



中华人民共和国国家标准

GB/T 17415.1~17415.2—1998

钽矿石、铌矿石化学分析方法

Methods for chemical analysis of
Tantalum and Niobium ores

1998-06-17 发布

1999-01-01 实施

国家质量技术监督局 发布

前 言

目前国内稀有、稀土元素矿石分析方法标准很不完整。通过检索 92 年版国家标准目录及信息总汇——D44 和国际联网 91 年版 ISO/TC、92 年版 JIS、89 年版 ASTM 等工具书,铈、钽矿石分析方法标准未见报导。检出的相关文献有 JISH 1689—76《钽中铈的定量分析方法》。

近年来,地质矿产部实验系统对稀有、稀土元素的测试,做了大量工作,积累了极其丰富的经验,不少方法的质量水平已达到标准要求。

本标准在现有分析方法中,按准确、先进、简便、实用原则筛选制订。

本标准由中华人民共和国地质矿产部提出。

本标准由地质矿产部沈阳综合岩矿测试中心技术归口。

本标准起草单位:地质矿产部成都综合岩矿测试中心。

本标准主要起草人:陈万平。

中华人民共和国国家标准

钽矿石、铌矿石化学分析方法 硅胶富集分离-硫氰酸盐萃取 光度法测定铌量

GB/T 17415.2—1998

Methods for chemical analysis of Tantalum and Niobium ores
—Determination of Niobium content—Preconcentration and
separation with silica gel—Thiocyanate
extraction photometric method

1 范围

本标准规定了钽、铌矿石中铌含量的测定方法。

本标准适用于钽、铌矿石,也适用于锂、铷、铯矿石中铌含量的测定。测定范围: $10 \times 10^{-6} \sim 1.0 \times 10^{-2}$ 五氧化二铌。

2 引用标准

下列标准所包含的条文,通过在本标准中引用而构成的本标准的条文。本标准出版时,所示版本均为有效,所有标准都会被修订,使用本标准的各方应探讨使用下列标准最新版本的可能性。

GB 1.4—88 标准化工作导则 化学分析方法标准的编写规定

GB/T 14505—93 岩石和矿石化学分析方法总则及一般规定

3 方法提要

试样经碱熔融分解,在 EDTA 和草酸存在的氨性介质中以硅胶富集铌、钽,使其与钨、钼、钒、大部分钛、锆、铝等以及一般二价和三价金属离子分离。沉淀经过滤、洗涤和灼烧,氢氟酸去硅,将铌、钽制成酒石酸溶液,分取部分溶液以硫氰酸钾萃取光度法测定铌量。按规定条件,残留共存元素不影响测定。

4 试剂

- 4.1 氢氧化钾。
- 4.2 焦硫酸钾。
- 4.3 乙二胺四乙酸二钠(EDTA)。
- 4.4 草酸。
- 4.5 氨水($\rho 0.90 \text{ g/mL}$)。
- 4.6 氢氟酸($\rho 1.13 \text{ g/mL}$)。
- 4.7 盐酸($\rho 1.19 \text{ g/mL}$)。
- 4.8 盐酸 $\varphi(\text{HCl})=10\%$ 。
- 4.9 氯化铵饱和溶液。

- 4.10 氯化铵洗涤液 $\rho(\text{NH}_4\text{Cl})=50 \text{ g/L}$ 。用氨水(4.5)调至酚酞呈红色。
- 4.11 硅酸钠溶液 $\rho(\text{Na}_2\text{SiO}_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O})=150 \text{ g/L}$ 。
- 4.12 酒石酸溶液 $\rho(\text{C}_4\text{H}_6\text{O}_6)=150 \text{ g/L}$ 。
- 4.13 酒石酸溶液 $\rho(\text{C}_4\text{H}_6\text{O}_6)=60 \text{ g/L}$ 。
- 4.14 酒石酸溶液 $\rho(\text{C}_4\text{H}_6\text{O}_6)=300 \text{ g/L}$ 。
- 4.15 三氯化铝溶液 $\rho(\text{AlCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O})=100 \text{ g/L}$ 10 g 三氯化铝($\text{AlCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$)溶解于 100 mL 酒石酸溶液(4.13)中。
- 4.16 氯化亚锡溶液 $\rho(\text{SnCl}_2)=150 \text{ g/L}$ 15 g 氯化亚锡溶于 15 mL 盐酸(4.7)中,加 85 mL 水,加金属锡粒贮于棕色瓶中。
- 4.17 硫氰酸钾溶液 $\rho(\text{KCNS})=500 \text{ g/L}$ 。
- 4.18 乙酸乙酯。
- 4.19 五氧化二铌标准溶液
- 4.19.1 称取 0.050 0 g 经 800℃ 灼烧 1 h 并于干燥器中放冷至室温的五氧化二铌(99.9%以上)于 30 mL 瓷坩埚中,加 5.0 g 焦硫酸钾(4.2),加盖但留一细缝,于高温炉中逐渐升温至暗红色流体,摇动,再保持数分钟,取出放冷,置于 200 mL 烧杯中,加约 100 mL 酒石酸溶液(4.14),加热使盐类溶解,放冷,移入 500 mL 容量瓶中,用酒石酸溶液(4.14)洗净坩埚和烧杯并以此浓度的酒石酸溶液稀至刻度,摇匀。此溶液每毫升含 100 μg 五氧化二铌。
- 4.19.2 移取 5.00 mL 五氧化二铌标准溶液(4.19.1)于 250 mL 容量瓶中,加 45 mL 酒石酸溶液(4.14),用水稀释至刻度,摇匀。此溶液每毫升含 2 μg 五氧化二铌。
- 4.20 酚酞乙醇溶液 $\rho(\text{C}_{20}\text{H}_{14}\text{O}_4)=10 \text{ g/L}$ 。

