

**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1部分：三氧化钨含量的测定

钨酸铵灼烧重量法

Methods for chemical analysis of tungsten concentrates —

Part 1：Determination of tungsten trioxide content —

Ammonium tungstate igniting gravimetric method

（送审稿）

中华人民共和国国家标准

ICS 77.120.99

CCS H 14

GB/T 6150.1-202X

代替GB/T 6150.1-2008

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1部分。GB/T 6150已经发布了以下部分：

——第1部分：三氧化钨含量的测定 钨酸铵灼烧重量法；

——第2部分：锡含量的测定 碘酸钾滴定法和电感耦合等离子体原子发射光谱法；

——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 高频感应红外吸收法和燃烧-碘量法；

——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；

——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：钼含量的测定 硫氰酸盐分光光度法；

——铜量的测定 火焰原子吸收光谱法；

——第10部分：铅量的测定 火焰原子吸收光谱法；

——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：砷含量的测定 原子荧光光谱法和DDTC－Ag分光光度法；

——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 火焰原子吸收光谱法；

——铁量的测定 磺基水杨酸分光光度法；

——第17部分：锑含量的测定 原子荧光光谱法。

本文件代替GB/T 6150.1-2008《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》，与GB/T 6150.1-2008相比，除结构调整和编辑性改动外，主要技术变化如下：

a）更改了方法适用范围和测定范围，适用范围由“适用于钨精矿中三氧化钨含量”更改为“适用于钼含量小于0.3%，磷含量小于0.3%的钨精矿中三氧化钨含量”，测定范围由“>50%”更改为“>20%”，（见第1章,2008年版的第1章）；

b）增加了“规范性引用文件”（见第2章）；

c）增加了“术语和定义”（见第3章）；

d）更改了方法中试样分解的盐酸用量，由原来的“加入50 mL盐酸”更改为“加入50 mL盐酸 [如系黑钨精矿加入100mL盐酸（5.4）]”（见8.3.1，2008年版的5.3.1）；

e）更改了方法中需要补加EDTA的样品类型，由原来的“[如系白钨精矿需补加1 g EDTA]”更改为“[如系白钨精矿、混合钨精矿需补加1 g EDTA]”（见8.3.6.1，2008年版的5.3.6.1）；

f）更改了方法中残渣比色的定容体积，由原来的“移入100 mL容量瓶中”调整为“移入200 mL容量瓶中”（见8.3.6.1，2008年版的5.3.6.1）；

g）将允许差更改为再现性（见10.3，2008年版的8.2）；

h）删除了质量保证和控制（2008年版的第9章）；

i）增加了试验报告条款（见第11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：。

本文件主要起草人：。

本文件及其所代替文件的历次版本发布情况为：

——1985年首次发布为GB 6150.1-1985，2008年第一次修订为GB/T 6150.1-2008；

——本次为第二次修订。

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、电子通信、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20个部分组成：

——第1部分：三氧化钨含量的测定 钨酸铵灼烧重量法；

——第2部分：锡含量的测定 碘酸钾滴定法和电感耦合等离子体原子发射光谱法；

——第3部分：磷含量的测定 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：硫含量的测定 高频-红外吸收法和燃烧-碘量法；

——第5部分：钙含量的测定 EDTA容量法和火焰原子吸收光谱法；

——第6部分：湿存水含量的测定 重量法；

——第7部分：钽和铌含量的测定 等离子体发射光谱法和分光光度法；

——第8部分：钼含量的测定 硫氰酸盐分光光度法；

——第9部分：铜含量的测定 火焰原子吸收光谱法；

——第10部分：铅含量的测定 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：锌含量的测定 火焰原子吸收光谱法；

——第12部分：二氧化硅含量的测定 硅钼蓝分光光度法和重量法；

——第13部分：砷含量的测定 原子荧光光谱法和DDTC-Ag分光光度法；

——第14部分：锰含量的测定 硫酸亚铁铵容量法和火焰原子吸收光谱法；

——第15部分：铋含量的测定 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：铁含量的测定 磺基水杨酸分光光度法；

——第17部分：锑含量的测定 原子荧光光谱法；

——第18部分：钡含量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法；

——第19部分：氟含量的测定 离子选择电极法；

——第20部分：汞含量的测定 分光光度法。

钨精矿化学分析方法系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/T 6150.1-2008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），对不同牌号钨精矿中三氧化钨含量进行了修订，GB/T 6150.1-2008测定范围已不能完全覆盖产品标准要求。鉴于此，确有必要对GB/T 6150.1-2008进行修订，确保标准适应行业变化和市场需求。

