

国家市场监督管理总局

国家标准化管理委员会

202X-XX-XX实施

202X-XX-XX发布

钨精矿化学分析方法

第17部分：锑含量的测定

原子荧光光谱法

Chemical analysis methods for tungsten concentrates

Part 17：Determination of antimony content

atomic fluorescence spectrometry

（送审稿）

中华人民共和国国家标准

ICS 77.120.99

CCS H 63

GB/T 6150.17-202X

代替GB/ T 6150.17 -2008

发布

前 言

本文件按照GB/T 1.1-2020《标准化工作导则 第1部分：标准化该文件的结构合起草规则》的规定起草。

本文件是GB/T 6150.《钨精矿化学分析方法》 的第17部分，GB/T 6150已经发布了以下部分：

—第1部分 三氧化钨量的测定 钨酸铵灼烧重量法；

—第2部分：锡量的测定 碘酸钾容量法和氢化物原子吸收光谱法；

—第3部分：磷量的测定 磷钼黄分光光度法和电感耦合等离子体原子发射光谱法；

—第4部分：硫量的测定 高频-红外吸收法和燃烧-碘量法；

—第5部分：钙量的测定 EDTA容量法和火焰原子吸收光谱法；

—第6部分：湿存水量的测定 重量法；

—第7部分：钽铌量的测定 等离子体发射光谱法和分光光度法；

—第8部分：钼量的测定 硫氰酸盐分光光度法；

—第9部分：铜量的测定 火焰原子吸收光谱法；

—第10部分：铅量的测定 氢化物发生原子荧光光谱法和火焰原子吸收光谱法；

—第11部分：锌量的测定 火焰原子吸收光谱法；

—第12部分：二氧化硅量的测定 硅钼蓝分光光度法和重量法；

—第13部分：砷量的测定 氢化物原子吸收光谱法和DDTC-Ag分光光度法；

—第14部分：锰量的测定 硫酸亚铁铵容量法和火焰原子吸收光谱法；

—第15部分：铋量的测定 氢化物发生原子荧光光谱法和火焰原子吸收光谱法；

—第16部分：铁量的测定 磺基水杨酸分光光度法；

—第17部分：锑量的测定 氢化物原子吸收光谱法。

本文件代替GB/T 6150.17-2008《钨精矿化学分析方法 锑量的测定 氢化物原子吸收光谱法》，与GB/T 6150.17-2008相比，除结构调整合编辑性改动外，主要技术变化如下：

a）修改了检测方法，检测方法由氢化物原子吸收光谱法修改为原子荧光光谱法（见标题）；

b）修改了方法测定范围，测定范围由0.002%～0.30%修改为0.001%～0.30%（见第1章）。

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：赣州有色冶金研究所、西安汉唐分析检测有限公司、国家钨与稀土产品质量监督检验中心、郴州钻石钨制品有限责任公司、赣州华兴钨制品有限公司、国标（北京）检验认证有限公司、福建紫金矿冶测试技术有限公司、紫金铜业有限公司。

本文件主要起草人：XXX、XXX、XXX、XXX、XXX、XXX、XXX、XXX、XXX、XXX、XXX、XXX、XXX、XXX、XXX、XXX

本文件及其所代替文件的历次版本发布情况为：

——GB/T 6150.19-1985；

——GB/T 6150.17-2008.

