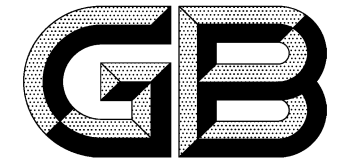


ICS 73.060
D 43



中华人民共和国国家标准

GB/T 17415.2—1998

GB/T 17415.2—1998

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

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

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

中国标准出版社出版发行
北京复兴门外三里河北街16号
邮政编码:100045

网址 www.bzcs.com

电话:68523946 68517548

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
各地新华书店经销

开本 880×1230 1/16 印张 0.5 字数 7 千字
1999年1月第一版 2005年9月第二次印刷

书号:155066·1-25596 定价 8.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换

版权专有 侵权必究

举报电话:(010)68533533



GB/T 17415.2—1998

1998-06-17 发布

1999-01-01 实施

国家质量技术监督局 发布

- 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±0.000 5	25	5
>0.010~0.050	0.200 0±0.000 3	50	5
>0.050~0.200	0.100 0±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)。

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,铌、钽矿石分析方法标准未见报导。检出到的相关文献有 JISH 1689—76《钽中铌的定量分析方法》。

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。