



中华人民共和国国家标准

GB/T 6150.1—200×

代替GB/T 6150.1—1985

钨精矿化学分析方法 钨量的测定 钨酸铵灼烧法

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

(征求意见稿)

××××-××-××发布

××××-××-××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 6150-200X《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	分光光度法和等离子体发射光谱法
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	硅钼兰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
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	锑量的测定	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/T6150.1-1985《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/T6150.1-1985 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；
- 增加了精密度条款。

本标准由中国有色金属工业协会提出。

本标准由全国有色金属标准化技术委员会归口。

本标准由赣州有色冶金研究所负责起草。

本部分由赣州有色冶金研究所负责起草。

本部分由株洲硬质合金集团有限公司、崇义章源钨在制品有限公司参加起草。

本部分主要起草人：刘红英、邝静

本部分主要验证人：。

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

钨量的测定

钨酸铵灼烧法

1 范围

本部分规定了钨精矿中钨含量的测定方法。

本部分适用于钨精矿中钨含量的测定。测定范围：大于 50%。

2 方法提要

试样在少量氟化铵存在下，以盐酸、硝酸、高氯酸溶解，浓缩至冒白烟以驱除过剩的氟离子与硝酸根，钨成钨酸析出，过滤，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量。用光度法测定残渣中三氧化钨量，校正结果。

3 试剂

除非另有说明，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（ ρ 1.19 g/mL）。

3.5 硝酸（ ρ 1.42 g/mL）。

3.6 氢氟酸（ ρ 1.15 g/mL）。

3.7 无水乙醇。

3.8 氨水（1+4）。

3.9 氢氧化钠溶液（4.8%）。

3.10 高氯酸（ ρ 1.67 g/mL）。

3.11 高氯酸洗涤液（1+199）。

3.12 硫氰酸钾溶液（35%）。

3.13 三氯化钛-盐酸混合液：移取 0.5mL 三氯化钛溶液（15%），用盐酸（2+3）稀释至 100mL，混匀。用时现配。

3.14 三氧化钨标准溶液：称取 0.1000g 经烘干的纯三氧化钨（99.95%以上），置于 250mL 烧杯中，加入 48g 氢氧化钠、约 100mL 水，微热至溶解完全，冷却，移入 1000mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀，贮存于塑料瓶中。此溶液 1mL 含 0.100mg 三氧化钨。

4 试样

试样预先在 105~110℃ 烘 2h，置于干燥器中冷却至室温。

5 分析步骤

5.1 试样量

称取 0.5000g 试样（精确至 0.0001g）。

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 将试样（5.1）置于 250mL 烧杯中，加入 50mL 盐酸（3.4），置于沸水气浴上溶解 30~40min，加入 0.3g 氟化铵（3.2），摇动，继续溶解 10min。取下，置于电炉上浓缩体积至 30~40mL，加入 3mL 高氯酸（3.10），5mL 硝酸（3.5），继续加热至冒白烟 1min（低温），取下，稍冷，用水吹洗表面皿及杯壁并稀释至 30~40mL，煮沸，取下，静置片刻。

5.3.2 以中速定量滤纸过滤于 100mL 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 0.5mL 无水乙醇(3.7),用水稀释至约 80mL(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(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 将铂皿置于沸水气浴上蒸发至干后,移到电炉上加热驱尽铵盐,移入 780~800℃高温炉中灼烧 10~15min,取出,冷却。加入 5mL 氢氟酸(3.6),置于沸水气浴上蒸干,再移入 780~800℃高温炉上灼烧 10min,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 30mL 铁坩锅中,置于电炉上烘干,灰化,冷却后加入约 6g 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 所得的滤洗液中[如系白钨精矿需补加 1gEDTA(3.3)],浸取完全后,用水洗出坩锅,冷却后移入 100mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀,静置澄清。移取上清液 2.00~10.00mL[不足 10.00mL 用氢氧化钠溶液(3.9)补足]于 50mL 比色管中。

5.3.6.2 加入 2mL 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 10min 后,将部分溶液移入 1cm 比色皿中,以试剂空白为参比,于分光光度计波长 400nm 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、0.50、1.00、2.00、3.00、4.00、5.00、6.00mL 三氧化钨标准溶液(3.14),分别置于一组 50mL 比色管中,用氢氧化钠溶液(3.9)补足至 10mL,以下按 6.6.2 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(2)计算三氧化钨的百分含量:

$$WO_3(\%) = \frac{(m_2 - m_3)}{m_0} \times 100 + \frac{m_1 \times V_0 \times 10^{-3}}{m_0 \times V_1} \times 100$$

式中:

m_1 —从工作曲线上查得的三氧化钨量, mg;

V_1 —分取试液体积, mL;

V_0 —试液总体积, mL;

m_2 —三氧化钨和铂皿的质量, g;

m_3 —铂皿的质量, g;

m_0 —试样量, 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。
