

中华人民共和国国家标准

GB/T 6150.1—2008
代替 GB/T 6150.1—1985

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

Methods for chemical analysis of tungsten concentrates
—Determination of tungsten trioxide content
—The ammonium tungstate igniting gravimetric method

www.tungsten.com.cn

2008-03-31 发布

2008-09-01 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 容量法和火焰原子吸收光谱法 |
| 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 | 钼铌量的测定 | 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 1 部分。

本部分代替 GB/T 6150.1—1985《钨精矿化学分析方法 钨酸铵灼烧法测定三氧化钨量》。

本部分与 GB/T 6150.1—1985 相比主要变化如下:

- 显色剂由硫氰酸钾代替硫氰酸铵;
- 残渣比色测定范围扩大;
- 增加了 7.1 重复性条款。

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。

本部分由赣州有色冶金研究所起草。

本部分由株洲硬质合金集团有限公司、崇义章源钨制品有限公司参加起草。

本部分主要起草人:刘红英、邝静、易桂华、黄广海、李果华、张江峰。

本部分主要验证人:陈大保、文利娟、朱芳勇。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为:

- GB/T 6150.1—1985。



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

1 范围

本部分规定了钨精矿中三氧化钨含量的测定方法。

本部分适用于钨精矿中三氧化钨含量的测定。测定范围： $\geq 50\%$ 。

2 方法提要

试样在少量氟化铍存在下,以盐酸、硝酸、高氯酸溶解,浓缩至冒白烟以驱除氟离子与硝酸根,钨成钨酸析出,过滤,使之与大部分共存元素分离后,用氨水溶解钨酸,滤液经蒸干、灼烧,以氢氟酸去硅,再灼烧后称三氧化钨,用分光光度法测定残渣中三氧化钨量,修正结果。

3 试剂

除非另有规定,本部分所用试剂均为符合国家标准或行业标准的分析纯试剂,所用水均为蒸馏水。

- 3.1 过氧化钠。
- 3.2 氟化铵。
- 3.3 乙二胺四乙酸二钠(EDTA)。
- 3.4 盐酸($\rho=1.19\text{ g/mL}$)。
- 3.5 硝酸($\rho=1.42\text{ g/mL}$)。
- 3.6 氢氟酸($\rho=1.15\text{ g/mL}$)。
- 3.7 无水乙醇。
- 3.8 氨水溶液(1+4)。
- 3.9 氢氧化钠溶液(48 g/L)。
- 3.10 高氯酸($\rho=1.67\text{ g/mL}$)。
- 3.11 高氯酸洗涤液(1+199)。
- 3.12 硫氰酸钾溶液(350 g/L)。
- 3.13 三氯化钛-盐酸混合液:移取 0.5 mL 三氯化钛溶液(150 g/L),用盐酸(2+3)稀释至 100 mL,混匀。用时现配。
- 3.14 三氧化钨标准溶液:称取 0.100 0 g 经烘干的纯三氧化钨(99.95%以上),置于 250 mL 烧杯中,加入 48 g 氢氧化钠,约 100 mL 水,微热至溶解完全,冷却,移入 1 000 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 0.100 mg 三氧化钨。

4 试样

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

GB/T 6150.1—2008

5 分析步骤

5.1 试料

称取 0.5 g 试样(精确至 0.0001 g)。

5.2 测定次数

独立地进行两次测定,取其平均值。

5.3 测定

5.3.1 将试料(5.1)置于 250 mL 烧杯中,加入 50 mL 盐酸(3.4),置于沸水浴上溶解 30 min~40 min,加入 0.3 g 氯化铵(3.2),摇动,继续溶解 10 min。取下,置于电炉上浓缩体积至 30 mL~40 mL,加入 3 mL 高氯酸(3.10),2 mL 硝酸(3.5),继续低温加热至冒白烟 1 min,取下,稍冷,用水吹洗表面皿及杯壁并稀释至 30 mL~40 mL,煮沸,取下,静置片刻。