本次是第2次修订。

引 言

钨精矿是一种重要的战略资源，以其作为重要工业原料生产的钨及钨合金，由于具有高熔点、高比重、高硬度的特点，广泛应用于机械加工、冶金、采矿、电子电讯、建筑工业、兵器工业、航空航天等领域。GB/T 6150旨在通过实验研究过建立一套完整、切实可行、且适应于钨精矿产品生产和贸易需求的化学成分分析的方法标准。限于文件篇幅、使用需求、适用范围以及各分析方法之间的技术独立性等方面原因，GB/T 6150拟由18个部分组成。

—第1部分 三氧化钨量的测定 钨酸铵灼烧重量法。

—第2部分：锡量的测定 碘酸钾容量法和氢化物原子吸收光谱法。

—第3部分：磷量的测定 磷钼黄分光光度法和电感耦合等离子体原子发射光谱法。

—第4部分：硫量的测定 高频-红外吸收法和燃烧-碘量法。

—第5部分：钙量的测定 EDTA容量法和火焰原子吸收光谱法。

—第6部分：湿存水量的测定 重量法。

—第7部分：钽铌量的测定 等离子体发射光谱法和分光光度法。

—第8部分：钼量的测定 硫氰酸盐分光光度法。

—第9部分：铜量的测定 火焰原子吸收光谱法。

—第10部分：铅量的测定 氢化物发生原子荧光光谱法和火焰原子吸收光谱法。

—第11部分：锌量的测定 火焰原子吸收光谱法。

—第12部分：二氧化硅量的测定 硅钼蓝分光光度法和重量法。

—第13部分：砷量的测定 氢化物原子吸收光谱法和DDTC-Ag分光光度法。

—第14部分：锰量的测定 硫酸亚铁铵容量法和火焰原子吸收光谱法。

—第15部分：铋量的测定 氢化物发生原子荧光光谱法和火焰原子吸收光谱法。

—第16部分：铁量的测定 磺基水杨酸分光光度法。

—第17部分：锑量的测定 氢化物原子吸收光谱法。

—第18部分：钡量的测定 电感耦合等离子体发射光谱法。

钨精矿化学分析方法序列标准化文件主要依据钨精矿产品标准中技术指标而起草。自1985年以来，先后发布了2个版本的GB/T 6150。GB/T6150.17-2008发布实施已十余年，期间其适用的产品标准已于2015年进行了一次修订（YS/T 231-2015），各项技术指标都有了新的变化，钨行业上下游客户对产品检测也有了新的要求，分析检测技术也有了发展和进步，国家对各行业的环保也有了进一步的严格要求。鉴于此，确有必要对GB/T6150.17-2008进行修订以适应新的变化和需求，更加满足钨精矿市场和应用需求。

钨精矿化学分析方法

第17部分 锑含量的测定

原子荧光光谱法

1. 范围

本文件规定了钨精矿中锑含量的测定方法。

本文件适用于钨精矿中锑含量的测定，测定范围（质量分数）：0.001 0%～0.20%。

1. 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 602 化学试剂 杂质测定用标准溶液的制备

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

GB/T 6379.2 测量方法与结果的准确度（正确度与精密度） 第2部分：确定标准测量方法重复性与再现性的基本方法

1. 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

1. 原理

样品经硫酸-硫酸铵分解，在氨水介质中用柠檬酸络合钨，铁，锰等，用硫脲-抗坏血酸预还原五价的锑到三价的锑。在氢化物发生器中，锑被硼氢化钾还原为氢化物，在原子荧光光谱仪上测定荧光强度。