本文件进一步提高了标准的适用性，在提升钨精矿产品质量，促进其生产、贸易及扩大应用需求方面具有重要意义。

钨精矿化学分析方法

第1部分：三氧化钨含量的测定

钨酸铵灼烧重量法

1. 范围

本文件规定了钨精矿中三氧化钨含量的测定方法。

本文件适用于钼含量小于0.3%，磷含量小于0.3%的钨精矿中三氧化钨含量的测定，测定范围（质量分数）大于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 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

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 17433 冶金产品化学分析基础术语

1. 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

1. 原理

试料在少量氟化铵存在下，以盐酸、硝酸、高氯酸溶解，浓缩至冒白烟以以驱除氟离子与硝酸根、钨成钨酸析出，过滤，使之与大部分共存元素分离后，用氨水溶解钨酸，滤液经蒸干、灼烧后，并以氢氟酸去硅再次灼烧称三氧化钨质量。用分光光度法测定残渣中三氧化钨质量，补正结果。

1. 试剂或材料

除非另有说明，在分析中仅使用确认为分析纯的试剂或蒸馏水或去离子水。

5.1　过氧化钠。

5.2　氟化铵。

5.3　乙二胺四乙酸二钠（EDTA）。

5.4　盐酸（ρ=1.19 g/mL）。

5.5　硝酸（ρ=1.42 g/mL）。

5.6　氢氟酸（ρ=1.15 g/mL）。

5.7　无水乙醇。

5.8　氨水溶液（1+4）。

5.9　氢氧化钠溶液（48 g/L）。

5.10　高氯酸（ρ=1.67 g/mL）。

5.11　高氯酸洗液（1+199）。

5.12　硫氰酸钾溶液（350 g/L）。

5.13　三氯化钛-盐酸混合液：移取0.5 mL三氯化钛溶液（150 g/L），用盐酸（2+3）稀释至100 mL，混匀。用时现配。

5.14　三氧化钨标准溶液：称取0.100 0 g经烘干的纯三氧化钨（99.95%以上），置于250 mL烧杯中，加入48 g氢氧化钠、约100 mL水，微热至溶解完全，冷却，移入1 000 mL容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀，贮存于塑料瓶中，此溶液1 mL含0.1 mg三氧化钨。

6　仪器设备

6.1　分析天平：分度值0.1 mg。

6.2　分光光度计。

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

称取0.5 g样品（7），精确至0.000 1 g。

8.2　平行测定

独立地进行两次测定，取其平均值。

8.3　测定

8.3.1　将试料（8.1）置于250 mL烧杯中，加入50 mL盐酸（5.4）[如系黑钨精矿加入100 mL盐酸（5.4）]，置于沸水浴上溶解30 min～40min，加入0.3 g氟化铵（5.2），摇动，继续溶解10 min，取下，置于电炉上浓缩体积至30 mL，加入3 mL高氯酸（5.10），2 mL硝酸（5.5），继续低温加热至冒白烟1 min，取下，稍冷，用水吹洗表面皿及杯壁并稀释至30 mL，煮沸，取下，静置片刻。

8.3.2　以中速定量滤纸过滤于200 mL容量瓶中，用倾泻法以高氯酸洗液（5.11）洗烧杯及滤纸各4次，用水各洗1次。

8.3.3　取下容量瓶，加入0.5 mL无水乙醇（5.7），用水稀释至约150 mL（待钨酸溶入铂皿并洗净后，再将此溶液倒入原烧杯中作浸取残渣用）。

8.3.4　将已称量的铂皿置于漏斗下，用热氨水溶液（5.8）吹洗烧杯及滤纸使钨酸溶解，并将烧杯中的残渣移入漏斗中，用擦棒擦净烧杯。

8.3.5　将铂皿置于沸水浴上蒸发至干后，移到电炉上加热驱尽铵盐，移入780 ℃～800 ℃高温炉中灼烧10 min，取出，冷却。加入5 mL氢氟酸（5.6），置于沸水浴上蒸干，再移入780 ℃～800 ℃高温炉中灼烧10 min，取出，在干燥器中冷却至室温后称重。反复灼烧至恒重。

