



中华人民共和国国家标准

GB/T 14352.18—2010
代替 GB/T 14352.18—1993

钨矿石、钼矿石化学分析方法 第 18 部分：铼量测定

Methods for chemical analysis of tungsten ores and molybdenum ores—
Part 18: Determination of rhenium content

www.tungsten.com.cn

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
中国国家标准化管理委员会

发布



前 言

GB/T 14352《钨矿石、钼矿石化学分析方法》共有 18 个部分：

- 第 1 部分：钨量测定；
- 第 2 部分：钼量测定；
- 第 3 部分：铜量测定；
- 第 4 部分：铅量测定；
- 第 5 部分：锌量测定；
- 第 6 部分：镉量测定；
- 第 7 部分：钴量测定；
- 第 8 部分：镍量测定；
- 第 9 部分：硫量测定；
- 第 10 部分：砷量测定；
- 第 11 部分：铋量测定；
- 第 12 部分：银量测定；
- 第 13 部分：锡量测定；
- 第 14 部分：镓量测定；
- 第 15 部分：锗量测定；
- 第 16 部分：硒量测定；
- 第 17 部分：碲量测定；
- 第 18 部分：铼量测定。

本部分为 GB/T 14352 的第 18 部分。

本部分代替 GB/T 14352.18—1993《钨矿石、钼矿石化学分析方法 硫氰酸盐光度法测定铼量》。

本部分与 GB/T 14352.18—1993 相比，主要变化如下：

- 增加了警示内容；
- 修改了试样干燥温度。

本部分的附录 A 为资料性附录。

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会归口。

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：江苏省地质调查研究院(国土资源部南京矿产资源监督检测中心)。

本部分主要起草人：蔡玉曼、张培新。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

- GB/T 14352.18—1993。

钨矿石、钼矿石化学分析方法 第 18 部分:铼量测定

警告:使用本部分的人员应有正规实验室工作的实践经验。本部分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 14352 的本部分规定了钨矿石、钼矿石中铼量的测定方法。

本部分适用于钨矿石、钼矿石中铼量的测定。

测定范围:1 $\mu\text{g/g}$ ~300 $\mu\text{g/g}$ 的铼。

2 规范性引用标准

下列文件中的条款通过 GB/T 14352 的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

GB/T 14505 岩石和矿石化学分析方法 总则及一般规定

3 原理

试料用氧化镁烧结分解,水浸取液在酒石酸存在下,调节 pH 为 8~9,用氯化四苯腈-三氯甲烷萃取分离高铼酸,将三氯甲烷分出后置于水浴上蒸干,以 6 mol/L 盐酸溶解高铼酸盐,以二氯化锡还原,硫氰酸盐显色,用乙酸丁酯萃取,有机相在分光光度计上,于波长 430 nm 处,测量吸光度,计算铼量。

4 试剂

本部分除非另有说明,在分析中均使用分析纯试剂和符合 GB/T 6682 的分析实验室用水。

- 4.1 氧化镁。
- 4.2 酒石酸。
- 4.3 三氯甲烷。
- 4.4 乙酸丁酯。
- 4.5 过氧化氢。
- 4.6 盐酸(ρ 1.19 g/mL)。
- 4.7 盐酸(1+1)。
- 4.8 碳酸氢钠溶液(100 g/L)。
- 4.9 氯化钠溶液(100 g/L)。
- 4.10 硫氰酸钾溶液(250 g/L)。
- 4.11 氯化四苯腈盐酸盐溶液(TPAC)(20 g/L)。
- 4.12 二氯化锡溶液(350 g/L):

称取 35 g 二氯化锡溶解于 50 mL 盐酸(4.6)中,加水稀释至 100 mL,投入 1 g 锡粒,置于棕色



GB/T 14352.18—2010

瓶中。

4.13 氨水(1+1)。

4.14 铼标准溶液:

- a) 铼标准储备溶液[$\rho(\text{Re})=50.0 \mu\text{g/mL}$]:称取 10.00 mg 金属铼粉(99.999%),置于 100 mL 烧杯中,加入 20 mL 氨水(4.13)及 5 mL 过氧化氢(4.5)溶解,置水浴上蒸干,加入适量水加热溶解,以水移入 200 mL 容量瓶中,并稀释至刻度,摇匀;
- b) 铼标准溶液[$\rho(\text{Re})=5.0 \mu\text{g/mL}$]:移取 20.00 mL 铼标准储备溶液[4.14a)],置于 200 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

4.15 酚酞溶液(1 g/L):

0.1 g 酚酞溶解于 100 mL 乙醇中。

5 仪器

5.1 分析天平:三级,感量 0.1 mg。

5.2 分光光度计。

6 试样

6.1 按 GB/T 14505 的相关要求,加工试样粒径应小于 97 μm 。

6.2 试样应在 105 $^{\circ}\text{C}$ 预干燥 2 h,含硫矿物的试样在 60 $^{\circ}\text{C}$ ~80 $^{\circ}\text{C}$ 的鼓风干燥烘箱内干燥 2 h~4 h,然后置于干燥器中,冷却至室温。

7 分析步骤

7.1 试样

根据试样中铼量按表 1 称取试料量,精确至 0.1 mg。

表 1 试料量

铼量/($\mu\text{g/g}$)	试料量/g	显色时加入萃取剂体积/mL
1~5	2	6.00
>5~10	1	6.00
>10~30	1	10.00
>30~60	0.5	10.00
>60~100	0.3	10.00
>100~150	0.2	10.00
>150~300	0.1	10.00

