

钽铁、铌铁精矿化学分析方法 第 10 部分：锡量的测定 碘酸钾滴定法

Methods for chemical analysis of tantalite, columbite concentrate—
Part 10: Determination of tin content—
Potassium iodate titrimetric method

中华人民共和国有色金属
行业标准
钽铁、铌铁精矿化学分析方法
第 10 部分：锡量的测定
碘酸钾滴定法
YS/T 358.10—2011

*
中国标准出版社出版发行
北京市朝阳区和平里西街甲 2 号(100013)
北京市西城区三里河北街 16 号(100045)
网址 www.spc.net.cn
总编室:(010)64275323 发行中心:(010)51780235
读者服务部:(010)68523946
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
2012 年 6 月第一版 2012 年 6 月第一次印刷

*
书号: 155066·2-23583 定价 14.00 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)68510107



YS/T 358.10-2011

2011-12-20 发布

2012-07-01 实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布

V_0 ——空白消耗碘酸钾标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);
 V_1 ——移取锡标准溶液的体积,单位为毫升(mL);
 V_2 ——标准消耗碘酸钾标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL)。
 平行标定三份,其极差值应不大于 0.10 mL,取其平均值,否则重新标定。

4 试样

- 4.1 试样粒度小于 0.074 mm。
 4.2 试样预先在 105 ℃~110 ℃烘 2 h,置于干燥器中冷却至室温。

5 分析步骤

5.1 试料

称取 1.00 g 试样(4),精确至 0.000 1 g。

5.2 测定次数

独立进行两次测定,取其平均值。

5.3 空白试验

随同试料做空白试验。

5.4 测定

- 5.4.1 将试料(5.1)置于预先垫有 2 g 过氧化钠(3.1)的 30 mL 铁坩锅中,搅拌均匀,用 5 g 过氧化钠(3.1)覆盖。置于 700 ℃~750 ℃的马弗炉中熔融 10 min~15 min,待熔融完全后取出冷却。
 5.4.2 将坩锅放入已盛有 100 mL 水和 0.5 mL 无水乙醇(3.4)的 300 mL 烧杯中,用水洗出坩锅,移入 200 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀,干过滤。
 5.4.3 准确移取 50.00 mL 溶液(5.4.2)于 300 mL 锥形瓶中,加入 50 mL 盐酸(3.3),2 g 铝片(3.2),盖上盛有大半体积的饱和碳酸氢钠溶液(3.5)的盖氏漏斗,加热煮沸,使铝片完全溶解取下,在流水中冷却至室温。
 5.4.4 取下盖氏漏斗,向锥形瓶中加入 2 mL 淀粉溶液(3.6),用碘酸钾标准溶液(3.8)滴定至出现稳定的浅蓝紫色,即为终点。

6 分析结果的计算

锡含量以锡的质量分数 $w(\text{Sn})$ 计,数值以 % 表示,按式(2)计算试料中:

$$w(\text{Sn}) = \frac{T \cdot (V_3 - V_4) \times 10^{-3}}{m_0} \times 100 \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中:

- T ——碘酸钾标准滴定溶液对锡的滴定度,单位为毫克每毫升(mg/mL);
 V_3 ——试料消耗碘酸钾标准溶液的毫升数,单位为毫升(mL);
 V_4 ——空白消耗碘酸钾标准溶液的毫升数,单位为毫升(mL);
 m_0 ——试料量,单位为克(g)。

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:铈量的测定 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 10 部分。

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、从化钽铌冶炼厂。

本部分主要起草人:邝静、杨峰、万育松、黄双、邓延安。