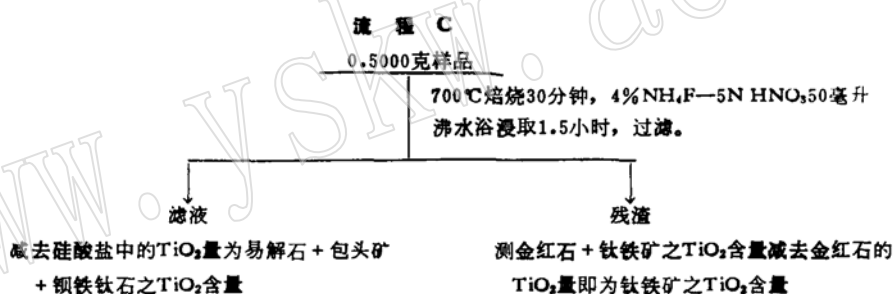
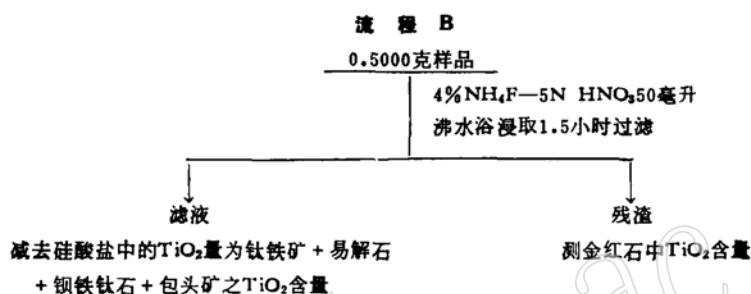
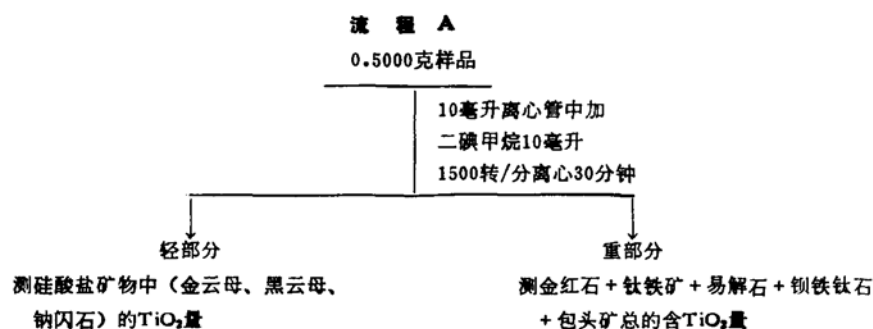
为了尽量减少串相误差, 本文采取单独取样, 分相测定, 其流程如下

### 二、分析手续

#### 主要试剂

混合还原剂 称取 10 克抗坏血酸和 5 克盐酸羟胺溶于 100 毫升水中 (现用现配)。

流程 A: 取样品 0.5000 克于 10 毫升离心管中, 加入二碘甲烷 10 毫升, 用细镍铬丝搅匀, 于离心机上以 1500 转/分离心 30 分钟。取出将重液上部的轻



部分矿物小心倒入漏斗, 再加入二碘甲烷至10毫升, 同上述条件重复操作3—4次, 直至轻部分分离干净。将重液部分小心倒入另一漏斗过滤, 用滤纸擦净管壁。用无水乙醇洗净漏斗中的残渣, 再用水洗净。

残渣连同滤纸一起置于铂坩锅中, 灰化, 于700℃灼烧30分钟。

轻部分残渣处理及测定: 于铂坩锅中加入HF 2毫升, 浓盐酸3—4毫升, 置低温电炉上加热溶解残渣, 反复数次至全溶。用盐酸反复蒸发除氟, 残渣用浓盐酸5毫升浸取, 用水移入50毫升容量瓶中, 水稀至刻度, 摇匀, 备作测定。

吸取上述溶液20毫升于50毫升容量瓶中, 加混合还原剂5毫升, 放置10分钟左右, 加浓盐酸2.5毫升, 摇匀, 加入1%安替比林甲烷溶液20毫升, 摇匀, 放置40分钟以后于72型分光光度计, 420毫微米波长, 0.5厘米液杯, 以水作参比测定其吸光

值。

如常法按实测条件绘制标准曲线。根据标准曲线求出轻部分的TiO<sub>2</sub>含量。

重部分残渣处理及测定: 于铂坩锅中加入HF 2毫升, 浓盐酸3—4毫升, 置低温电炉溶解残渣, 重复处理一次。加入1:1硫酸2毫升, 蒸发至冒烟, 以除尽氟。加浓盐酸5毫升, 溶解残渣, 加水5—10毫升, 过滤, 滤液用50毫升烧杯承接。用1%盐酸洗净残渣, 再用水洗净。滤液置于电热板蒸发至5毫升左右。残渣连同滤纸一起置于原铂坩锅中, 灰化, 灼烧, 加5克焦硫酸钾熔融, 用5%硫酸(v/v)浸取熔块, 浸取液与滤液合并, 移入100毫升容量瓶中, 用5%硫酸稀至刻度, 摇匀, 备作测定。

