



中华人民共和国国家标准

GB/T 17415.2—2010
代替 GB/T 17415.2—1998

钽矿石、铌矿石化学分析方法 第2部分：铌量测定

Methods for chemical analysis of tantalum and niobium ores—
Part 2: Determination of niobium content

2010-11-10 发布

2011-02-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局 发布
中国国家标准化管理委员会

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准

钽矿石、铌矿石化学分析方法

第 2 部分：铌量测定

GB/T 17415.2—2010

*

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.spc.net.cn

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 9 千字

2010 年 12 月第一版 2010 年 12 月第一次印刷

*

书号：155066·1-41064

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

前 言

GB/T 17415《钽矿石、铌矿石化学分析方法》共有两个部分：

——第1部分：钽量测定；

——第2部分：铌量测定。

本部分为 GB/T 17415 的第2部分。

本部分代替 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》。

本部分与 GB/T 17415.2—1998 相比，主要变化如下：

——修改了本部分的中英文名称；

——对文本格式进行了修改；

——计算公式中质量分数表示符号由 w 代替了 $\omega(\%)$ ；

——增加了警示、警告内容；

——增加了试样条款；

——增加了废弃物处理条款。

本部分由中华人民共和国国土资源部提出。

本部分由全国国土资源标准化技术委员归口。

本部分负责起草单位：国家地质实验测试中心。

本部分起草单位：辽宁省地质实验研究所。

本部分主要起草人：张世涛、闵广全。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

——GB/T 17415.2—1998。

钽矿石、铌矿石化学分析方法

第2部分：铌量测定

警示——使用本标准的人员应有正规实验室工作的实践经验。本标准并未指出所有可能的安全问题。使用者有责任采取适当的安全和健康措施，并保证符合国家有关法规规定的条件。

1 范围

GB/T 17415 的本部分规定了硫氰酸盐光度法测定钽、铌矿石中铌量的方法。

本部分适用于钽、铌矿石，也适用于锂、铷、铯矿石中铌量的测定。

测定范围：0.001 0%~1.0%（质量分数）铌量（以五氧化二铌计）。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过 GB/T 17415 本部分的引用而成为本部分的条款。凡是注日期的引用文件，其随后所有的修改单（不包括勘误的内容）或修订版均不适用于本部分，然而，鼓励根据本部分达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件，其最新版本适用于本部分。

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

3 原理

试料经碱熔融分解，在乙二胺四乙酸二钠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。分取部分溶液乙酸乙酯萃取以硫氰酸钾光度法，于分光光度计上，波长 385 nm 处测量吸光度，计算铌量。

4 试剂

本部分所用试剂除非另有说明，分析时均使用分析纯化学试剂和符合 GB/T 6682 的分析实验室用水。

4.1 氢氧化钾。

4.2 焦硫酸钾。

4.3 乙二胺四乙酸二钠。

4.4 草酸。

4.5 氨水(ρ 0.90 g/mL)。警告：小心操作！

4.6 氢氟酸(ρ 1.13 g/mL)。警告：有毒并有强腐蚀性，操作时应戴手套，防止皮肤接触！

4.7 盐酸(ρ 1.19 g/mL)。

4.8 盐酸(1+9)。

4.9 氯化铵饱和溶液。

4.10 氯化铵洗涤液(50 g/L)：称取 5.0 g 氯化铵(NH_4Cl)于 100 mL 容量瓶中，加 70 mL~80 mL 水，用氨水(4.5)调至酚酞显红色，用水稀释至 100 mL。

4.11 硅酸钠溶液(150 g/L)：称取 15.0 g 硅酸钠($\text{Na}_2\text{SiO}_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$)，用水溶解后，稀释至 100 mL。

4.12 酒石酸溶液(150 g/L)。



- 4.13 酒石酸溶液(60 g/L)。
- 4.14 酒石酸溶液(300 g/L)。
- 4.15 三氯化铝溶液(100 g/L):称取 10.0 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(150 g/L):称取 15.0 g 氯化亚锡(SnCl_2)溶于 15 mL 盐酸(4.7)中,加水 85 mL,加金属锡粒贮于棕色瓶中。
- 4.17 硫氰酸钾溶液(500 g/L):称取 50.0 g 硫氰酸钾(KCNS),用水溶解后,稀释至 100 mL。
- 4.18 乙酸乙酯。**警告:易燃品,小心操作!**
- 4.19 五氧化二铌标准溶液配制:
- a) 五氧化二铌标准储备溶液(100.0 $\mu\text{g/mL}$):称取 0.1 g 五氧化二铌(99.9%以上)精确到 0.1 mg,经 800 $^{\circ}\text{C}$ 灼烧 1 h 并于干燥器中放冷至室温,置于 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 1 000 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释至刻度,混匀;
- b) 五氧化二铌标准溶液(2.0 $\mu\text{g/mL}$):分取 5.00 mL 五氧化二铌标准储备溶液[4.19a)]于 250 mL 容量瓶中,加 45 mL 酒石酸溶液(4.14),用水稀释至刻度,混匀。
- 4.20 酚酞溶液(10 g/L):乙醇溶液。

