

ICS 77.120.99
H 63



中华人民共和国国家标准

GB/T 6150.12—2008
代替 GB/T 6150.14—1985

GB/T 6150.12—2008

钨精矿化学分析方法 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 tungsten concentrates—
Determination of silicon dioxide content—
The silicomolybdenum blue spectrophotometry and the gravimetry

中华人民共和国
国家标准
钨精矿化学分析方法
二氧化硅量的测定
硅钼蓝分光光度法和重量法
GB/T 6150.12—2008

*
中国标准出版社出版发行
北京复兴门外三里河北街16号
邮政编码:100045

网址 www.spc.net.cn
电话:68523946 68517548

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 0.75 字数 12 千字
2008年8月第一版 2008年8月第一次印刷

*
书号: 155066·1-32894 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)68533533



GB/T 6150.12-2008

2008-06-17 发布

2008-12-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会 发布

前 言

GB/T 6150《钨精矿化学分析方法》分为 17 部分：

- GB/T 6150.1 钨精矿化学分析方法 三氧化钨量的测定 钨酸铵灼烧重量法
- GB/T 6150.2 钨精矿化学分析方法 锡量的测定 碘酸钾容量法和氢化物原子吸收光谱法
- GB/T 6150.3 钨精矿化学分析方法 磷量的测定 磷钼黄分光光度法
- GB/T 6150.4 钨精矿化学分析方法 硫量的测定 高频红外吸收法
- GB/T 6150.5 钨精矿化学分析方法 钙量的测定 EDTA 容量法和原子吸收光谱法
- GB/T 6150.6 钨精矿化学分析方法 湿存水量的测定 重量法
- GB/T 6150.7 钨精矿化学分析方法 钽铌量的测定 等离子体发射光谱法和分光光度法
- GB/T 6150.8 钨精矿化学分析方法 钼量的测定 硫氰酸盐分光光度法
- GB/T 6150.9 钨精矿化学分析方法 铜量的测定 火焰原子吸收光谱法
- GB/T 6150.10 钨精矿化学分析方法 铅量的测定 火焰原子吸收光谱法
- GB/T 6150.11 钨精矿化学分析方法 锌量的测定 火焰原子吸收光谱法
- GB/T 6150.12 钨精矿化学分析方法 二氧化硅量的测定 硅钼蓝分光光度法和重量法
- GB/T 6150.13 钨精矿化学分析方法 砷量的测定 氢化物原子吸收光谱法和 DDTC-Ag 分光

光度法

- GB/T 6150.14 钨精矿化学分析方法 锰量的测定 硫酸亚铁铵容量法和火焰原子吸收光谱法
- GB/T 6150.15 钨精矿化学分析方法 铋量的测定 火焰原子吸收光谱法
- GB/T 6150.16 钨精矿化学分析方法 铁量的测定 磺基水杨酸分光光度法
- GB/T 6150.17 钨精矿化学分析方法 铈量的测定 氢化物原子吸收光谱法

本部分为 GB/T 6150 的第 12 部分。

本部分代替 GB/T 6150.14—1985《钨精矿化学分析方法 钼蓝光度法测定二氧化硅量》

本部分与 GB/T 6150.14—1985 相比主要变化如下：

- 采用两种方法测定钨精矿中的二氧化硅量；
- 方法 1 测定范围由 0.50%~10.00%修订为 0.50%~3.00%；增加了重复性与质量保证和控制条款；
- 方法 2 为新增方法，采用重量法测定高含量二氧化硅量。

本部分由中国有色金属工业协会提出。

本部分由全国有色金属标准化技术委员会归口。

本部分由赣州有色冶金研究所、中国有色金属工业标准计量质量研究所负责起草。

本部分由广州有色金属研究院起草。

本部分由赣州有色冶金研究所、株洲硬质合金集团有限公司参加起草。

本部分方法 1 主要起草人：戴凤英、岳伟、徐俊义。

本部分方法 2 主要起草人：岳伟、游玉萍、麦丽碧、张江峰。

本部分主要验证人：赖剑、文利娟、杨峰、谢康喜。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

- GB/T 6150.14—1985。

12 试剂

除非另有说明,在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和蒸馏水或去离子水或相当纯度的水。

- 12.1 焦硫酸钾。
 12.2 盐酸(ρ 1.19 g/mL)。
 12.3 氨水(ρ 0.88 g/mL)。
 12.4 氢氟酸(ρ 1.14 g/mL)。
 12.5 草酸饱和溶液:称取 100 g 草酸,加 400 mL 水,加热溶解,放置过夜后使用。
 12.6 草酸-盐酸溶液:量取 20 mL 草酸饱和溶液(12.5),加入 5 mL 盐酸(1+1)、95 mL 水,混匀。
 12.7 草酸-盐酸洗液:称取 10 g 草酸溶解于 1 000 mL 盐酸(1+49)溶液中。
 12.8 甲基橙溶液(10 g/L)。

