

中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T 358.8—2011

钽铁、铌铁精矿化学分析方法 第 8 部分：亚铁量的测定 重铬酸钾滴定法

Methods for chemical analysis of tantalite, columbite concentrate—
Part 8: Determination of ferrous content—
Potassium dichromate titrimetric 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 8 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、宜春钽铌矿、从化钽铌冶炼厂。

本部分主要起草人：黎英、刘鸿、万育松、王家榕、黄双、邓延安、陈忠菊。

钽铁、铌铁精矿化学分析方法

第 8 部分:亚铁量的测定

重铬酸钾滴定法

1 范围

本方法规定了钽铁、铌铁精矿中亚铁含量的测定方法。

本方法适用于钽铁、铌铁精矿中亚铁量的测定。测定范围为 0.50%~10.00%。

2 方法提要

试料在隔绝空气的情况下,用盐酸和氟化钠分解后,在硫酸-磷酸介质中以二苯胺磺酸钠为指示剂,用重铬酸钾标准溶液滴定,计算亚铁量。

3 试剂

3.1 碳酸氢钠。

3.2 氟化钠。

3.3 盐酸(ρ 1.19 g/mL)。

3.4 盐酸(1+1)。

3.5 硫酸-磷酸混合酸:将 150 mL 硫酸缓慢加入水中,冷却后加入 150 mL 磷酸,用水稀释至 1 000 mL,混匀。

3.6 二氯化锡溶液(100 g/L):称取 10 g 二氯化锡,溶于 20 mL 盐酸(3.3)中,以水稀释至 100 mL,混匀。

3.7 重铬酸钾溶液(0.05 g/L)。

3.8 硫酸亚铁铵溶液:称取 39.2 g 硫酸亚铁铵,溶于 100 mL 硫酸(1+1)中,用水稀释至 1 000 mL。

3.9 钨酸钠溶液(250 g/L):称取 25 g 钨酸钠溶于 95 mL 水中,加 5 mL 磷酸,混匀。

3.10 三氯化钛溶液(1+9):移取 10 mL 三氯化钛溶液(150 g/L)于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。

3.11 二苯胺磺酸钠溶液(10 g/L)。

3.12 重铬酸钾标准溶液:称取 2.000 0 g 重铬酸钾于 500 mL 烧杯中,以少量水溶解后以水稀释至 5 L,摇匀。

3.13 铁标准溶液:

3.13.1 配制:称取 2.859 4 g 三氧化二铁[$w(\text{Fe}_2\text{O}_3) \geq 99.99\%$]置于 250 mL 烧杯中,盖上表面皿,加入 100 mL 盐酸(3.3),加热溶解完全,取下冷却后移入 1 000 mL 容量瓶中,加 400 mL 盐酸(3.4),以水定容。此溶液 1 mL 相当于 2 mg 铁。

3.13.2 标定:移取 20.00 mL 铁标准溶液(3.13.1)于 300 mL 锥形瓶中,加热至微沸,趁热滴加二氯化锡溶液(3.6),使溶液由黄色变为浅黄,冷却至室温,加入 20 mL 硫酸-磷酸混合酸(3.5),加 7 滴钨酸钠溶液(3.9),用三氯化钛溶液(3.10)调至刚出现蓝色并过量一滴,再用重铬酸钾溶液(3.7)调至无色,加