



中华人民共和国国家标准

GB/T 6150.5—2008

代替 GB/T 6150.6—1985, GB/T 6150.7—1985

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

Methods for chemical analysis of tungsten concentrates —

Determination of calcium content —

EDTA 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 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 5 部分。

本部分代替 GB/T 6150.6—1985《钨精矿化学分析方法 EDTA 容量法测定钙量》和 GB/T 6150.7—1985《钨精矿化学分析方法 原子吸收分光光度法测定钙量》。

本部分与 GB/T 6150.6—1985 和 GB/T 6150.7—1985 相比主要变化如下：

- 测定方法由原来的焦硫酸钾熔融改为硫-磷混合酸溶样，沉淀的草酸钙由原来的灼烧成氧化钙改为高氯酸-硝酸混合酸破坏滤纸；
- 扩大了检测范围；
- 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。

本部分方法 1 主要起草人：朱兰、赖剑。

本部分方法 2 主要起草人：施江海、许春才。

本部分主要验证人：陈大保、邹容、吴昌萍。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

- GB/T 6150.6—1985、GB/T 6150.7—1985。

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

方法 1 EDTA 容量法

1 范围

本方法规定了钨精矿中钙含量的测定方法。

本方法适用于钨精矿中钙含量的测定。测定范围：大于 1%~20%。

2 方法提要

试样以硫-磷混酸溶解，饱和草酸铵溶液浸取，使钙成草酸钙沉淀而与钨、锰、铁等分离，过滤后连同滤纸用高氯酸-硝酸混合酸破坏至白烟冒尽，以盐酸溶解，用三乙醇胺掩蔽残留的铁、锰等，于 pH 大于 12 时以钙黄绿素-百里酚酞作指示剂用 EDTA 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 硫酸铵-硫-磷混酸溶液：10 g 硫酸铵溶于 40 mL 水后，在不断搅拌下加入磷酸 20 mL，硫酸 40 mL。

3.2 草酸铵：研成粉末。

3.3 草酸铵饱和溶液：过滤后使用。

3.4 草酸铵洗涤液(2 g/L)。

3.5 盐酸(ρ 1.19 g/mL)。

3.6 盐酸溶液(1+1)。

3.7 氨水溶液(1+1)。

3.8 高氯酸-硝酸混合酸：高氯酸 20 mL，硝酸 80 mL 混匀。

3.9 氢氧化钾溶液(150 g/L)。

3.10 三乙醇胺溶液(1+1)。

3.11 混合指示剂：0.10 g 钙黄绿素，0.06 g 百里酚酞与 10 g 硫酸钾混合，研磨均匀。

3.12 钙标准溶液：称取 2.497 2 g 经烘干的碳酸钙(99.95%以上)，置于 250 mL 烧杯中，加入 10 mL 盐酸溶液(3.6)溶解后，煮沸 1 min~2 min 驱除二氧化碳，冷却，移入 1 000 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀，此溶液每毫升含钙 1.0 毫克。

3.13 乙二胺四乙酸二钠(EDTA)标准溶液：

3.13.1 配制：称取 15 g EDTA 溶解于 200 mL 热水中，过滤，冷却后稀释到 2 000 mL，混匀，其浓度约为 0.02 mol/L。

3.13.2 标定：移取 10.00 mL 钙标准溶液(3.12)置于 300 mL 烧杯中，用水稀释到 100 mL，以下按(5.4.4)进行。

按公式(1)计算 EDTA 标准溶液对钙的滴定度：

$$T = \frac{\rho \times V_1}{V_2} \dots\dots\dots(1)$$