

中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T 358.4—2011
代替 YS/T 358—1994

钽铁、铌铁精矿化学分析方法 第 4 部分：三氧化钨量的测定 硫氰酸盐分光光度法

Methods for chemical analysis of tantalite, columbite concentrate—
Part 4: Determination of tungsten trioxide content—
Thiocyanate spectrophotometric method

2011-12-20 发布

2012-07-01 实施

前 言

YS/T 358《钽铁、铌铁精矿化学分析方法》包括 12 个部分：

- 第 1 部分：钽、铌量的测定 纸上色层重量法；
- 第 2 部分：二氧化钛量的测定 双安替吡啉甲烷分光光度法；
- 第 3 部分：二氧化硅量的测定 硅钼蓝分光光度法和重量法；
- 第 4 部分：三氧化钨量的测定 硫氰酸盐分光光度法；
- 第 5 部分：铀量的测定 电感耦合等离子体发射光谱法；
- 第 6 部分：氧化钪量的测定 电感耦合等离子体发射光谱法；
- 第 7 部分：铁量的测定 电感耦合等离子体发射光谱法；
- 第 8 部分：亚铁量的测定 重铬酸钾滴定法；
- 第 9 部分：锑量的测定 电感耦合等离子体发射光谱法；
- 第 10 部分：锡量的测定 碘酸钾滴定法；
- 第 11 部分：锰量的测定 原子吸收光谱法；
- 第 12 部分：湿存水量的测定 重量法。

本部分为 YS/T 358 的第 4 部分。

本部分代替 YS/T 358—1994《钽铁、铌铁精矿化学分析方法》(原 YB 874—76)第五部分《三氧化钨量的测定(硫氰酸盐比色法)》。

本部分与 YS/T 358—1994 第五部分相比主要变化如下：

- 增加了检测下限；
- 试样量由 0.10 g~0.50 g 改为 0.15 g~0.50 g；
- 增加了精密度条款；
- 对文本格式进行了修改,增加了质量保证和控制条款。

本部分由全国有色金属标准化技术委员会(SAC/TC 243)归口。

本部分起草单位：赣州有色冶金研究所、九江钽铌有限责任公司、宜春钽铌矿、从化钽铌冶炼厂。

本部分主要起草人：刘柏禄、刘鸿、黎英、宣宏建、王家榕、黄双、邓延安。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

- YB 874—76、YS/T 358—1994。

钽铁、铌铁精矿化学分析方法

第4部分：三氧化钨量的测定

硫氰酸盐分光光度法

1 范围

本方法规定了钽铁、铌铁精矿中三氧化钨含量的测定方法。

本方法适用于钽铁、铌铁精矿中三氧化钨量的测定。测定范围为0.10%~10.00%。

2 方法提要

试料以过氧化钠熔融,用水浸出,使钨以钨酸钠形式进入溶液中,而与主体钽、铌及钛、铁、锰、铜、铋、钙等分离。在一定盐酸溶液中,用三氯化钛将钨还原成五价,然后与硫氰酸盐生成黄色络合物,于分光光度计波长420 nm处测量其吸光度。

3 试剂

3.1 过氧化钠。

3.2 氢氧化钠溶液(30 g/L)。

3.3 草酸溶液(100 g/L)。

3.4 硫氰酸钾溶液(250 g/L)。

3.5 三氯化钛溶液:移取2 mL三氯化钛溶液(150 g/L)于1 000 mL容量瓶中,用盐酸(2+1)定容,混匀。(用时现配)。

3.6 三氧化钨标准溶液:称取0.100 0 g三氧化钨[$w(\text{WO}_3) \geq 99.95\%$,预先在750 °C灼烧1 h]置于250 mL烧杯中,加入10 g氢氧化钠、约100 mL水,微热至溶解完全,冷却,移入1 000 mL容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀,贮存于塑料瓶中。此溶液1 mL相当于100 μg 三氧化钨。

4 仪器

分光光度计。

5 试样

5.1 试样粒度小于0.074 mm。

5.2 试样预先在105 °C~110 °C烘2 h,置于干燥器中冷却至室温。

6 分析步骤

6.1 试料

按表1称取试样(5),精确至0.000 1 g。