



中华人民共和国国家标准

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

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

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。

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 μg 二氧化硅。