1. 试剂或材料

除另有说明，在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和实验室二级水。

5.1　硫酸铵。

5.2　硫酸（ρ= l.84 g/mL）。

5.3　盐酸(ρ=1.19g/mL)，优级纯。

5.4　氨水(ρ=0.88g/mL)。

5.5　柠檬酸溶液（500g/L）。

5.6　硫酸溶液（1+1)。

5.7　柠檬酸-碘化钾溶液液：称取20g柠檬酸，5g碘化钾，加水溶解，以水稀至100 mL，混匀。用时现配。

5.8　硫脲-抗坏血酸预还原溶液：分别称取10g硫脲和抗坏血酸，用水溶解后，稀释至100mL,混匀。用时现配。

5.9　硼氢化钾溶液:称取10 g硼氢化钾和2g氢氧化钾，溶于水中。以水稀至500 mL，用时现配。

5.10　锑标准贮存溶液：移取10mL锑标准溶液[国家标准]置于100 mL容量瓶中，加40mL硫酸（5.6），以水定容。此溶液1 mL含100ｕg锑。

5.11　锑标准溶液：移取锑标准贮存溶液（5.10）50mL溶液于1000 mL容量瓶中，以水定容。此溶液1 mL含5ｕg锑。

5.11　氩气（φ(Ar)>99.99%)。

6　仪器设备

6.1　原子荧光光谱仪。在仪器最佳工作条件下，凡能达到下列指标的原子荧光光谱仪均可使用：

——检出限：不大于1 ng∕mL。

——精密度：最高浓度标准溶液荧光强度及“零” 浓度溶液荧光强度相对于最高浓度标准溶液荧光强度平均值的变异系数应分别不大于5.0％和1.0％。

工作曲线线性：将工作曲线浓度等分成五段，最高段的荧光强度差值与最低段的荧光强度差值的比，应不小于0.90。

6.2　锑高性能灯。

7　样品

7.1　样品粒度小于0.074 mm。

7.2　样品预先在105℃〜110 ℃烘2 h，置于干燥器中冷却至室温。

8　试验步骤

8.1　试料

取0.1～0.2g试样，精确至0.0001g。

8.2　平行测定

独立地进行两次测定，取其平均值。

8.3　空白试验

随同试料（6.1）进行空白试验。

8.4　测定

8.4.1　将试料（8.1）置于250 mL烧杯中，加入1g硫酸铵（5.1），摇匀，再加入7mL硫酸（5.2），在高温电炉上加热分解，冒烟浓缩至体积为1~2 mL，取下冷却后，吹入少量水洗杯壁和表面皿，加入8 mL柠檬酸溶液（5.5）,20 mL氨水（5.4），用水洗杯壁和表面皿，加热赶除过量的氨水，冷却后，将溶液移至100mL容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀。

8.4.2　移取10.00 mL试液（8.4.1）于100mL容量瓶中，加入20mL柠檬酸-碘化钾溶液（5.7），10mL硫脲-抗坏血酸预还原溶液（5.8），15mL盐酸（5.3），以水稀释至刻度，混匀，待测。

8.4.3　将试液（8.4.2）在原子荧光仪上测定其荧光强度。从标准曲线上查出相应的锑的浓度。

8.5　工作曲线的绘制

分别移取0.00 mL、0.20 mL、0.50mL、1.00mL、1.50mL、2.00 mL锑标准溶液（5.11）于6个100 mL的容量瓶中，各加入20mL柠檬酸-碘化钾溶液（5.7），加入10mL硫脲-抗坏血酸预还原溶液（5.8），15mL盐酸（5.3），以水稀释至刻度，混匀。在原子荧光仪上测定其荧光强度。以锑浓度为横坐标，荧光强度为纵坐标绘制工作曲线。

9　试验数据处理

锑含量以锑的质量分数ω（Sb）计，按式（1）计算：：

$ω（S\_{b}）=\frac{\left(ρ\_{1}-ρ\_{0}\right)×V\_{0}×V\_{2}}{m\_{0}×V\_{1}×10^{6}}×100$………………………………（1）

式中：

ρ0 ——自工作曲线上查得随同试样空白中锑的质量浓度，单位为微克每毫升(μg/mL)；

ρ1 ——自工作曲线上查得试液中锑的质量浓度，单位为微克每毫升(μg/mL)；

V0——试液定容的体积，单位为毫升（mL）；

V1——试液分取的体积，单位为毫升（mL）；

V2——试液测定的体积，单位为毫升（mL）；

m0——试样量，单位为克（g）。

计算结果保留两位有效数字，按GB/T 8170的规定修约。

10　精密度

本文件精密度数据是由8家实验室对锑含量的6个不同水平样品进行共同试验确定的。每个实验室对每个水平的锑含量在重复性条件下独立测定11次。测量的原始数据见表A.1。

10.1　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）按表3数据采用线性内插法或外延法求得。

表1

|  |  |
| --- | --- |
| 质量分数/% | 重复性限（r）/% |
| 0.0081 | 0.0013 |
| 0.043 | 0.0049 |
| 0.061 | 0.0070 |
| 0.064 | 0.0065 |
| 0.13 | 0.019 |
| 0.15 | 0.018 |

