**国家标准《钨精矿化学分析方法第6部分：湿存水含量的测定重量法》修订（讨论稿）编制说明**

一、工作简况

（一）任务来源

根据2021年7月21日国家标准化管理委员会《关于下达2021年推荐性国家标准修订计划及相关外文版计划的通知》（国标委发【2021】19号）的要求，《钨精矿化学分析方法 第6部分：湿存水含量的测定重量法》修订项目由全国有色金属标准化技术委员会归口，项目计划编号：20211904-T-610，由赣州有色冶金研究所（2021年更名为赣州有色冶金研究所有限公司）负责起草，项目周期18个月。

（二）主要参加单位和工作成员及其所作的工作

1.主要参加单位情况

本标准起草单位：赣州有色冶金研究所有限公司，崇义章源钨业股份有限公司江西、应用技术职业学院、江西省钨与稀土产品质量监督检验中心、赣州华兴钨制品有限公司、江西省地质局第七地质大队、江西漂塘钨业有限公司等七家单位组成。本项目组起草人员长期从事钨等有色金属化学分析检测工作，多次参与国家、行业标准的制修订工作，能够保证本项目计划的顺利完成。

1.1**赣州有色冶金研究所有限公司**（以下简称“赣研所公司”）是本项目负责起草单位，公司前身赣研所正式成立于1952年，是新中国冶金系统最早成立的三个科研院所之一，现隶属于整合后的江西钨业控股集团有限公司，并承担江西钨业控股集团有限公司技术中心和博士后科研工作站运行和管理的工作职责。赣研所公司拥有采矿、选矿、冶金、材料、环保、设备制造、自动化等多个专业，以有色金属、黑色金属和非金属为综合性研究主体，重点研发和推广钨、稀土、钽铌等有色金属资源采、选、冶、二次资源综合利用、节能环保、自动化新工艺、新技术和新设备以及非煤矿山工程设计、节能评估、安全检测、职业卫生以及有色金属产品分析检测、咨询等服务。赣研所公司先后完成各类科研课题、工程试验项目2300多项，取得科研成果1200余项，其中获国家发明奖6项，国家科技进步奖8项，省部级科技奖励300多项；授权专利99件，其中，发明专利31件；主持和参与制（修）订钨、稀土、钽铌等有色金属矿及其制品和分析检测方法国家标准107项，行业标准40项，团体标准5项，研制国家标准物质/标准样品6个。

赣研所公司在标准修订过程中，负责提出标准修订的试验方案、试验报告，负责统一样品的制备与发放，汇总精密度数据，进行数据处理，并与其他标准参加单位共同形成标准征求意见稿，进行广泛的意见征集，并负责在标准预审会、审定会上进行项目介绍与答辩，最终形成报批稿，协助有色标准化技术委员会秘书处完成标准的报批工作。

标准起草单位赣研所公司在标准的编制过程中，积极主动收集国内外相关技术标准，对一些有代表性的钨产业相关企业进行调研，包括钨精矿产品水分含量的技术指标要求、检测及应用情况，并收集相关试验样品，通过相关试验统计数据编写试验报告草案和标准文本草案。

本标准统一验证样品共计6个梯度，包含黑钨精矿、白钨精矿、混合钨精矿、钨细泥精矿4个类别，样品来自江西、湖南、福建、广西等典型钨矿。由江西铁山垅钨业有限公司、江西大吉山钨业有限公司、湖南柿竹园有色金属有限责任公司、湖南衡山金泰有限公司、江钨世泰科有限公司、洛阳栾川钼业集团有限公司、厦门钨业股份有限公司等提供。

2.主要工作成员所负责的工作情况

（三）主要工作过程

1.预研阶段

近年来原生钨精矿的湿存水含量远超过了GB/T 6150.6-2008规定的检测上限5%。根据调研，湖南、江西、河南、福建某些混合钨精矿水分量可达7%~8%，钨细泥水分量可达7%~15%。标准起草单位通过对国内钨矿企业进行了充分的调研等，形成了标准草案和修订项目建议书。