5 仪器

分光光度计。

6 分析步骤

6.1 试料

试样粒度应小于 74 μm ,并于 105℃ 预干燥 2~4 h,置于干燥器中,冷却至室温。按表 1 称取试样。

表 1 称取试样量

五氧化二铌含量 $\times 10^{-2}$	试样量 g	制成溶液 mL	移取溶液 mL
0.001~0.010	0.500 0 \pm 0.000 5	25	5
>0.010~0.050	0.200 0 \pm 0.000 3	50	5
>0.050~0.200	0.100 0 \pm 0.000 3	100	5
>0.200~1.00	0.050 0	100	2

6.2 空白试验

随同试料进行不少于 2 份空白试验,所用试剂须取自同一试剂瓶。

6.3 校正试验

随同试料进行同类型标准试样的分析。

6.4 测定

6.4.1 将试料(6.1)置于 30 mL 高铝坩埚中,加几滴乙醇使其润湿,烤干,加 4 g 氢氧化钾(4.1),于 (650~700)℃ 高温炉中熔融(10~15) min,取出,摇动内熔物,放冷,直立于 300 mL 烧杯中,加 20 mL 左右沸水于坩埚中并立即盖上表皿。待剧烈作用停止后洗净坩埚,加约 15 mL 盐酸(4.7),立即搅匀。加 3 g EDTA(4.3),1 g 草酸(4.4)和 50 mL 氯化铵饱和溶液(4.9)。

6.4.2 加热使盐类溶解,煮至近沸,稍冷,加 5~10 滴酚酞溶液(4.20),在剧烈搅拌下加入氨水(4.5),中和至溶液变红并过量 4~5 mL,立即煮沸数分钟,补加沸水至 200 mL 左右,加少量纸浆,充分搅拌,于(70~80)℃保温 30 min。沉淀后立即同加有 10 mL 硅酸钠溶液(4.11)的空白比较,若硅胶不足,则补加硅酸钠溶液(4.11)并不断搅拌,使析出的硅胶与空白大致相当。

6.4.3 趁热用快速滤纸过滤,用氯化铵洗涤液(4.10)吹洗和擦净烧杯,再洗沉淀 7~8 次,用热水洗 2 次,再用近沸的盐酸溶液(4.8)洗沉淀 6~7 次,其间用细玻璃棒搅动沉淀 3 次,最后用热水洗 2 次。

6.4.4 将沉淀连同滤纸放入铂坩埚中,于高温炉中灰化并于 750℃灼烧 30 min,取出,冷却。以水润湿,加 5 mL 氢氟酸(4.6),于水浴上蒸干,再加 3 mL 氢氟酸(4.6)蒸至恰干。加 10 mL 酒石酸溶液(4.12),温热浸取(10~15) min,按(6.1)中表 1 转入容量瓶中,并制备成 60 g/L 的酒石酸溶液。

6.4.5 按(6.1)中表 1 分取制备溶液(6.4.4)于 25 mL 比色管中,不足 5.00 mL 时用酒石酸溶液(4.13)补足。加入 1 mL 三氯化铝溶液(4.15),4 mL 盐酸(4.7),3 mL 氯化亚锡溶液(4.16),每加一种试剂均需摇匀。冷却后,加 2 mL 硫氰酸钾溶液(4.17),摇匀。放置(5~15) min,准确加入 5 mL 乙酸乙酯萃取剂(4.18),振荡萃取 1 min,静置分层。

6.4.6 有机相于 385 nm 波长处,1 cm 比色皿,以试剂空白作参比进行比色。

6.5 工作曲线的绘制

取 0.00,0.25,0.50,1.00,2.00,……5.00 mL 五氧化二铌标准溶液(4.19.2)于一组 25 mL 比色管中,不足 5.00 mL 者用酒石酸溶液(4.13)补足,以下按分析步骤(6.4.5)至(6.4.6)进行操作。以五氧化二铌量为横坐标,吸光度为纵坐标,绘制工作曲线。

7 分析结果的计算

按下式计算五氧化二铌的百分含量:

$$w(\text{Nb}_2\text{O}_5)(\%) = \frac{(m_1 - m_0) \times 10^{-6} \times V}{m \times V_1} \times 100$$

式中: m_1 ——从工作曲线上查得试料溶液的五氧化二铌量, μg ;

m_0 ——从工作曲线上查得空白试验(6.2)的五氧化二铌量, μg ;

V_1 ——分取试料溶液体积, mL;

V ——试料溶液总体积, mL;

m ——试料量, g。

8 精密度

表 2 精密度

含量范围, $\times 10^{-6}$	重复性 r	再现性 R
28.8~737.0	$r = 0.521\ 3\ m^{0.76}$	$R = 0.513\ 4\ m^{0.87}$

本精密度数据是在 1995~1996 年,由五个实验室对六个水平的试样所做的试验中确定的。