

202X-XX-XX实施

202X-XX-XX发布

钨精矿化学分析方法

第12部分：二氧化硅含量的测定

Methods for chemical analysis of tungsten concentrates— Part 12： Determination of silicon dioxide content

讨论稿

中华人民共和国国家标准

ICS 77.120.99

CCS H14

**GB/T 6150.12-202X**

代替GB/T 6150.12-2008

**发布**

国家市场监督管理总局

国家标准化管理委员会

1. 前言

本文件按照GB/T 1.1-2020《标准化工作导则第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

本文件是GB/T 6150《钨精矿化学分析方法》的第12部分。GB/T 6150已经发布了以下部分：

—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 碘酸钾滴定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 氧化硅量的测定 硅钼蓝分光光度法

—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 硫酸亚二氧化硅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和电感耦合等离子体原子发射光谱法

—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

本文件代替GB/T 6150.12-2008《钨精矿化学分析方法二氧化硅含量的测定 硅钼蓝分光光度法和重量法》，本文件与GB/T 6150.12-2008相比，主要技术变化如下：

——修改了“硅钼兰分光光度法”的测定范围，由0.50%~3.00%修改为0.50%~10.00%，（见1，2008年版的1）；

——修改了“硅钼兰分光光度法”的溶样方法，试料以焦硫酸钾熔融，修改为试料用氢氧化钠（见4.5.4.1，2008年版的6.4.1）；

—— 修改了“硅钼兰分光光度法”的二氧化硅与钨的分离条件，试料熔融后由沸热的草酸一盐酸溶液浸出熔块使钨与二氧化硅分离修改为用硫酸浸取，加入高锰酸钾氧化钨成钨酸，过滤后使硅进入溶液与钨分离，（见4.5.4.1，2008年版的6.4.4）；

—— 修改了“硅钼兰分光光度法”的硅钼黄的还原显色条件，由加入草酸一硫酸一抗坏血酸混合溶液修改为加入草酸消除磷、砷等元素的于扰，用硫酸亚铁铵将硅钼黄还原为硅钼蓝，（见4.5.4.2，2008年版的6.4.6）；

—精密度表达方式用统计得到的再现性R替代允许差。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由中国有色金属工业协会提出。

本文件由全国有色金属标准化技术委员会（SAC/TC 243）归口。

本文件起草单位：广东省科学院工业分析检测中心、赣州有色冶金研究所有限公司、西安汉唐分析检测有限公司、国标（北京）检验认证有限公司、北矿检测技术有限公司、湖南柿竹园有色金属有限责任公司、中国有色桂林矿产地质研究院有限公司、国合通用（青岛）测试评价有限公司、深圳市中金岭南有色金属股份有限公司、大冶有色设计研究院有限公司。

本文件主要起草人：

1. 引言

钨精矿作为重要的工业原料生产的钨及钨合金，以其高熔点、高比重、高硬度的特点，广泛应用于机械加工、冶金、采矿行业、电子电讯、建筑工业、兵器工业、航空航天等领域，是一种重要的战略资源。硅钼蓝分光光度法以其灵敏度高、精密度好、检测效率高等优点，已广泛应用于钨精矿中二氧化硅含量的测定。GB/T 6150旨在通过实验研究建立一整套切实可行的钨精矿化学分析方法标准，拟由十七部分组成。

—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 碘酸钾滴定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蓝分光光度法

—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二氧化硅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和电感耦合等离子体原子发射光谱法

—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

 本文件完善了钨精矿的生产产业链，对提高钨及钨合金产品质量、扩大应用领域、开拓产品市场具有重要意义。

钨精矿化学分析方法

第12部分：二氧化硅含量的测定

硅钼蓝分光光度法

1. 范围

本文件规定了钨精矿中二氧化硅含量的测定方法。

本文件适用于钨精矿中二氧化硅含量的测定。~~方法1：~~~~硅钼蓝分光光度法，~~测定范围：0.50%～10.00 %。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本文件。

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4~~方法1：硅钼蓝分光光度法~~

4.1原理

试料用氢氧化钠或氢氧化钠和过氧化钠熔解，用硫酸浸取，加入高锰酸钾氧化钨成钨酸，过滤后使硅进入溶液与钨分离，然后在稀硫酸介质中使硅与钼酸铵形成硅钼黄杂多酸，加入草酸消除磷、砷等元素的干扰，用硫酸亚铁铵将硅钼黄还原为硅钼蓝，于分光光度计波长660 nm处测量其吸光度。

4.2 试剂和材料

除非另有说明，在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和满足GB/T6682规定的二级水。

4.2.1氢氧化钠，优级纯。

4.2.2乙醇（95%）。

4.2.3过氧化氢(质量分数，30%)。

4.2.4硫酸 (1+1)。

4.2.5氯化铝溶液（200 g/L ）。

4.2.6高锰酸钾溶液（100 g/L ）

4.2.7氨水（1+1 ）。

4.2.8硫酸 (1+9)。

4.2.9钼酸铵溶液（100 g/L）。

4.2.10草酸溶液（50 g/L）。

4.2.11硫酸亚铁铵溶液（60 g/L）：6 g硫酸亚铁铵溶于适量水中，加入10mL硫酸（1+1），用水稀释至100 mL。

4.2.12二氧化硅标准贮存溶液：称取0.5000 g二氧化硅[wSiO2≥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，冷却后移人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l mL 含1mg二氧化硅。