2.立项阶段

2019年10月7日，赣州有色冶金研究所有限公司向全国有色金属标准化技术委员会稀有金属分标委全体委员会提交了国家标准《钨精矿化学分析方法第6部分：湿存水含量的测定重量法》修订项目建议书、标准草案及标准立项可研报告等材料，全体委员会议论证结论为同意国家标准立项。由秘书处组织委员现场投票，投票通过后转报国标委，并挂网向社会公开征求意见。

3**.**起草阶段

2021年10月，全国有色金属标准化技术委员会稀有金属分标委组织召开了《钨精矿化学分析方法第6部分：湿存水含量的测定重量法》等共8个部分的国家标准修订任务落实会，确定了由本标准的参加起草单位，形成了任务落实会议纪要。

2021年12月，赣研所公司成立《钨精矿化学分析方法第6部分：湿存水含量的测定重量法》标准编制小组，确定项目负责人和项目进度计划安排。

2022年1月~3月，标准编制组对湖南柿竹园有色金属有限责任公司、 江西铁山垅钨业有限公司、湖南衡山金泰有限公司、江钨世泰科有限公司、洛阳栾川钼业集团有限公司、厦门钨业股份有限公司等国内主要钨矿生产企业的钨精矿产品水分含量情况进行了调研，调研的情况如下：

1. 湖南柿竹园有色金属有限责任公司的黑钨精矿水分量在2~5%，白钨精矿水分量在2~5%，钨细泥水分量在7~8%。

2. 江西铁山垅钨业有限公司的黑钨精矿水分量在0.5~1%，混合钨水分量在0.5~2%、钨细泥水分量在5~15%。

3. 湖南衡山金泰有限公司的钨细泥水分在7~15%、混合钨在2~5%、钨细泥在5~15%。

4. 江钨世泰科有限公司的黑钨精矿水分量在0.5~2%，混合钨水分量在2~5%、白钨精矿水分量在2~5%，钨细泥水分量在7~15%，少数钨细泥水分量在15~20%。

5.洛阳栾川钼业集团有限公司的白钨精矿水分量在5~8%。

6.厦门钨业股份有限公司黑钨精矿水分量在1~2%，白钨精矿水分量在2~7%,、钨细泥水分量在7~15%。

2022年4月~5月，标准编制组对试验的统一样品进行了准备，为调研单位提供钨细泥，白钨精矿、黑钨精矿、混合钨精矿等4个类别6个梯度的样品。

2022年5~6月，将试验样品和试验报告寄给有关验证单位，进行方法的验证试验和讨论稿征求意见工作。

二、标准编制原则

本标准起草过程中遵循以下原则：

（一）规范性原则：本标准是根据GB/T1.1-2020《标准化工作导则第1部分:标准化文件的结构和起草规则》、GB/T20001.4-2015《标准编写规则第4部分：试验方法标准》和GB/T6379.2-2004《测量方法与结果的准确度》的要求进行编写的；

（二）先进性：本次修订的标准充分考虑了最新的钨精矿产品标准和市场行业需求，适应我国钨产业的发展，对国内钨精矿相关行业的技术进步产生积极的促进作用。

（三）适用性：本标准根据现行钨精矿产品标准所规定的各项指标要求，参考生产和贸易的实际情况进行修订，宜于应用，能够满足企业需求。标准方法为经典的化学分析方法，具有良好的操作性和适用性。

（四）考虑国家法律、安全、卫生、环保法规的要求。

三、标准主要内容、确定依据及主要试验和验证情况分析

（一）标准的主要内容、确定的依据

本标准为修订标准，因此在标准的修订过程中主要对以下几个方面进行了确认：

1.测定方法

重量法测定样品中湿存水为经典化学分析方法。本标准从1985年第一版国家标准采用并发布以来，实施了30多年，效果良好。本次标准修订仅从方法测定范围方面进行修订，检测方法为重量法。

