

### 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

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 4 部分：三氧化钨量的测定  
硫氰酸盐分光光度法  
YS/T 358.4—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](http://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: 155066·2-23589 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 358.4—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

表 1 称样量及分取体积

三氧化钨的质量分数/%	试样量/g	分取体积/mL
0.10~1.00	0.50	5.00
>1.00~10.00	0.15	2.00

## 6.2 测定次数

独立进行两次测定,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 30 mL 铁坩埚中,加入 4 g 过氧化钠(3.1),加热脱水,摇动坩埚使试料散开,置于 750 ℃~800 ℃马弗炉中熔融 10 min,取出冷却。用热水浸取,并洗净坩埚,溶液呈绿色或紫色时,加几滴无水乙醇(或少许过氧化钠)使其褪色,加热煮沸,冷却,用水定容于 100 mL 容量瓶中,混匀,干过滤。

6.4.2 按表 1 移取滤液(6.4.1)于 25 mL 容量瓶中,加 2 mL 草酸溶液(3.3),用氢氧化钠溶液(3.2)补至 10 mL,准确加入 2 mL 硫氰酸钾溶液(3.4),摇匀,然后用三氯化钛溶液(3.5)稀至刻度,混匀,放置 15 min~20 min,用 1 cm 比色皿,于分光光度计波长 420 nm 处,以随行空白为参比测定其吸光度。从工作曲线上查出相应的三氧化钨量。

## 6.5 工作曲线的绘制

准确吸取 0 mL、0.50 mL、1.00 mL、1.50 mL、2.00 mL、2.50 mL 三氧化钨标准溶液(3.6)于一系列 25 mL 容量瓶中,加 2 mL 草酸溶液(3.3),用氢氧化钠溶液(3.2)补至 10 mL,准确加入 2 mL 硫氰酸钾溶液(3.4),混匀,然后用三氯化钛溶液(3.5)稀至刻度,混匀,放置 15 min~20 min,用 1 cm 比色皿,于分光光度计波长 420 nm 处,以试剂空白为参比测定吸光度。以三氧化钨含量为横坐标,吸光度为纵坐标绘制工作曲线。

## 7 分析结果的计算

三氧化钨含量以三氧化钨的质量分数  $w(\text{WO}_3)$  计,数值以 % 表示,按公式(1)计算:

$$w(\text{WO}_3) = \frac{m_1 \cdot V_0 \times 10^{-6}}{m_0 \cdot V_1} \times 100 \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

$m_1$ ——自工作曲线上查得的三氧化钨量,单位为微克( $\mu\text{g}$ );

$V_0$ ——溶液的总体积,单位为毫升(mL);

$V_1$ ——移取溶液的体积,单位为毫升(mL);

$m_0$ ——试样的质量,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

## 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 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。