10.2　再现性

在再现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6数据采用线性内插法或外延法求得。

表2

|  |  |
| --- | --- |
| 质量分数/% | 允许差/% |
| 0.0081 | 0.0025 |
| 0.043 | 0.0074 |
| 0.061 | 0.0106 |
| 0.064 | 0.0098 |
| 0.13 | 0.024 |
| 0.15 | 0.023 |

11　质量保证和控制

分析时，用标准样品或控制样品进行校核，或每月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。

12　试验报告

试验报告应包括以下内容：

——试验对象；

——所使用的标准（包括发布或出版年号）；

——所使用的方法（如果标准中包括几个方法）；

——分析结果及其表示；

——观测到的异常现象；

——试验日期。

附录A

（资料性）

精密度试验原始数据

* 1. 本附录精密度数据是在2020-2021年由8家实验室对锑含量的6个不同水平样品进行共同试验确定的。每个实验室对每个水平的锑含量在重复性条件下独立测定11次。测量的原始数据见表A.1。

表A.1 精密度试验原始数据

| 实验室 | 测定数 | 不同水平下锑的质量分数/%，（n=11） |
| --- | --- | --- |
| 水平1 | 水平2 | 水平3 | 水平4 | 水平5 | 水平6 |
| 1 | 1 | 0.12 | 0.06 | 0.0083 | 0.041 | 0.058 | 0.15 |
| 2 | 0.13 | 0.066 | 0.0078 | 0.04 | 0.064 | 0.16 |
| 3 | 0.13 | 0.065 | 0.0075 | 0.046 | 0.065 | 0.15 |
| 4 | 0.13 | 0.066 | 0.0078 | 0.042 | 0.063 | 0.15 |
| 5 | 0.13 | 0.063 | 0.0084 | 0.046 | 0.064 | 0.16 |
| 6 | 0.13 | 0.065 | 0.0078 | 0.042 | 0.057 | 0.15 |
| 7 | 0.14 | 0.065 | 0.0076 | 0.040 | 0.063 | 0.15 |
| 8 | 0.13 | 0.070 | 0.0074 | 0.044 | 0.065 | 0.16 |
| 9 | 0.13 | 0.066 | 0.0078 | 0.045 | 0.063 | 0.15 |
| 10 | 0.13 | 0.069 | 0.0082 | 0.043 | 0.063 | 0.15 |
| 11 | 0.14 | 0.070 | 0.0075 | 0.042 | 0.064 | 0.15 |
| 2 | 0.12 | 0.063 | 0.0071 | 0.043 | 0.062 | 0.16 | 0.12 |
| 0.13 | 0.062 | 0.0071 | 0.044 | 0.063 | 0.14 | 0.13 |
| 0.13 | 0.063 | 0.007 | 0.043 | 0.068 | 0.15 | 0.13 |
| 0.13 | 0.063 | 0.007 | 0.046 | 0.071 | 0.15 | 0.13 |
| 0.13 | 0.064 | 0.0071 | 0.042 | 0.068 | 0.16 | 0.13 |
| 0.13 | 0.063 | 0.0076 | 0.043 | 0.066 | 0.15 | 0.13 |
| 0.14 | 0.064 | 0.0081 | 0.041 | 0.065 | 0.14 | 0.14 |
| 0.13 | 0.067 | 0.0085 | 0.046 | 0.064 | 0.15 | 0.13 |
| 0.14 | 0.061 | 0.0080 | 0.045 | 0.066 | 0.15 | 0.14 |
| 0.14 | 0.064 | 0.0071 | 0.044 | 0.065 | 0.16 | 0.14 |
| 0.12 | 0.065 | 0.0072 | 0.042 | 0.064 | 0.15 | 0.12 |