7.2 空白试验

随同试料进行双份空白试验,所用试剂应取自同一试剂瓶,加入同等的量。

7.3 验证试验

随同试料分析同矿种、含量相近的标准物质。

7.4 试料分解

7.4.1 将试料(7.1)置于预先盛有 2 g 氧化镁(4.1)[如称取试料 2 g 应加入 4 g 氧化镁(4.1)]的 20 mL 瓷坩埚中,搅拌均匀,表面覆盖约 0.5 g 氧化镁(4.1),置于高温炉中,由室温逐渐升温至 680 $^{\circ}\text{C}$ \pm 20 $^{\circ}\text{C}$,保持 2 h,取出,冷却。



7.4.2 将烧结物倒入已盛有 4 滴~5 滴过氧化氢(4.5)的 100 mL 烧杯中,以热水洗涤坩埚数次,倒入烧杯中,并用水稀释体积至 50 mL 左右,盖上表面皿,置小电炉上煮沸 10 min,再移置于低温电热板上保温 2 h 使溶液清澈,取下,冷却。

7.4.3 用中速滤纸以倾泻法并清洗两次,滤液以 100 mL 烧杯承接,将残渣移入漏斗中,再用水洗 5 次~6 次。

7.4.4 滤液置于电热板上蒸至约 10 mL 左右,加入 1 g 酒石酸(4.2),取下,加入 1 滴酚酞溶液(4.15),用氨水(4.13)调至溶液变红,用适量水移入已盛有 2 mL 碳酸氢钠溶液(4.8)的 60 mL 分液漏斗中,用水稀释至 20 mL,加入 1 mL TPAC(4.11)、10 mL 三氯甲烷(4.3),萃取 2 min,静置分层,用干滤纸条擦净漏斗颈部可能存在的水珠,小心地将下层三氯甲烷移入干燥的 20 mL 烧杯中(如有水珠混入三氯甲烷中应倒回原漏斗中重新分离),于分离后的水相中再加入 5 mL 三氯甲烷(4.3)萃取 2 min,同上方法将第二次萃取后的三氯甲烷移入原 20 mL 烧杯中,合并两次萃取液,加入 0.1 mL 氯化钠溶液(4.9)置沸水浴上蒸干,加入 6 mL 盐酸(4.7),继续置沸水浴上加热 5 min,取下冷却,用 10 mL 盐酸(4.7)将烧杯内溶液移入 25 mL 带塞比色管中,摇匀。

注 1: 萃取液中有水珠倒回原漏斗中重新分离。

注 2: 不加热易偏低。

7.4.5 向比色管中加入 1.5 mL 硫氰酸钾溶液(4.10),摇匀,加入 1.5 mL 二氯化锡溶液(4.12),摇匀,放置 20 min 后,视铈量准确加入 6 mL(曲线 A)或 10 mL(曲线 B)乙酸丁酯(4.4),萃取 1.5 min,待分层后,备测。

注: 有关说明见附录 A。

7.5 校准溶液系列配制

视铈量分取 0.00 mL、0.50 mL、1.00 mL、1.50 mL、2.00 mL(曲线 A)或 0.00 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL、5.00 mL、6.00 mL(曲线 B)铈标准溶液[4.14b)],分别置于一组 25 mL 带塞比色管中,补加水至 8 mL,加入 8 mL 盐酸(4.6),摇匀,流水冷却,以下按分析步骤(7.4.5)进行。

7.6 测定

在分光光度计上,于波长 430 nm 处,用 3 cm(曲线 A)或 2 cm(曲线 B)比色皿,以乙酸丁酯(4.4)作参比,测量校准溶液、试料溶液、空白试验溶液和验证试验溶液的吸光度。

7.7 校准曲线绘制

以铈量为横坐标,吸光度为纵坐标,绘制校准曲线,从校准曲线上查得相应的铈量。

8 结果计算

铈量以质量分数 $w(\text{Re})$ 计,数值以 $\mu\text{g/g}$ 表示,按式(1)计算:

$$w(\text{Re}) = \frac{m_1 - m_0}{m} \dots\dots\dots(1)$$

式中:

m_1 ——从校准曲线上查得分取试料溶液的铈量,单位为微克(μg);

m_0 ——从校准曲线上查得空白试验溶液的铈量,单位为微克(μg);

m ——试料量,单位为克(g)。

计算结果为 $\times\times\times.\times\times.\times.\times\times$ 。

9 精密度

方法精密度见表 2。

表 2 精密度

单位为微克每克

元 素	水平范围 m	重复性限 r	再现性限 R
铈	2.28~66.4	$r=0.142 2m^{0.725 0}$	$R=0.425 5+0.134 8m$
注：本精密度数据是由 4 个实验室对 3 个水平的试样进行试验确定。			

www.tungsten.com.cn



附 录 A
(资料性附录)
有 关 说 明

A.1 在本实验条件下,试样经氧化镁烧结,大量的 Fe、Mo、W、Nb、V、Ca、Mg、Al、Bi、Mn、Ag、Zn、Ni、Co、Cr、Sn、Cu、Te 经水提取后均不进入溶液或不干扰测定,如水提取液中存在有 0.2 mg V、W、Mo、Nb、Cu、Cr 等经氯化四苯腈-三氯甲烷萃取分离后均不再干扰测定。

A.2 烧结物浸取时,浸出液体积不宜太小,煮沸后体积约有 30 mL 即可,煮沸时间不要少于 5 min,否则铼浸出不完全,导致结果偏低。

A.3 高铼酸经三氯甲烷两次萃取后回收率大于 99%,故标准可不经萃取。

www.tungsten.com.cn