



中华人民共和国国家标准

GB/T 6150.11-202X

代替 GB/T 6150.11-2008

钨精矿化学分析方法 第 11 部分：杂质含量的测定 电感耦合等离子原子发射光谱法

Methods for chemical analysis of tungsten concentrates —
Part 11: Determination of impurity elements contents —
Inductively coupled plasma atomic emission spectrometry

(讨论稿)

202X-XX-XX 发布

202X-XX-XX 实施

国家市场监督管理总局 发布
国家标准化管理委员会

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11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 高频感应红外吸收法和燃烧-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：钼含量的测定 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：杂质元素含量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法；
- 第12部分：二氧化硅含量的测定 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、锰、硅、钙和钨含量的测定 X射线荧光光谱法；
- 第17部分：铈含量的测定 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。

本文件代替 GB/T 6150.11-2008《锌量的测定 火焰原子吸收光谱法》与 GB/T 6150.11-2008 相比，除结构调整和编辑性改动外，主要技术变化如下：

- a) 更改了方法测定范围，测定范围由 0.005%~0.50%更改为 0.01%~5.00%（见第1章）；
- b) 更改了方法测定元素，测定元素由锌更改为铋、铜、铅、锌、锰、铁。
- c) 增加了“规范性引用文件”（见第2章）。
- d) 增加了“术语和定义”（见第3章）。
- e) 更改了检测方法，检测方法由原子吸收光谱法更改为原子荧光光谱法（见第4章，2008年版的第2章）。
- f) 将允许差更改为再现性（见 10.3，2008年版的 8.2）。
- g) 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。

GB/T 6150.11—202X

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/T 6150.11-85，2008年第一次修订为 GB/T 6150.11-2008；

——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。目的在于确立三氧化钨含量的测定方法。
- 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。目的在于确立锡含量的测定方法。
- 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。目的在于确立磷含量的测定方法。
- 第4部分:硫含量的测定 高频-红外吸收法和燃烧-碘量法。目的在于确立硫含量的测定方法。
- 第5部分:钙含量的测定 EDTA容量法和火焰原子吸收光谱法。目的在于确立钙含量的测定方法。
- 第6部分:湿存水含量的测定 重量法。目的在于确立湿存水含量的测定方法。
- 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。目的在于确立钽和铌含量的测定方法。
- 第8部分:钼含量的测定 硫氰酸盐分光光度法。目的在于确立钼含量的测定方法。
- 第9部分:铜含量的测定 火焰原子吸收光谱法。目的在于确立铜含量的测定方法。
- 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。目的在于确立铅含量的测定方法。
- 第11部分:杂质含量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法。目的在于确立铋、铜、铅、锌、锰和铁含量的测定方法。
- 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。目的在于确立二氧化硅含量的测定方法。
- 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。目的在于确立砷含量的测定方法。
- 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。目的在于确立锰含量的测定方法。
- 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。目的在于确立铋含量的测定方法。
- 第16部分:铁、锰、硅、钙和钨含量的测定 X射线荧光光谱法。目的在于确立铁、锰、硅、钙和钨含量的测定方法。
- 第17部分:铈含量的测定 原子荧光光谱法。目的在于确立铈含量的测定方法。
- 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。目的在于确立钡含量的测定方法。
- 第19部分:氟含量的测定 离子选择电极法。目的在于确立氟含量的测定方法。
- 第20部分:汞含量的测定 固体进样直接测定法。目的在于确立汞含量的测定方法。

GB/T 6150.11—202X

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 6150.11-2008 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。鉴于此，确有必要对 GB/T 6150.11-2008 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 11 部分：杂质含量的测定

电感耦合等离子体原子发射光谱法

1 范围

本文件描述了钨精矿中铋、铜、铅、锌、锰、铁含量的测定方法。

本文件适用于钨精矿中铋、铜、铅、锌、锰、铁含量的测定，测定范围（质量分数）见表1。

表 1 测定范围

元素	质量分数/%
铋	0.01-2.00
铜	0.01-5.00
铅	0.01-2.00
锌	0.01-2.00
锰	0.01-5.00
铁	0.01-5.00

2 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 6682 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 17433 冶金产品化学分析基础术语