5 仪器和设备

- 5.1 分光光度计。
- 5.2 高温炉。
- 5.3 电热板。
- 5.4 分析天平:三级,感量 0.1 mg。

6 试样

试样经加工后粒径应小于 74 μm ,于 105 $^{\circ}\text{C}$ 预干燥 2 h~4 h,置于干燥器中保存。

7 分析步骤

7.1 试料量

按表 1 中铌量称取试料量,精确到 0.1 mg。

表 1 称取试料量

铌量/%	试料量/g	制成溶液体积/mL	分取溶液体积/mL
0.001~0.01	0.5	25	5
>0.01~0.05	0.2	50	5
>0.05~0.2	0.1	100	5
>0.2~1.0	0.1	200	2

7.2 空白试验

随同试料进行不少于两份空白试验,所用试剂应与试料分析取自同一试剂瓶。

7.3 验证试验

随同试料分析与被测样品性质相同或相近的标准物质。

7.4 试料分解

- 7.4.1 将试料(7.1)置于 30 mL 高铝坩埚中,加几滴乙醇使其湿润,烘干,加 4 g 氢氧化钾(4.1),于

650℃~700℃高温炉中熔融10 min~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面皿。待剧烈作用停止后洗净坩埚,加约15 mL盐酸(4.7),立即混匀。加3.0 g 乙二胺四乙酸二钠(4.3),1.0 g 草酸(4.4)和50 mL 氯化铵饱和溶液(4.9)。

7.4.2 加热使盐类溶解,煮至近沸,稍冷,加5滴~10滴酚酞溶液(4.20),在快速搅拌下加入氨水(4.5),中和至溶液变红并过量4 mL~5 mL,立即煮沸数分钟,补加沸水至200 mL左右,加适量纸浆,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。

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

7.4.4 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 min~15 min,按(7.1)中表1转移到容量瓶中,并制备成60 g/L的酒石酸溶液。

7.4.5 按(7.1)中表1分取制备溶液(7.4.4)于25 mL比色管中,不足5.00 mL时用酒石酸溶液(4.13)补足至5.00 mL。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),每加一种试剂均需混匀。冷却后,加2 mL 硫氰酸钾溶液(4.17),混匀。放置5 min~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。

7.5 校准溶液系列配制

在一系列25 mL比色管中,分别加入0.00 mL、0.25 mL、0.50 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL和5.00 mL 五氧化二铌标准溶液[4.19b)],不足5.00 mL者用酒石酸溶液(4.13)补足至5.00 mL,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),每加一种试剂均需混匀。冷却后,加2 mL 硫氰酸钾溶液(4.17),混匀。放置5 min~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。

7.6 测定

分取有机相于分光光度计上,以试剂空白作参比,用1 cm比色皿,在波长385 nm处测量校准溶液系列、试料溶液和空白试验溶液(7.2)的吸光度。

7.7 校准曲线绘制

以校准溶液系列的五氧化二铌量为横坐标,校准溶液系列的吸光度为纵坐标,绘制校准曲线。查出试料溶液及空白试验溶液(7.2)相应的五氧化二铌量。

8 结果计算

计算结果以质量分数 $w(\text{Nb}_2\text{O}_5)$ 计,数值以(%)表示,按式(1)计算五氧化二铌量。

$$w(\text{Nb}_2\text{O}_5) = \frac{(m_1 - m_0)V \times 10^{-6}}{mV_1} \times 100 \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

$w(\text{Nb}_2\text{O}_5)$ ——试料中铌量的质量分数(以五氧化二铌计),百分浓度(%);

m_1 ——从校准曲线上查得试料溶液的五氧化二铌量,单位为微克(μg);

m_0 ——从校准曲线上查得空白试验溶液(7.2)的五氧化二铌量,单位为微克(μg);

V ——试料溶液总体积,单位为毫升(mL);

m ——称取试料量,单位为克(g);

V_1 ——分取试料溶液体积,单位为毫升(mL)。

分析结果表示至小数点后两位。

9 精密度

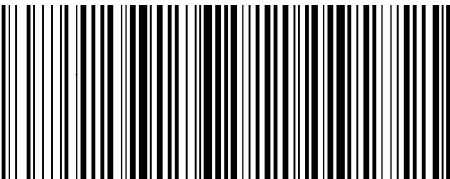
钽、铌矿石中铌量测定结果的精密度见表 2。

表 2 铌量精密度

元素(组分)	水平范围 $m/(\mu\text{g/g})$	重复性限 $r/(\mu\text{g/g})$	再现性限 $R/(\mu\text{g/g})$
五氧化二铌	28.8~7 370	$r=0.521\ 3m^{0.76}$	$R=0.513\ 4m^{0.87}$
注：本精密度数据是由 5 个实验室对 6 个水平的试样所做的试验中确定的。			

10 废弃物处理

本方法涉及的有毒有害废弃物,应集中收集保存;严格根据国家环保行政部门的有关法规和技术指标对各类废弃物负责集中处理。



GB/T 17415.2-2010

版权专有 侵权必究

*

书号:155066·1-41064