

中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T 358.3—2011
代替 YS/T 358—1994

钽铁、铌铁精矿化学分析方法 第 3 部分：二氧化硅量的测定 硅钼蓝分光光度法和重量法

Methods for chemical analysis of tantalite, columbite concentrate—
Part 3: Determination of silicon dioxide content—
Silicomolybdenum blue spectrophotometry and gravimetry

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 3 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)第四部分《二氧化硅量的测定(1,2,4 酸-硅钼蓝比色法)》。

本部分与 YS/T 358—1994 第四部分相比主要变化如下：

- 给出了检测下限；
- 测定方法由 1,2,4 酸-硅钼蓝比色法改为含量 5%以下采用抗坏血酸-硅钼蓝分光光度法；含量 5%以上采用重量法；
- 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：杨峰、叶春生、邓延安、王家榕、黄双、万育松、陈忠菊。

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3部分：二氧化硅量的测定

硅钼蓝分光光度法和重量法

1 范围

本方法规定了钽铁、铌铁精矿中二氧化硅含量的测定方法。

本方法适用于钽铁、铌铁精矿中二氧化硅量的测定。方法一的测定范围为0.50%~5.00%，方法二的测定范围为>5.00%~20.00%。

2 方法一 硅钼蓝分光光度法

2.1 方法提要

试料以碱熔融，水浸出，在适当酸度下用草酸控制磷砷的干扰，在稀硫酸介质中使硅与钼酸铵形成硅钼杂多酸，以抗坏血酸还原成硅钼蓝，于分光光度计波长650 nm处测量其吸光度。

2.2 试剂

2.2.1 氢氧化钠。

2.2.2 过氧化钠。

2.2.3 对硝基酚溶液(1 g/L,乙醇溶液)。

2.2.4 硫酸(1+35)。

2.2.5 钼酸铵溶液(50 g/L)。

2.2.6 草酸-硫酸混合酸:2 g草酸溶于100 mL硫酸(1+2)中。

2.2.7 抗坏血酸溶液(100 g/L,用时现配)。

2.2.8 二氧化硅标准贮存溶液:称取0.1000 g二氧化硅[$w(\text{SiO}_2) \geq 99.95\%$]置于铂坩埚中,加入6 g无水碳酸钠,在950℃高温炉中熔融30 min,取出稍冷。放入已盛有约70 mL热水的塑料杯中浸取,洗净坩埚,冷却后移入1000 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 二氧化硅。

2.2.9 二氧化硅标准溶液:移取50.00 mL二氧化硅标准贮存溶液(2.2.8)置于250 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20 μg 二氧化硅。

2.3 仪器

分光光度计。

2.4 试样

2.4.1 试样粒度小于0.074 mm。

2.4.2 试样预先在105℃~110℃烘2 h,置于干燥器中冷却至室温。