| 3 | 0.14 | 0.058 | 0.0085 | 0.047 | 0.056 | 0.16 | 0.14 |
| 0.13 | 0.06 | 0.0088 | 0.044 | 0.052 | 0.15 | 0.13 |
| 0.13 | 0.062 | 0.0078 | 0.042 | 0.056 | 0.16 | 0.13 |
| 0.14 | 0.066 | 0.0074 | 0.046 | 0.055 | 0.17 | 0.14 |
| 0.14 | 0.056 | 0.0081 | 0.048 | 0.061 | 0.16 | 0.14 |
| 0.13 | 0.057 | 0.0075 | 0.046 | 0.059 | 0.16 | 0.13 |
| 0.14 | 0.059 | 0.0079 | 0.045 | 0.060 | 0.16 | 0.14 |
| 0.14 | 0.056 | 0.0083 | 0.045 | 0.055 | 0.15 | 0.14 |
| 0.13 | 0.061 | 0.0076 | 0.040 | 0.058 | 0.16 | 0.13 |
| 0.13 | 0.054 | 0.0086 | 0.044 | 0.061 | 0.15 | 0.13 |
| 0.14 | 0.058 | 0.0086 | 0.046 | 0.054 | 0.16 | 0.14 |
| 4 | 0.13 | 0.065 | 0.0085 | 0.04 | 0.06 | 0.15 | 0.13 |
| 0.13 | 0.065 | 0.0083 | 0.041 | 0.062 | 0.15 | 0.13 |
| 0.11 | 0.063 | 0.0091 | 0.041 | 0.056 | 0.16 | 0.11 |
| 0.11 | 0.061 | 0.011 | 0.042 | 0.056 | 0.14 | 0.11 |
| 0.12 | 0.062 | 0.010 | 0.038 | 0.058 | 0.14 | 0.12 |
| 0.12 | 0.059 | 0.010 | 0.037 | 0.056 | 0.14 | 0.12 |
| 0.12 | 0.060 | 0.010 | 0.037 | 0.057 | 0.15 | 0.12 |
| 0.13 | 0.066 | 0.010 | 0.041 | 0.063 | 0.15 | 0.13 |
| 0.13 | 0.062 | 0.0099 | 0.042 | 0.061 | 0.16 | 0.13 |
| 0.12 | 0.061 | 0.0098 | 0.039 | 0.059 | 0.15 | 0.12 |
| 0.12 | 0.062 | 0.0091 | 0.039 | 0.058 | 0.16 | 0.12 |
| 5 | 0.12 | 0.065 | 0.0078 | 0.039 | 0.061 | 0.14 | 0.12 |
| 0.14 | 0.058 | 0.0073 | 0.039 | 0.056 | 0.15 | 0.14 |
| 0.14 | 0.062 | 0.0077 | 0.038 | 0.054 | 0.15 | 0.14 |
| 0.12 | 0.064 | 0.0076 | 0.038 | 0.056 | 0.14 | 0.12 |
| 0.12 | 0.061 | 0.0072 | 0.040 | 0.058 | 0.16 | 0.12 |
| 0.12 | 0.062 | 0.0082 | 0.038 | 0.058 | 0.16 | 0.12 |
| 0.12 | 0.063 | 0.0078 | 0.040 | 0.056 | 0.14 | 0.12 |
| 0.13 | 0.062 | 0.0075 | 0.038 | 0.061 | 0.14 | 0.13 |
| 0.12 | 0.062 | 0.0077 | 0.040 | 0.063 | 0.14 | 0.12 |
| 0.13 | 0.066 | 0.0078 | 0.041 | 0.061 | 0.14 | 0.13 |
| 0.14 | 0.061 | 0.0079 | 0.044 | 0.059 | 0.14 | 0.14 |
