



中华人民共和国国家标准

GB/T 6150.14—2008
代替 GB/T 6150.16—1985

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

Methods for chemical analysis of tungsten concentrates—
Determination of manganese content—
The ammonium ferrous sulfate volumetric method and
flame atomic absorption spectrometric method

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 14 部分。

本部分代替 GB/T 6150.16—1985《钨精矿化学分析方法 原子吸收光度法测定锰量》。

本部分与 GB/T 6150.16—1985 相比主要变化如下：

- 测定方法增加了硫酸亚铁铵容量法测定锰量；
- 增加了重复性条款。

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。

本部分由江西下垄钨业有限公司参加起草。

本部分方法 1 主要起草人：赖剑，朱兰。

本部分方法 2 主要起草人：刘达炯、赵红。

本部分方法 1 主要验证人：许景光。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

- GB/T 6150.16—1985。

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

方法 1: 硫酸亚铁铵容量法

1 范围

本方法规定了钨精矿中锰含量的测定方法。

本方法适用于钨精矿中锰含量的测定。测定范围: 大于 2%~20%。

2 方法提要

试料经磷酸分解, 加入磷酸氢二钠缓冲溶液, 在硝酸银存在下, 用过硫酸铵将低价锰氧化为高价锰, 加热煮沸破坏过剩的过硫酸铵, 用硫酸亚铁铵标准溶液滴定。

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 硫磷混酸溶液: 配制方法: 将 5% (体积分数) 的硫酸溶液和 5% (体积分数) 的磷酸溶液按 1:1 的比例混匀。

3.2 磷酸(ρ 1.69 g/mL)。

3.3 磷酸氢二钠溶液(100 g/L)。

3.4 过硫酸铵溶液(200 g/L), 用时现配。

3.5 硝酸银溶液(20 g/L), 贮于棕色瓶中。

3.6 二苯胺磺酸钠指示剂溶液(5 g/L)。

3.7 硫酸溶液(1+9)。

3.8 重铬酸钾标准溶液(0.01 mol/L): 称取 2.9417 g 经 150℃ 烘 1 h 干燥的基准重铬酸钾, 溶于水中, 移至 1 000 mL 容量瓶中, 定容, 混匀。

3.9 硫酸亚铁铵标准溶液(0.1 mol/L): 称取硫酸亚铁铵 39 g, 溶于硫酸溶液(3.7)中, 并用硫酸溶液(3.7)稀释至 1 000 mL, 混匀, 贮于棕色瓶中, 用时标定。

硫酸亚铁铵标准溶液的标定:

准确移取 20.00 mL 硫酸亚铁铵标准溶液(3.9)于 300 mL 三角锥瓶中, 加入 100 mL 硫磷混酸溶液(3.1), 加 2~3 滴二苯胺磺酸钠指示剂溶液(3.6), 用重铬酸钾标准溶液(3.8)滴定至稳定的蓝色为终点, 记下体积数 V_1 。

按公式(1)计算硫酸亚铁铵溶液的浓度, 单位为摩尔每升。

$$c_2 = \frac{c_1 \times V_1}{V_2} \dots\dots\dots (1)$$

式中:

c_2 ——硫酸亚铁铵的摩尔浓度, 单位为摩尔每升(mol/L);

c_1 ——重铬酸钾标准溶液的摩尔浓度, 单位为摩尔每升(mol/L);

V_1 ——消耗重铬酸钾标准溶液的体积, 单位为毫升(mL);