



黑钨矿单矿物的 微量分析

在黑钨矿单矿物全分析的方法中, 稀土一般用光度法测定它的总量。本文以 PMBP—苯萃取稀土, 用 ICP 测定稀土元素分量及钨。应用 ICP 发射光谱法, 被分析的溶液中不能有大量盐类, 否则会堵塞喷雾嘴, 影响测定。本文提出用 pH5-6 的水洗有机层两次, 以溶解盐类, 使仪器趋于正常工作。

分 析 结 果

元 素	NO 1	NO 2	NO 3	NO 4	NO 5
WO ₃	75.47%	74.35	75.47	74.07	76.00
FeO	8.48%	20.54	19.58	12.16	7.66
MnO	15.10	4.49	9.78	11.96	11.53
CaO	0.0	0.0	0.0	0.0	3.57
MgO	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0
Nb ₂ O ₅	0.049	0.146	0.12	0.04	0.068
Ta ₂ O ₅	0.07	0.074	0.07	0.009	0.022
Al ₂ O ₃	0.00	0.0	0.0	0.0	0.0
P ₂ O ₅	0.00	0.0	0.0	0.0	SiO ₂ 0.21
La ₂ O ₃	4.40 Ppm	1.20 Ppm	<1	<1	10.30
Ce ₂ O ₃	45.70	<5	<5	<5	<5
Pr ₆ O ₁₁	<6	<6	<6	<6	<5
Nd ₂ O ₃	<5	<5	<5	<5	<5
Sm ₂ O ₃	9.1	<1	<1	4.3	5.90
Eu ₂ O ₃	1.0	<0.5	0.47	0.98	0.45
Gd ₂ O ₃	5.0	<1	4.2	10.80	11.60
Tb ₄ O ₇	2.9	10.5	2.8	6.90	3.80
Dy ₂ O ₃	12.4	0.55	13.7	75.0	18.80
Ho ₂ O ₃	1.7	<0.5	3.4	23.0	3.80
Er ₂ O ₃	3.2	0.46	10.8	78.0	10.70
Tm ₂ O ₃	1.5	0.18	2.4	19.6	2.20
Yb ₂ O ₃	3.0	0.54	3.2	225.0	18.80
Lu ₂ O ₃	0.95	<0.5	2.2	39.0	3.60
Y ₂ O ₃	9.50	1.77	123	216.0	143.0
ΣRE ₂ O ₃	100.45	2.90	176.17	698.58	231.95
ΣRE ₂ O ₃ %	0.01	0.0129	0.0176	0.0699	0.0232
Sc ₂ O ₃	13.5	2.0	4.7	83.0	5.4
Sc ₂ O ₃ %	0.0013	0.0002	0.0005	0.0083	0.00054
Σ %	99.08	99.603	99.008	98.317	99.06

黑钨矿单矿物分析手续

(1) 制样: 称取约 60—70 毫克样, 置于铂坩锅中, 用优级纯氢氧化钠 1 克, 在 450℃ 熔融 8—10 分钟, 取出, 冷却。放入 100 毫升烧杯中, 加水 50 毫升, 煮沸, 洗净坩锅, 滴加 1—2 毫升乙醇放置 4 小时, 过滤, 滤液以 250 毫升容量瓶承接, 以水洗沉淀至刻度, 摇匀。溶液 A 作 WO_3 、 SiO_2 、 P_2O_5 、 Al_2O_3 备用。

沉淀用 1:1 热盐酸 10 毫升 (含有 2~3 滴过氧化氢) 溶解沉淀, 用 5% 盐酸溶液洗净滤纸, 至带黄色, 滤液以 100 毫升容量瓶承接, 如滤纸上有红色不溶物, 将滤纸扯下放入容量瓶中, 水稀至刻度, 摇匀。溶液 (B) 作 RE_2O_3 、 Sc_2O_3 、 FeO 、 MnO 、 CaO 、 MgO 备用。

(2) 稀土及钨的分析: 测完 Fe 、 Mn 、 Ca 、 Mg 剩下的溶液 (B) 相当 40~50 毫克样, 当溶液 (B) 中有滤纸存在, 应全部倒入烧杯中, 加 10 毫硝酸, 5 毫

升高氯酸, 蒸至白烟冒尽, 无黑色残渣, 加 2 毫升盐酸溶解残渣, 蒸至 0.5~1 毫升, 加水 5 毫升溶解, 洗入 50 毫升分液漏斗中, 加入二甲基黄指示剂 2 滴, 用 1:1 氨水中和至呈现黄色, 加 10% 磺基水杨酸 1 毫升、10% 盐酸羟胺 1 毫升、乙酸钠缓冲溶液 (pH5.5) 3 毫升、20% 铜试剂 1 毫升, 及氯仿 15 毫升, 振荡 1 分钟, 分层后放出有机相, 再加氯仿 10 毫升萃取后, 弃去有机相。加 0.01M PMBP—苯 15 毫升, 振荡 1 分钟, 分层后, 弃去水相, 用水 (pH5—6) 10 毫升, 振荡半分钟, 分层后弃去水相, 再重复一次。加 1N 盐酸每次 10 毫升, 振荡 1 分钟, 反萃取稀土及钨两次, 收集反萃取液, 加硝酸 4 毫升, 高氯酸 0.5 毫升, 蒸至白烟冒尽, 加 1 毫升盐酸溶解, 蒸至将干, 加 5% 盐酸 4.5 毫升, 内标溶液 0.5 毫升 (内标 1ml 含 5 微克 TiO_2), 摇匀, 进行 ICP 法测定。

地质矿产部宜昌地质所

马自诚 丘德奎