3 术语和定义

GB/T 17433界定的术语和定义适用于本文件。

4 原理

试料以盐酸、硝酸溶解后，钨以钨酸形式析出与各待测元素分离后，以氩等离子体光源激发，进行光谱测定。根据校准曲线或方程计算得出试料中铋、铜、铅、锌、锰、铁元素含量。

5 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和符合 GB/T 6682 规定的二级水。

GB/T 6150.11—202X

5.1 盐酸($\rho=1.19\text{ g/mL}$, 优级纯)。

5.2 硝酸($\rho=1.42\text{ g/mL}$, 优级纯)。

5.3 硫酸($\rho=1.84\text{ g/mL}$, 优级纯)。

5.4 硝酸溶液(1+99)。

5.5 铋标准贮存溶液称取 1.000 0 g 纯金属铋[$w(\text{Bi})\geq 99.99\%$], 置于 300 mL 烧杯中, 加入 50 mL 硝酸(5.2), 加热溶解完全, 冷却, 定容于 1 000 mL 容量瓶中, 混匀。此溶液 1 mL 含 1 mg 铋(或市售有证标准溶液)。

5.6 铜标准贮存溶液称取 1.000 0 g 纯金属铜[$w(\text{Cu})\geq 99.99\%$], 置于 300 mL 烧杯中, 加入 50 mL 硝酸(5.2), 加热溶解完全, 冷却, 定容于 1 000 mL 容量瓶中, 混匀。此溶液 1 mL 含 1 mg 铜(或市售有证标准溶液)。

5.7 铅标准贮存溶液称取 1.000 0 g 纯金属铅[$w(\text{Pb})\geq 99.99\%$], 置于 300 mL 烧杯中, 加入 50 mL 硝酸(5.2), 加热溶解完全, 冷却, 定容于 1 000 mL 容量瓶中, 混匀。此溶液 1 mL 含 1 mg 铅(或市售有证标准溶液)。

5.8 锌标准贮存溶液: 称取 1.000 0 g 纯金属锌[$w(\text{Zn})\geq 99.99\%$], 置于 300 mL 烧杯中, 加入 50 mL 硝酸(5.2), 加热溶解完全, 冷却, 定容于 1 000 mL 容量瓶中, 混匀。此溶液 1 mL 含 1 mg 锌(或市售有证标准溶液)。

5.9 锰标准贮存溶液称取 0.791 2 g 纯二氧化锰[$w(\text{MnO}_2)>99.95\%$], 置于 300 mL 烧杯中, 加入 25 mL 盐酸(5.1), 加热溶解完全, 冷却, 定容于 500 mL 容量瓶中, 混匀。此溶液 1 mL 含 1 mg 锰(或市售有证标准溶液)。

5.10 铁标准贮存溶液称取 1.000 0 g 纯铁[$w(\text{Fe})\geq 99.95\%$], 置于 250 mL 烧杯中, 加入 15 mL 盐酸(5.1)、5 mL 硝酸(5.2), 加热溶解完全, 冷却后, 加入 10 mL 硫酸(5.3)加热至冒浓白烟, 取下冷却。用水吹洗杯壁和表面皿, 加热使盐类溶解, 冷却后用水定容于 1 000 mL 容量瓶中, 混匀。此溶液 1 mL 含 1 mg 铁(或市售有证标准溶液)。

5.11 氩气(体积分数不小于 99.99%)。

6 仪器设备

6.1 电感耦合等离子体原子发射光谱仪。在仪器最佳工作状态下, 凡达到下列指标者均可使用:

——分辨率小于 0.006 nm (200 nm 处);

——重复性: 用 1.00 $\mu\text{g/mL}$ 的铜标准溶液测量 11 次, 其信号强度的相对标准偏差不大于 2.5%。

7 样品

7.1 样品粒度不大于 0.074 mm。

7.2 样品应在 105 $^{\circ}\text{C}$ ~110 $^{\circ}\text{C}$ 烘干 2 h, 并置于干燥器中冷却至室温。

8 试验步骤

8.1 试料

按表 1 称取样品, 精确至 0.000 1 g。

表 1 称样量

含量范围 %	称样量 g
0.01~0.10	0.50

0.10~1.50	0.20
1.50~5.00	0.10

8.2 平行测定

平行做两份试验,取其平均值。

8.3 空白试验

随同试料(8.1)进行空白试验

8.4 测定

将试料(8.1)置于 300 mL 烧杯中,用少量水润湿,加入 60 mL 盐酸(5.1),置于沸水浴上加热溶解 1 h 取下冷却。加入 10 mL 硝酸(5.2),置于砂浴上加热蒸至溶液体积至 5 mL,加入 5 mL 硝酸(5.2)继续加热蒸至溶液体积至 5 mL,用水吹洗杯壁和表面皿使溶液体积至 50 mL,加热使盐类溶解,取下冷却。用慢速定量滤纸过滤于 100 mL 容量瓶中,用硝酸溶液(5.4)洗涤烧杯和沉淀数次,于待测溶液中补加 6 mL 硝酸(5.2)并稀释至刻度,混匀。