13 试样

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

14 分析步骤

14.1 试料

称取 0.5 g 试样(13),精确到 0.000 1 g。

14.2 测定次数

独立地进行两次测定,取其平均值。

14.3 空白试验

随同试料做空白试验。

14.4 测定

14.4.1 将试料(14.1)置于预先盛有已在电炉上加热除去水分的 6 g 焦硫酸钾(12.1)的 30 mL 瓷坩埚中,再用 1 g 焦硫酸钾(12.1)覆盖试料,在电炉上加热至冒白烟,摇动坩埚使试料散开,置于 780℃~800℃高温炉中熔融 10 min,取出,冷却。

14.4.2 将坩埚置于 300 mL 烧杯中,加入 120 mL 沸热的草酸-盐酸溶液(12.6)浸出熔块,用水洗净坩埚,加热使熔块溶解完全,取下,稍冷[对白钨精矿,加入 1 滴甲基橙溶液(12.8),用氨水(12.3)中和呈碱性,再过量 20 mL,然后用盐酸(12.2)中和呈酸性。按溶液体积在不断搅拌下加入盐酸(12.2),使加入盐酸量约为溶液体积的 10%]。

14.4.3 用慢速定量滤纸过滤,以热的草酸-盐酸洗液(12.7)洗净烧杯及沉淀 5 次~8 次,再用热水洗沉淀 3 次~5 次。将沉淀连同滤纸置于铂坩埚中,先在电炉上烘干并灰化,然后移入高温炉内,在 900℃下灼烧 30 min,取出,置于干燥器内,冷却至室温,称量,并反复灼烧至恒重。

14.4.4 用少量水先将残渣润湿,加入 5 mL 氢氟酸(12.4),在低温电炉上缓慢加热,把酸蒸发至干,取下稍冷;加少量水冲洗坩埚壁,再加 2 mL 氢氟酸(12.4),重复上述操作。将坩埚移入高温炉内,在 750℃下灼烧 10 min,取出,置于干燥器内冷却至室温,称量,并反复灼烧至恒重。以差减法得出二氧化硅量。

15 分析结果的计算

按公式(2)计算二氧化硅的质量分数 $w(\text{SiO}_2)$,数值用%表示:

$$w(\text{SiO}_2) = \frac{(m_3 - m_4) - (m_5 - m_6)}{m_2} \times 100 \dots\dots\dots (2)$$

钨精矿化学分析方法 二氧化硅量的测定 硅钼蓝分光光度法和重量法

方法 1 硅钼蓝分光光度法

1 范围

本方法规定了钨精矿中二氧化硅含量的测定方法。

本方法适用于钨精矿中二氧化硅含量的测定。测定范围(质量分数):0.50%~3.00%。

2 方法提要

试料以焦硫酸钾熔融,用草酸-盐酸混合溶液浸取,大部分杂质进入溶液而与二氧化硅分离,过滤后,残渣用氢氧化钠熔融。然后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。

3 试剂

除非另有说明,在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和蒸馏水或去离子水或相当纯度的水。

- 3.1 焦硫酸钾。
 3.2 盐酸(ρ 1.19 g/mL)。
 3.3 氨水(ρ 0.88 g/mL)。
 3.4 硫酸(1+3)。
 3.5 硫酸(1+9)。
 3.6 氢氧化钠,优级纯。
 3.7 草酸饱和溶液:称取 100 g 草酸,加 400 mL 水,加热溶解,放置过夜后使用。
 3.8 草酸-盐酸溶液:量取 20 mL 草酸饱和溶液(3.7),加入 5 mL 盐酸(1+1)、95 mL 水,混匀。
 3.9 草酸-盐酸洗液:称取 10 g 草酸溶解于 1 000 mL 盐酸(1+49)溶液中。
 3.10 甲基橙溶液(10 g/L)。
 3.11 钼酸铵溶液(100 g/L):称取 100 g 钼酸铵,用约 800 mL 水溶解,加入几滴对硝基酚指示剂(10 g/L 乙醇溶液),以氢氧化钠溶液(200 g/L)调至 pH 不小于 7,用水稀释至 1 000 mL,贮存于塑料瓶中。
 3.12 草酸-硫酸-抗坏血酸混合溶液:于 50 mL 草酸溶液(60 g/L)中,在搅拌下加入 100 mL 硫酸(2+3),冷却后加入 0.20 g 抗坏血酸至完全溶解,用时现配。
 3.13 二氧化硅标准贮存溶液:称取 0.500 0 g 纯二氧化硅 [$w(\text{SiO}_2) \geq 99.95\%$],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 500 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 含 1.0 mg 二氧化硅。
 3.14 二氧化硅标准溶液:移取 50.00 mL 二氧化硅标准贮存溶液(3.13),置于 500 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 含 100 μ g 二氧化硅。