| 6 | 0.13 | 0.064 | 0.0079 | 0.043 | 0.059 | 0.14 | 0.13 |
| 0.12 | 0.061 | 0.0078 | 0.044 | 0.061 | 0.15 | 0.12 |
| 0.13 | 0.059 | 0.0077 | 0.041 | 0.06 | 0.14 | 0.13 |
| 0.13 | 0.062 | 0.0075 | 0.042 | 0.062 | 0.14 | 0.13 |
| 0.12 | 0.063 | 0.0081 | 0.045 | 0.063 | 0.15 | 0.12 |
| 0.12 | 0.061 | 0.0078 | 0.042 | 0.061 | 0.14 | 0.12 |
| 0.13 | 0.062 | 0.0075 | 0.041 | 0.064 | 0.14 | 0.13 |
| 0.14 | 0.065 | 0.0074 | 0.043 | 0.061 | 0.15 | 0.14 |
| 0.13 | 0.064 | 0.0075 | 0.039 | 0.059 | 0.15 | 0.13 |
| 0.13 | 0.061 | 0.0075 | 0.041 | 0.061 | 0.14 | 0.13 |
| 0.12 | 0.065 | 0.0072 | 0.041 | 0.062 | 0.14 | 0.12 |
| 7 | 0.13 | 0.066 | 0.0094 | 0.043 | 0.057 | 0.15 | 0.13 |
| 0.13 | 0.064 | 0.0094 | 0.045 | 0.061 | 0.15 | 0.13 |
| 0.13 | 0.065 | 0.0088 | 0.045 | 0.067 | 0.15 | 0.13 |
| 0.13 | 0.065 | 0.0087 | 0.046 | 0.064 | 0.15 | 0.13 |
| 0.13 | 0.067 | 0.0083 | 0.045 | 0.062 | 0.15 | 0.13 |
| 0.13 | 0.066 | 0.0089 | 0.044 | 0.060 | 0.15 | 0.13 |
| 0.14 | 0.064 | 0.0088 | 0.044 | 0.063 | 0.15 | 0.14 |
| 0.13 | 0.068 | 0.0089 | 0.046 | 0.061 | 0.15 | 0.13 |
| 0.13 | 0.071 | 0.0093 | 0.043 | 0.062 | 0.15 | 0.13 |
| 0.13 | 0.068 | 0.0089 | 0.044 | 0.064 | 0.15 | 0.13 |
| 0.14 | 0.069 | 0.0086 | 0.044 | 0.061 | 0.15 | 0.14 |
| 8 | 0.13 | 0.064 | 0.0084 | 0.044 | 0.059 | 0.16 | 0.13 |
| 0.12 | 0.066 | 0.0080 | 0.043 | 0.060 | 0.15 | 0.12 |
| 0.14 | 0.066 | 0.0082 | 0.046 | 0.062 | 0.15 | 0.14 |
| 0.13 | 0.067 | 0.0078 | 0.046 | 0.063 | 0.16 | 0.13 |
| 0.13 | 0.065 | 0.0078 | 0.045 | 0.060 | 0.15 | 0.13 |
| 0.12 | 0.066 | 0.0077 | 0.046 | 0.059 | 0.14 | 0.12 |
| 0.14 | 0.066 | 0.0076 | 0.044 | 0.059 | 0.15 | 0.14 |
| 0.13 | 0.067 | 0.0078 | 0.045 | 0.063 | 0.16 | 0.13 |
| 0.13 | 0.068 | 0.0077 | 0.044 | 0.063 | 0.16 | 0.13 |
| 0.12 | 0.068 | 0.0079 | 0.043 | 0.062 | 0.16 | 0.12 |
| 0.13 | 0.065 | 0.0080 | 0.045 | 0.064 | 0.15 | 0.13 |