8.5 系列标准溶液的配制

按表 2 移取相应标准贮存溶液(5.5~5.10)于 200 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。各元素质量浓度如表 3。

表 2 标准移取体积

单位为毫升

标液编号	移取标准贮存溶液编号					
	Bi (5.5)	Cu (5.6)	Pb (5.7)	Zn (5.8)	Mn (5.9)	Fe (5.10)
1#	0.50	0.50	0.50	0.50	0.50	0.50
2#	1.00	1.00	1.00	1.00	1.00	1.00
3#	2.00	2.00	2.00	2.00	2.00	2.00
4#	4.00	4.00	4.00	4.00	4.00	4.00
5#	10.00	10.00	10.00	10.00	10.00	10.00

表 3 系列标准溶液待测元素浓度表

单位为微克每毫升

标液编号	待测元素					
	Bi	Cu	Pb	Zn	Mn	Fe
1#	1.00	1.00	1.00	1.00	1.00	1.00
2#	5.00	5.00	5.00	5.00	5.00	5.00
3#	10.00	10.00	10.00	10.00	10.00	10.00
4#	20.00	20.00	20.00	20.00	20.00	20.00
5#	50.00	50.00	50.00	50.00	50.00	50.00

8.6 测定

推荐谱线波长见表 4。

表 4 分析谱线波长

单位为纳米

测定元素	波长	测定元素	波长
Bi	289.798	Zn	334.502
Cu	324.754	Mn	294.920

Pb	405.738	Fe	259.940
----	---------	----	---------

将分析试液（8.4）、空白试液（8.3）与标准系列溶液（8.5）同时进行氩等离子体光谱测定。

9 试验数据处理

杂质含量以杂质的质量分数 $w(x)$ 计，按公式（1）计算：

$$w(x) = \frac{(c_1 - c_0)V \times 10^{-6}}{m} \times 100\% \dots\dots\dots(1)$$

式中：

- m ——试料的质量，单位为克（g）；
- c_1 ——试料测定值，单位为微克每毫升（ $\mu\text{g/mL}$ ）；
- c_0 ——空白测定值，单位为微克每毫升（ $\mu\text{g/mL}$ ）；
- V ——试料定容体积，单位为毫升（mL）。

当 $w < 1.00\%$ 时，计算结果保留两位有效数字；当 $w \geq 1.00\%$ 时，计算结果保留至小数点后两位。数值修约按GB/T 8170的规定执行。

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 5 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 5 数据采用线性内插法或外延法求得。精密度数据统计结果参见附录 A。

表 5 重复性限

$W_{W}/\%$						
$n/\%$						
$W_{Cu}/\%$						
$n/\%$						
$W_{Fe}/\%$						
$n/\%$						
$W_{Zn}/\%$						
$n/\%$						
$W_{Mn}/\%$						
$n/\%$						
$W_{Vc}/\%$						
$n/\%$						

10.3 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 6 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 6 数据采用线性内插法或外延法求得。

表 6 再现性限

$W_{Ba}/\%$						
$R/\%$						
$W_{Ca}/\%$						
$R/\%$						
$W_{Fe}/\%$						
$R/\%$						
$W_{Zn}/\%$						
$R/\%$						
$W_{Mn}/\%$						
$R/\%$						
$W_{V_2}/\%$						
$R/\%$						

11 试验报告

试验报告至少应给出以下几个方面内容：

- 试验对象；
- 使用的标准（包括发布和出版年号）；
- 使用的方法（如果标准中包括几个方法）；
- 分析结果及其表示；
- 与基本分析步骤的差异；
- 测定中观察到的异常现象；
- 试验日期。

附 录 A
(资料性)
精密度数据统计

A.1 本附录精密度数据是在 2025 年由 X 个实验室对铁、锰、硅、钙、钨含量的 X 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铁、锰、硅、钙、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~A.6。

表 A.1 钨含量精密度数据统计结果

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 (S_r) %	再现性标准差 (S_R) %	重复性限 (r) %	再现性限 (R) %
1							
2							
3							
4							
5							
6							
7							
8							