吸取上述溶液20毫升于50毫升容量瓶中, 加混合还原剂5毫升, 放置10分钟左右, 加1:1硫酸2.5毫升, 如前以安替比林法比色测定TiO<sub>2</sub>含量。

**流程B:** 取样品0.5000克于200毫升聚四氟乙烯烧杯中, 加入4% $\text{NH}_4\text{F}$ —5N  $\text{HNO}_3$ 50毫升, 于沸水浴中浸取1.5小时, 并不断摇动。取出加水20毫升左右, 用塑料漏斗过滤, 用聚四氟乙烯烧杯承接。用2% $\text{HNO}_3$ 洗净烧杯及残渣, 再用水洗净。将残渣与滤纸置于铂坩埚中, 灰化, 灼烧。用 $\text{HCl}$ — $\text{HF}$ 溶解残渣, 其操作方法同流程A重部分残渣处理及测定。由此测得样品中金红石的 $\text{TiO}_2$ 含量。

将滤液置于电热板上蒸发至小体积, 加1:1硫酸5毫升, 蒸至冒烟, 稍冷, 用水吹洗杯壁, 继续蒸至冒烟, 以除尽氟, 加浓盐酸5毫升溶解残渣, 冷却后用水移入50毫升容量瓶中, 用水稀至刻度, 摇匀, 各作测定。

吸取上述溶液20毫升于50毫升容量瓶中, (如溶液混浊, 则干过滤或吸清液) 以下操作同流程A轻部分残渣处理及测定。

由此测得的 $\text{TiO}_2$ 量扣除流程A轻部分的 $\text{TiO}_2$ 量即为样品中钛铁矿、易解石、钽铁钛石、包头矿中 $\text{TiO}_2$ 的含量。

**流程C:** 取样品0.5000克于10毫升瓷坩埚中, 于700℃焙烧30分钟, 冷后将样品转入聚四氟乙烯烧杯中, 以下操作全同流程B。

残渣部分测得的为金红石与钛铁矿中的 $\text{TiO}_2$ 含量, 以差减法求得钛铁矿中 $\text{TiO}_2$ 含量。滤液部分测得的 $\text{TiO}_2$ 量减去流程A轻部分的 $\text{TiO}_2$ 量即为易解石+包头矿+钽铁钛石中 $\text{TiO}_2$ 的含量。

### 三、回收试验

根据该矿区的主要矿物组成, 配制了合成样品, 组成见表5。按流程B、C进行回收试验, 试验结

合成样品的矿物组成 表5

№	矿物名称	加入矿物量 (mg)	含 $\text{TiO}_2$ ( $\mu\text{g}$ )	备注
1	磁铁矿	125	50	经分析有 $\text{TiO}_2$ (东北产) 光谱纯 $\text{Fe}_2\text{O}_3$
2	三氧化二铁	75	—	
3	铁白云石	150	—	
4	金云母	50	129	
5	黑云母	50	290	
6	钠闪石	25	13	
7	金红石*		108	
8	钛铁矿*		268	
9	易解石*		115	
10	包头矿*		163	

\* 单矿物经三氧化二铁稀释后加入。

果见表6。从表6可以说明, 按拟定的方法回收良好。

合成样品回收结果 表6

操作 流程	部 分	回 收 情 况			
		测定值 ( $\mu\text{g}$ )	校正值* ( $\mu\text{g}$ )	加入量 ( $\mu\text{g}$ )	回收率 (%)
B	残渣	160	112	108	104
	滤液	985	955	953	100
C	残渣	383	358	365	98
	滤液	785	749	710	105

\* 根据各种矿物的溶解率校正

### 四、分析结果

对该矿区的80—4647样品进行十次测定结果列于表7。

数据处理结果见8。

样品分析结果 表7

№	硅酸盐矿物含 $\text{TiO}_2$ (%)	金红石含 $\text{TiO}_2$ (%)	钛铁矿含 $\text{TiO}_2$ (%)	其它矿物含 $\text{TiO}_2$ (%)
1	0.017	0.024	0.026	0.046
2	0.021	0.023	0.036	0.047
3	0.018	0.024	0.039	0.047
4	0.012	0.024	0.039	0.047
5	0.015	0.025	0.042	0.057
6	0.017	0.027	0.039	0.057
7	0.012	0.025	0.039	0.056
8	0.011	0.026	0.036	0.053
9	0.014	0.025	0.035	—
10	0.013	0.025	0.046	—

数据处理 表8

矿 物	估计标准偏差	变动系数
硅酸盐矿物	$\pm 0.003$	20
金红石	$\pm 0.001$	1
钛铁矿	$\pm 0.005$	14
其它矿物	$\pm 0.004$	8

用拟订的方法进行四个小样分析, 结果见表9。

致谢: 本试验所用的单矿物全由本所岩矿室赵风云同志提供, 特此致谢。