

钽铁、铌铁精矿化学分析方法 第 1 部分：钽、铌量的测定 纸上色层重量法

Methods for chemical analysis of tantalite, columbite concentrate—
Part 1: Determination of tantalum and niobium content—
Gravimetric of paper chromatography 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 1 部分：钽、铌量的测定
纸上色层重量法
YS/T 358.1—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: 155066·2-23592 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 358.1—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

6.2 测定次数

独立地进行两次测定,取其平均值。

6.3 空白试验

随同试料做空白试验。

6.4 测定

6.4.1 将试料(6.1)置于微波消解反应罐中,加入1 mL~2 mL 氢氟酸(3.1),0.5 mL 硝酸(3.2),于微波消解仪中170 ℃分解4.5 h,取出冷却。

6.4.2 用塑料吸管将试液成条状涂于色层纸(3.6)上无硝酸铵的部分,先用氢氟酸(3.1)洗反应罐2次,再用丁酮(3.3)洗反应罐3次,每次用0.6 mL左右,均涂于色层纸(3.6)上,涂带距离色层纸下端2 cm左右,涂带宽2 cm左右,低温烘干,卷成圆筒状,用大头针固定。

注:若色层纸已烘烤干,可用水蒸汽润湿。润湿的方法可根据本单位的习惯及条件自行选择。目的是润湿色层纸后,使钽、铌色带集中、清晰,钽、铌与杂质分离良好。

6.4.3 将色层纸直立于盛有液面高1 cm 展开剂(3.5)的色层筒或色层箱中,加盖密封展开,待溶剂前沿上移动离顶端2 cm 时,取出烘干,置于氨中和器中(3.7)中和10 min~15 min,取出烘干,喷以单宁溶液(3.4)显色,低温烘干。分别剪下钽、铌色带,量取长度,置于已恒重的铂金坩埚中,炭化,然后在850 ℃马弗炉内灼烧至恒重,分别称重。

注1:黄色钽带在上部,橙红色铌带居中间,杂质留在原点或附近,呈黄到灰黑色,谱带分离应清晰。

注2:剪铌带时最好按铌带宽度剪下。由于磷在色层纸上也向上移动一定的距离,剪铌带时下沿空间不要超过1 cm,否则剪宽了会引起铌的结果偏高。

7 分析结果的计算

五氧化二钽、五氧化二铌含量以质量分数 $w(X_2O_5)$ 计,数值以%表示,按式(1)计算:

$$w(X_2O_5) = \frac{m_1 - B \cdot K}{m_0} \times 100 \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

m_1 ——五氧化二钽或五氧化二铌沉淀质量,单位为克(g);

B ——钽带或铌带长度,单位为厘米(cm);

K ——色层纸空白值,单位为克每厘米(g/cm);

m_0 ——试料的质量,单位为克(g)。

8 精密度

8.1 重复性

在重复性条件下获得的两次独立测试结果的测定值,在以下给出的平均值范围内,这两个测试结果的绝对差值不超过重复性限(r),超过重复性限(r)的情况不超过5%,重复性限(r)按表1数据采用线性内插法求得;超过表1中含量的测定值,其重复性限(r)用外推法计算求得。

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1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)第二部分《钽、铌分量的测定(纸上色层重量法)》。

本部分与YS/T 358—1994第二部分相比主要变化如下:

- 样品分解由碱熔改为氢氟酸、硝酸微波消解溶解;
- 给出了检测下限;
- 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、从化钽铌冶炼厂。

本部分主要起草人:潘建忠、蔡学建、叶春生、邓延安、宋金华、黄双。

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。