

www.yskw.ac.cn

纸色谱分离双波长薄层色谱扫描法 (或目视法) 测定岩矿中痕量铈

岩矿中痕量铈的测定, 一般采用离子交换、丹宁或硅带沉淀及纸色谱分离等方法富集, 然后用5-

Br-PADAP 萃取分光光度法测定。此法对岩矿中 ppm 量铈的测定是较困难的, 而且操作手续繁杂,

不易掌握。近年来我们利用纸色谱的特点,与干扰元素分离后直接在色谱纸上显色,用双波长薄层色谱扫描法(或目视法)测定铌。方法简便快速,灵敏度高,可测定岩矿中0.000X—0.00X%铌的含量。用双波长薄层色谱扫描仪测定纸色谱中痕量铌

1. 工作原理

利用样品光点最富吸收性的波长 λ_1 和样品非吸收性波长 λ_2 同时对样品进行扫描,可以补偿因薄板或色谱纸的厚度变化而产生的误差。根据 Kubelka-Mank 的理论^[2],利用已知散射参数 S_x 的值,可以校正吸收率因光束被薄板或纸上的吸收剂所分散而产生的偏差,使物质含量与吸收率之间的线性关系良好。

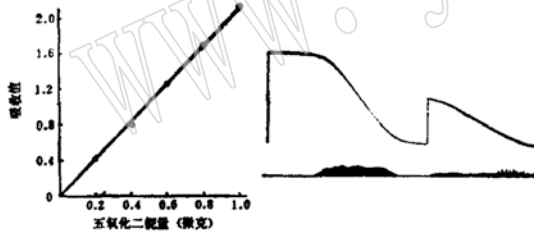
2. 仪器操作与标准曲线绘制

(1) 仪器操作

将已层析好的色谱纸固定在样品扫描台上,旋转波长刻度盘,对同一色谱纸上的色带进行扫描。由扫描所示400毫微米处是样品的最大吸收峰所在。而700毫微米处完全无吸收。据此,我们选用波长 λ_1 为400毫微米,波长 λ_2 为700毫微米。用反射测量方式, $S_x=3$ 的线性化程序,对样品进行曲折扫描。

(2) 工作曲线绘制

吸取0、0.2、0.4、0.6、0.8、1.0、2.0、3.0、……10.0微克五氧化二铌标准溶液分别涂在色谱纸上,按照样品操作手续同时进行层析,显色。用波长 λ_1 为400毫微米,波长 λ_2 为700毫微米, $S_x=3$ 的线性化程序,用反射测量方式,进行曲折扫描,绘



铌的工作曲线及扫描图形

制成0—1.0微克、0—5.0微克和0—10.0微克五氧化二铌三条工作曲线(见图,举其一,其它从略)。

操作手续

称取0.05—0.5克矿样于塑料坩锅中,用少许水润湿,加入氢氟酸、盐酸、硝酸各1—5毫升,在电热板上加热分解。蒸干,加入氢氟酸1—5毫升溶解残渣,将溶液蒸发至1毫升左右,用塑料吸管将试液涂于离色谱纸底边5厘米的部位,边烘边涂。用1.2%氢氟酸洗涤坩锅2—3次,烘干。将色谱纸上端折一段(约2—3厘米)插入展开剂中层折1—2小时,取出烘干。用氨气中和纸上的余酸,喷上10%鞣酸水溶液显色,铌立即呈现淡黄色或黄色,钽含量低不显色,其它元素在底部呈黑色,钨、钛两元素在底部呈黄色。待色谱纸风干后,剪掉杂质元素带,将铌、钽色谱带按工作曲线方法在双波长薄层色谱扫描仪上扫描测定铌。如果没有扫描仪可用目视法为标准系列进行目视比色。

测定铌后的色谱带置于铂坩锅中灰化,残渣滴2—3滴6%硫酸,加氢氟酸溶解,配成6%酒石酸溶液,可按丁基罗丹明B—二苯胍EDTA萃取分光光度法测定钽。

分析结果

用上述方法对八个地球化学标准参考样和岩矿样中的铌进行了分析,测定结果列于下表

分析结果对照

地球化学标准参考样	Nb (PPm)		
	标准定值	扫描法*测定值	目视法▲测定值
GSD-1	35.5 ± 2.3	34.10	35.83
GSD-2	95.6 ± 4.2	96.99	93.23
GSD-3	16.3 ± 1.5	15.30	14.86
GSD-4	18.5 ± 1.9	18.35	20.09

* 江苏省植物研究所单文典同志协助完成扫描测定工作。

▲ 目视法测定结果均为二人分别测定二次以上的平均结果。

南京地质矿产研究所 林文祥 刘兰萍