

UDC 669.284 : 543.06
D 40



中华人民共和国国家标准

GB/T 15079.1~15079.12-94

钼精矿化学分析方法

Method for chemical analysis
of molybdenum concentrates

1994-05-11 发布

1994-12-01 实施

国家技术监督局 发布

钼精矿化学分析方法
铼量的测定

GB/T 15079.11-94

Molybdenum concentrates—Determination
of rhenium content

1 主题内容与适用范围

本标准规定了钼精矿中铼含量的测定方法。

本标准适用于钼精矿中铼含量的测定。测定范围：0.001%~0.2%。

2 引用标准

- GB 1.4 标准化工作导则 化学分析方法标准编写规定
GB 1467 冶金产品化学分析方法标准的总则及一般规定
GB 7729 冶金产品化学分析 分光光度法通则

3 方法提要

试料以过氧化钠熔融，水浸出。在 pH12~13 的溶液中，铼与四苯砷氯酸盐形成的过铼酸四苯砷被三氯甲烷萃取与钼分离。用 6mol/L 盐酸反萃取，二氧化锡还原，硫氰酸盐显色，被乙酸乙酯萃取，于分光光度计波长 430nm 处，测其吸光度。

4 试剂

- 4.1 过氧化钠。
4.2 酒石酸。
4.3 三氯甲烷。
4.4 乙酸乙酯。
4.5 盐酸($\rho=1.19\text{g/mL}$)。
4.6 硫酸(1+1)。
4.7 盐酸(1+1)。
4.8 氢氧化钠溶液(400g/L)。
4.9 硫氰酸钾溶液(350g/L)。
4.10 二氧化锡溶液(200g/L)：称取 200g 二氧化锡($\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$)于烧杯中，加盐酸(4.7)溶解并稀释至 1000mL，用时现配。
4.11 乙二胺四乙酸二钠(EDTA)溶液(100g/L)。
4.12 四苯砷氯酸盐溶液(10g/L)。
4.13 四苯砷氯酸盐洗液：于 1000mL 水中加入 10mL 四苯砷氯酸盐溶液(4.12)，8mL 氢氧化钠溶液(100g/L)，混匀。

4.14 乙醇溶液(2+98)。

4.15 铈标准贮存溶液:称取0.1000g金属铈粉(99.99%以上)于150mL烧杯中,加20mL盐酸(4.7)、5mL硝酸(1+1),加热至完全溶解,冷却至室温,移入1000mL容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液1mL含100 μ g铈。

4.16 铈标准溶液:移取20.00mL铈标准贮存溶液(4.15)于500mL容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液1mL含4 μ g铈。

4.17 间苯二酚品黄指示剂(1g/L)。

5 仪器

分光光度计。

6 试样

6.1 试样应预先脱去油和水分,其粒度应小于0.090mm。

6.2 试样应在100~105 $^{\circ}$ C烘1h后,置于干燥器中,冷却至室温。

7 分析步骤

7.1 试料

按表1称取试样,精确至0.0001g。

独立进行两次测定,取其平均值。

表1

铈含量,%	试样量,g
0.0010~0.0100	1.0000
>0.010~0.050	0.5000
>0.050~0.200	0.2000

7.2 空白试验

随同试料做空白试验。

7.3 测定

7.3.1 将试料(7.1)置于预先盛有5~6g过氧化钠的40mL铁坩锅中,混匀后,再用约2g覆盖。于700 $^{\circ}$ C高温炉中熔融4~5min取出稍冷,用水浸除坩锅外层氧化物,再置于盛有50mL乙醇溶液(4.14)的400mL烧杯中,浸出熔融物,用水洗净坩锅。溶液冷却后,移入100mL容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。干过滤,按表2移取溶液于150mL烧杯中,加水稀释至体积约25mL。

表2

铈含量,%	移取溶液体积,mL
0.0010~0.0100	20.00
>0.010~0.100	10.00
>0.100~0.200	5.00

7.3.2 加入2mLEDTA溶液(4.11),约0.3g酒石酸(4.2),摇动使之溶解。加入2滴间苯二酚品黄指示剂(4.17),用硫酸(4.6)、氢氧化钠溶液(4.8)调至溶液呈橙色,加入1.0mL四苯腈氯酸盐溶液(4.12),移入125mL分液漏斗中,加入8.0mL三氯甲烷(4.3)加塞振荡1min,静置分层,将有机相移入另一分液漏斗中。再向水相加入8.0mL三氯甲烷(4.3)重复萃取,合并有机相,并用10mL四苯腈氯酸盐洗液(4.13)振荡洗涤有机相两次,静置分层,弃去水相。

7.3.3 向有机相加入 5mL 盐酸(4.7),加塞振荡 1min。将有机相与水相一并移入 150mL 烧杯中,用少量盐酸(4.7)洗净分液漏斗,将烧杯置于约 80℃ 的水浴上,驱尽三氯甲烷,取下冷却至室温。用盐酸(4.7)将溶液移入 25mL 具塞比色管中。并用盐酸(4.7)稀释体积至 15mL。

7.3.4 向溶液中加入 1.0mL 硫氰酸钾溶液(4.9)混匀。加入 1.0mL 氯化亚锡溶液(4.10),混匀静置 20min,加入 8.00mL 乙酸乙酯(4.4),振荡 30s,取下,静置分层。

7.3.5 用干燥吸管移取部分有机相于 1cm 比色皿中,以乙酸乙酯(4.4)为参比,于分光光度计波长 430nm 处,测量其吸光度。

7.3.6 减去随同试料的空白溶液吸光度,从工作曲线上查出相应的铈量。

7.4 工作曲线的绘制

移取 0,1.00,2.00,3.00,4.00,5.00mL 铈标准溶液(4.16),置于一组 25mL 具塞比色管中,加入与移取铈标准溶液等体积的盐酸(4.5),再用盐酸(4.7)稀释体积至 15.0mL。以下按 7.3.4 条进行,与试料测定相同的条件,以试剂空白溶液为参比,测量其吸光度。减去试剂空白的吸光度后,以铈量为横坐标,吸光度为纵坐标,绘制工作曲线。

8 分析结果的表述

按下式计算铈的百分含量:

$$Re(\%) = \frac{m_1 \times V_0 \times 10^{-6}}{m_0 \times V_1} \times 100$$

式中: m_1 ——从工作曲线上查得的铈量, μg ;

V_0 ——溶液总体积, mL;

V_1 ——移取溶液体积, mL;

m_0 ——试料的质量, g。

分析结果应表示至小数第三位,小于 0.01% 时,应表示至小数第四位。

9 允许差

实验室之间分析结果的差值应不大于表 3 所列的允许差。

表 3

%

铈含量	允许差
0.0010~0.0020	0.0005
>0.0020~0.0040	0.0008
>0.0040~0.0080	0.0016
>0.0080~0.0160	0.0030
>0.016~0.030	0.005
>0.030~0.060	0.010
>0.060~0.120	0.020
>0.120~0.200	0.030

附加说明：

本标准由中国有色金属工业总公司提出。

本标准由金堆城钼业公司负责起草。

本标准由金堆城钼业公司起草。

本标准主要起草人宋君护、罗占南。