4.2.13二氧化硅标准溶液：移取50.00 mL二氧化硅标准贮存溶液（4.2.12）于500mL的容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀。此溶液1 mL含100 ug二氧化硅。

4.2.14对硝基苯酚溶液（1g/L）

4.2.3 仪器设备

分光光度计。

4. 4 样品样品

4.4.1样品粒度小于0. 074 mm。

4.4.2样品预先在105 ℃～110 ℃烘2 h，置于干燥器中冷却至室温备用。

4.5 分析步骤

4.5.1 试料

称取0.250g样品（4.4），精确至0.000 1 g 。

4.5.2平行试验

平行做两份试验，取其平均值。

4.5.3空白试验

随同试料（4.5.1）做空白试验。

4.5.4测定

4.5.4.1将试料（4.5.1）置于于30mL镍坩埚中，加入 4 g 氢氧化钠（4.2.1），与试料混匀，再覆盖 1 g氢氧化钠（4.2.1），在电炉上脱水后放至750 ℃马弗炉中熔融至暗红后，保持约 15 min至试料熔解完全（中间摇动二次），取出冷却。将坩埚外部用水吹洗干净后放人300 mL聚四氟乙烯烧杯中，加入50mL热水、20 mL硫酸（4.2.4）、5 mL氯化铝（4.2.5）浸出完全后洗出坩埚，边加热边加入高锰酸钾溶液（4.2.6）至生成二氧化锰沉淀后过量3 mL。冷却，然后滴加过氧化氢（4.2.3）使二氧化锰分解后，煮沸以分解过量的过氧化氢。取下冷却后移人250mL容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀。

4.5.4.2将试液（4.5.4.1 ）以双层滤纸干过滤于300mL烧杯中，二氧化硅的质量分数在0.50%～3.00 %移取10.00mL，二氧化硅的质量分数在3.0%～10.00 %移取5.00mL滤液于100mL容量瓶中，加20 mL水，加入1滴对硝基苯酚溶液（4.2.14），用氨水（4.2.7）和硫酸（4.2.8）调至溶液黄色恰好褪去，加2mL硫酸（4.2.8）、加8 mL乙醇（4.2.2）、 5 mL钼酸铵溶液（4.2.9），每加一种试剂均需混匀，放置15 min后，加入 10 mL草酸溶液（4.2.10），混匀后立即加入5 mL硫酸亚铁铵溶液（4.2.11），用水稀释至刻度，混匀。放置10 min。

4.5.4.3移取部分试液（4.5.4.2）于1cm比色皿中，以空白试液（4.5.3）作参比，于分光光度计波长660 nm处，测量其吸光度。从工作曲线上查出相应的二氧化硅量。

4.6工作曲线的绘制

4.6.1 分别移取0 mL、0.50 mL、1.00 mL、、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL、5.00 mL二氧化硅标准溶液（4.2.13）于一组100 mL容量瓶中，加入与移取试料溶液相同体积空白试液（4.5.3），加20 mL水，以下按4.5.4.2加入1滴对硝基苯酚溶液（4.2.14）操作。

4.6.2移取部分系列标准溶液（2.6.1）于1cm吸收池中，于分光光度计波长660 nm处，以水为参比，测量其吸光度，减去系列标准溶液中“零”浓度溶液的吸光度，以二氧化硅量为横坐标，吸光度为纵坐标，绘制工作曲线。

4.7 试验数据处理

二氧化硅含量以二氧化硅的质量分数*w*SiO2计，按式（1）计算：

*w*SiO2*=*$\frac{m\_{1}V\_{0}}{m\_{0}V\_{1}×10^{6}}×100\%…………………………（1）$

式中：

*m1*—自工作曲线上查得的二氧化硅含量，单位为微克（μg）；

*V0*—试液总体积，单位为毫升（mL）；

*V1*—分取试液体积，单位为毫升（mL）；

*m0*—试料的质量，单位为克（g）。

计算结果表示到小数点后两位，数字修约按GB/T8170的规定执行。

4.8 精密度

4.8.1 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*）情况不超过5 %。重复性限（*r*）按表数据采用线性内插法或外延法求得。

表1重复性限

|  |  |
| --- | --- |
| 质量分数% | 重复性限（r）% |
|  |  |
|  |  |
|  |  |
|  |  |
|  |  |

4.8.2 再现性

在再现性条件下获得的两次独立测试结果的绝对差值不大于再现性限（R），超过再现性限（R）的情况不超过5%，再现性限（R）按表数据采用线性内插法或外延法求得。

表3 再现性限

|  |  |
| --- | --- |
| 质量分数% | 再现性限（*R*）% |
|  |  |
|  |  |
|  |  |
|  |  |
|  |  |
|  |  |

4.9试验报告

试验报告应至少包括下列内容：

a）样品；

b）使用的标准（包括发布或出版年号）；

c）分析结果及其表示；

d）与基本分析步骤的差异；

e）测定中观察到的异常现象；

f）试验日期。