2.测定范围

在修订本方法时，根据现行行业标准《钨精矿》YB/T231-2015规定的产品种类，确定了方法测定范围由原来的0.2%~5%修订为0.2 %~ 20%。

（二）主要试验和验证情况分析

1 烘干时间选择试验

试验考察了烘干时间对测定的影响，选取不同湿存水含量的4类钨精矿样品H1#（黑钨精矿）、H2#（白钨精矿）、H3#（混合钨）、H4#（钨细泥），在不同时间烘干测定湿存水量。试验结果结果见表1。

表1烘干时间试验

|  |  |
| --- | --- |
| 样品编号 | 不同烘干时间下的试验结果，h |
| 1.5 | 2.0 | 2.5 | 3.0 | 3.5 | 4.0 |
| H1# |  |  |  |  |  |  |
| H2# |  |  |  |  |  |  |
| H3# |  |  |  |  |  |  |
| H4# |  |  |  |  |  |  |

由上表数据可以看出，烘干时间为时，样品已经恒重。所以选定烘干时间为。

2 准确度试验

为了考察方法的准确度，试验采用了标准加入法，测定回收率。结果见表2。

表2 方法准确度

|  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| **样品编号** | **样品类型** | **水的本底值\*(g)** | **加入水分量****(g)** | **测得水分量(g)** | **回收率(%)** | **备注** |
| **H0#** |  |  |  |  |  |  |
| **H1#** |  |  |  |  |  |  |

实验结果表明，本方法有良好的回收率和准确度。(本底值采用精密度数据平均值算得)

3精密度试验

按分析步骤分别对不同含量的黑钨精矿、白钨精矿、混合钨和钨细泥样品进行11次测定。试验数据及误差统计见表3。

表3精密度试验结果

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| **样品****编号** | **测定结果(%)** | **平均值(%)** | **SD** | **RSD(%)** |
| H1# |  |  |  |  |
| H2# |  |  |  |  |
| H3# |  |  |  |  |
| H4# |  |  |  |  |

实验数据表明，精密度(RSD)小于%，能够满足分析检测要求。

（三）精密度的确定依据

1.原始数据统计和检验

对各试验室内数据按6732.2进行精密度数据统计。

1. 对于岐离和离群数据的分析
2. 重复性限和再现性限计算

四、标准中涉及专利的情况

本标准不涉及专利问题。

五、预期达到的社会效益等情况

本标准修订过程中，由起草单位对国际、国内标准进行了查阅和调研，制定的方法更能紧密联系实际检测工作。修订后的国家标准《钨精矿化学分析方法 第6部分 湿存水量的测定》，提高了标准适用性，有效拓宽了检测方法的测定范围，方法经典，具有测定结果精密度好、结果准确的优点，可进一步完善钨精矿化学分析方法的标准体系，促进钨行业发展，更好的服务于生产企业及市场贸易，为钨精矿产品市场更好的提供了技术支撑作用。

六、采用国际标准和国外先进标准的情况

经查，未发现相同类型的国际标准和国外先进标准。

七、与现行相关法律、法规、规章及相关标准，特别是强制性国家标准的协调配套情况

本标准与现行相关法律、法规、规章及相关标准和强制性国家标准无冲突。本标准与现行标准及制定中的标准无重复交叉情况。

八、重大分歧意见的处理经过和依据

无。

九、标准性质的建议说明

本标准为方法标准，不是通用性的安全规范或标准，仅是在涉及到的内容上引用相关的安全规范或标准作为本标准的规定，不属安全性标准。根据标准化法和有关规定，建议本标准的性质为推荐性国家标准。

十、贯彻标准的要求和措施建议

本标准修订后拓展了原标准检测范围，建议实施日期自发布之日起6个月。建议相关生产和检测单位积极组织本标准的培训和宣贯，可向企业、公司和科研院校推荐本标准。

十一、废止现行相关标准的建议

在本标准发布实施之日起，代替GB/T 6150.6-2008《钨精矿化学分析方法湿存水量的测定重量法》。

十二、其他应予说明的事项

无。

 赣州有色冶金研究所有限公司

 二O二二年五月