5.3.2 以中速定量滤纸过滤于 100 mL 容量瓶中,用倾泻法以高氯酸洗涤液(3.11)洗烧杯及滤纸各 4 次,用水各洗 1 次。

5.3.3 取下容量瓶,加入 0.5 mL 无水乙醇(3.7),用水稀释至约 80 mL(待钨酸溶入铂皿并洗净后,再将此溶液倒入原烧杯中作浸取残渣用)。

5.3.4 将已称量的铂皿置于漏斗下,用热氨水溶液(3.8)吹洗烧杯及滤纸使钨酸溶解,并将烧杯中的残渣移入漏斗中,用擦棒擦净烧杯。

5.3.5 将铂皿置于沸水浴上蒸发至干后,移到电炉上加热驱尽铵盐,移入 780℃~800℃ 高温炉中灼烧 10 min~15 min,取出,冷却。加入 5 mL 氢氟酸(3.6),置于沸水浴上蒸干,再移入 780℃~800℃ 高温炉上灼烧 10 min,取出,在干燥器中冷却至室温后称量,并反复灼烧至恒重。

5.3.6 残渣中三氧化钨量的测定:

5.3.6.1 将 5.3.4 所得的残渣连同滤纸移入 30 mL 铁坩锅中,置于电炉上烘干,灰化,冷却后加入约 6 g 过氧化钠(3.1),在 700℃~750℃ 高温炉中熔融至内容物呈樱红透明,取出,稍冷,置于 5.3.3 所得的滤液中[如系白钨精矿需补加 1 g EDTA(3.3)],浸取完全后,用水洗出坩锅,冷却后移入 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀,静置澄清。移取上清液 2.00 mL~10.00 mL[不足 10.00 mL 用氢氧化钠溶液(3.9)补足]于 50 mL 比色管中。

5.3.6.2 加入 2 mL 硫氰酸钾溶液(3.12)以三氯化钛-盐酸混合液(3.13)稀释至刻度,混匀,放置 10 min 后,将部分溶液移入 1 cm 比色皿中,以试剂空白为参比,于分光光度计波长 400 nm 处测量其吸光度,从工作曲线上查出相应的三氧化钨量。

5.3.6.3 工作曲线的绘制

移取 0.00 mL、0.50 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL、5.00 mL、6.00 mL 三氧化钨标准溶液(3.14),分别置于一组 50 mL 比色管中,用氢氧化钠溶液(3.9)补足至 10 mL,以下按 5.3.6.2 进行,测量其吸光度,以三氧化钨量为横坐标,吸光度为纵坐标,绘制工作曲线。

6 分析结果的计算

按式(1)计算三氧化钨的质量分数,数值以%表示:

$$w(\text{WO}_3) = \frac{(m_2 - m_3)}{m_0} \times 100 + \frac{m_1 \times V_2 \times 10^{-3}}{m_0 \times V_1} \times 100 \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中:

m_1 ——从工作曲线上查得的三氧化钨量,单位为毫克(mg);

m_2 ——三氧化钨和铂皿的质量,单位为克(g);

m_3 ——铂皿的质量,单位为克(g);

V_1 ——分取试液体积,单位为毫升(mL);

V_0 ——试液总体积,单位为毫升(mL);

m_0 ——试料量,单位为克(g)。

7 精密度

7.1 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)按以下数据采用线性内插法求得:

三氧化钨的质量分数(%): 50.00 60.00 70.00

重复性限 r (%): 0.30 0.35 0.40

7.2 允许差

实验室之间分析结果的差值应不大于0.50%。

8 质量保证和控制

分析时,用标准样品或控制样品进行校核,或每半年至少用标准样品或控制样品对分析方法校核一次。当过程失控时,应找出原因。纠正错误后,重新进行校核。

www.tungsten.com.cn

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
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 6150.1—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

*

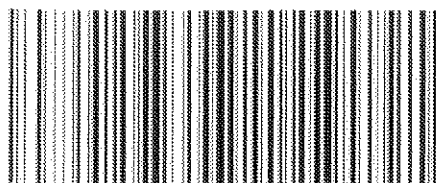
开本 880×1230 1/16 印张 0.5 字数 7 千字
2008年6月第一版 2008年6月第一次印刷

*

书号:155066·1-31471 定价 10.00 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 6150.1—2008