8.3.6　残渣中三氧化钨含量的测定：

8.3.6.1　将5.3.4所得的残渣连同滤纸移入30 mL铁坩埚中，置于电炉上烘干，灰化，冷却后加入约6 g过氧化钠（5.1），在700 ℃～750 ℃高温炉中熔融至内容物呈樱红透明，取出，稍冷，置于8.3.3所得的滤洗液中[如系白钨精矿、混合钨精矿需补加1 gEDTA(5.3)]，浸取完全后，用水洗出坩埚，冷却后移入200 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀，静置澄清。移取上清液2mL~10.00 mL[不足10 mL用氢氧化钠溶液（5.9）补足]于50 mL比色管中。

8.3.6.2　加入2 mL硫氰酸钾溶液（5.12）以三氯化钛-盐酸混合液（5.13）稀释至刻度，混匀，放置10 min后，将部分溶液移入1 cm比色皿中，以试剂空白作参比，于分光光度计波长400 nm处测量其吸光度，从工作曲线上查出相应的三氧化钨质量。

8.3.6.3　工作曲线的绘制

移取0 mL、0.50 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL、5.00 mL、6.00 mL三氧化钨标准溶液（5.14），分别置于一组50 mL比色管中，用氢氧化钠溶液（5.9）补足至10 mL，以下按8.3.6.2进行，测量其吸光度，以三氧化钨质量为横坐标，吸光度为纵坐标，绘制工作曲线。

9　试验数据处理

三氧化钨含量以三氧化钨的质量分数ωwo3计：

………………………………（1）

式中：

*m*1 ——三氧化钨和铂皿的质量，单位为克（mg）；

*m*2——铂皿的质量，单位为克（g）；

*m*0——试料质量，单位为克（g）；

*m*3 ——从工作曲线上查得的三氧化钨质量，单位为毫克（mg）；

*V*0——试液总体积，单位为毫升（mL）；

*V*1——分取试液体积，单位为毫升（mL）。

计算结果保留两位有效数字，数值修约按GB/T 8170的规定进行。

10　精密度

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，在表1给出的平均值的范围内，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1数据采用线性内插法或外延法求得。

表1 重复性（r）

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| *w*wo3/% | 21.94 | 27.08 | 34.95 | 41.41 | 51.30 | 49.50 | 60.22 | 70.13 |
| *r*/% | 0.32 | 0.35 | 0.34 | 0.33 | 0.36 | 0.32 | 0.35 | 0.33 |
| 样品类型 | 黑钨细泥 | 白钨细泥 | 混合钨精矿 | 黑钨精矿 | 白钨精矿 | 黑钨精矿 | 黑钨精矿 | 白钨精矿 |

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，在表2给出的平均值的范围内，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2数据采用线性内插法或外延法求得。

表2 再现性

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| *w*wo3/% | 21.94 | 27.08 | 34.95 | 41.41 | 51.30 | 49.50 | 60.22 | 70.13 |
| *R*/% | 0.46 | 0.52 | 0.50 | 0.54 | 0.46 | 0.55 | 0.54 | 0.53 |
| 样品类型 | 黑钨细泥 | 白钨细泥 | 混合钨精矿 | 黑钨精矿 | 白钨精矿 | 黑钨精矿 | 黑钨精矿 | 白钨精矿 |

11　试验报告

试验报告应包括以下内容：

——试验对象；

——本文件的编号；

——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

A.1 本附录精密度数据是在2022年由12家实验室对三氧化钨含量的8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三氧化钨含量在重复性条件下独立测定11次。数据统计结果见表A.1。

表A.1 精密度试验原始数据

|  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 水平 | 结果可接受的实验室个数 | 可接受的数据个数 | 平均值  % | 重复性标准差  （*Sr*） | 再现性标准差  （*SR*） | 重复性限(*r*）  % | 再现性限(*R*）  % |
| 1 | 12 | 132 | 21.93 | 0.12 | 0.17 | 0.32 | 0.46 |
| 2 | 12 | 132 | 27.06 | 0.13 | 0.19 | 0.35 | 0.52 |
| 3 | 12 | 132 | 34.92 | 0.12 | 0.18 | 0.34 | 0.50 |
| 4 | 12 | 132 | 41.43 | 0.12 | 0.20 | 0.33 | 0.54 |
| 5 | 12 | 132 | 51.27 | 0.13 | 0.17 | 0.36 | 0.46 |
| 6 | 12 | 132 | 49.49 | 0.12 | 0.20 | 0.32 | 0.55 |
| 7 | 12 | 132 | 60.29 | 0.13 | 0.20 | 0.35 | 0.54 |
| 8 | 12 | 132 | 70.15 | 0.12 | 0.19 | 0.33 | 0.53 |