



中华人民共和国国家标准

GB/T 6150.10—2023

代替 GB/T 6150.10—2008

钨精矿化学分析方法 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

Methods for chemical analysis of tungsten concentrates—
Part 10: Determination of lead content—
Hydride generation atomic fluorescence spectrometry
and flame atomic absorption spectrometry

2023-08-06 发布

2024-03-01 实施

国家市场监督管理总局
国家标准化管理委员会 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 10 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；
- 钙量的测定 EDTA 容量法和原子吸收光谱法；
- 第 6 部分：湿存水含量的测定 重量法；
- 钼钨量的测定 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；
- 锌量的测定 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；
- 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；
- 铁量的测定 磺基水杨酸分光光度法；
- 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 6150.10—2008《钨精矿化学分析方法 铅量的测定 火焰原子吸收光谱法》，与 GB/T 6150.10—2008 相比，除结构调整和编辑性改动外，主要技术变化如下：

- a) 更改了方法的测定范围(见第 1 章,2008 年版的第 1 章)；
- b) 增加了“术语和定义”(见第 3 章)；
- c) 增加了检测方法氢化物发生原子荧光光谱法(见第 4 章)；
- d) 更改了火焰原子吸收法的称样量(见 5.5.1,2008 年版的 6.1)；
- e) 更改了“精密度”，将“允许差”更改为“再现性”(见 4.7、5.7,2008 年版的第 8 章)；
- f) 删除了“质量保证和控制”(见 2008 年版的第 9 章)；
- g) 增加了“试验报告”(见第 6 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有限公司、广东省科学院工业分析检测中心、江西省钨与稀土产品质量监督检验中心、湖南柿竹园有色金属有限责任公司、紫金矿业集团股份有限公司、中国有色桂林矿产地质研究院有限公司、紫金铜业有限公司、湖南柿竹园有色金属有限责任公司郴州钨制品分公司。

本文件主要起草人：罗盈盈、张文娟、张文星、谢璐、陈晓东、唐清、杨相庚、张碧兰、李雪花、刘鸿、

GB/T 6150.10—2023

陈祝炳、黄路路、邱强、侯贵琼、李展鹏、汪光鑫、吴正雨、郭辉、黎英、赖秋祥、程宝香。

本文件于1985年首次发布为GB/T 6150.12—1985《钨精矿化学分析方法 盐酸-氯化钠底液极谱法测定铅量》，2008年第一次修订为GB/T 6150.10—2008《钨精矿化学分析方法 铅量的测定 火焰原子吸收光谱法》，本次为第二次修订。

引 言

钨精矿是一种重要的战略资源,以钨精矿作为重要工业原料生产的钨及钨合金具有高熔点、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、建筑行业、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 高频感应红外吸收法和燃烧-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:锌含量的测定 火焰原子吸收光谱法。目的在于确立锌含量的测定方法。
- 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:铁含量的测定 磺基水杨酸分光光度法。目的在于确立铁含量的测定方法。
- 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 分光光度法。目的在于确立汞含量的测定方法。

自 1985 年以来,先后发布了 2 个版本的 GB/T 6150。GB/T 6150.10—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的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/T 6150.10—2008 进行修订,确保标准适应行业变化和市场需求。

通过对现有标准中的分析方法进行改进、变更,以新的检测仪器进行替代或拓展检测范围,是保持分析方法标准适应性的主要方式。本次修订新增氢化物原子荧光光谱法,使得方法检测下限更低,可以增加本文件的适用性,从而提高标准的采标率,更好地服务和促进生产、贸易及应用需求。

钨精矿化学分析方法

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

1 范围

本文件规定了钨精矿中铅含量的测定方法。

本文件适用于钨精矿中铅含量的测定,包含两个方法(方法一:氢化物发生原子荧光光谱法;方法二:火焰原子吸收光谱法)。方法一测定范围(质量分数):0.001 0%~0.30%;方法二测定范围(质量分数):0.10%~0.50%。测定范围重叠部分以方法二为仲裁方法。

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 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

3 术语和定义

GB/T 17433 界定的术语和定义适用于本文件。

4 方法一:氢化物发生原子荧光光谱法

4.1 原理

试料在沸水浴中以盐酸分解,加入硝酸,高氯酸加热溶解至冒浓白烟,在除去了大量钨基体的酸性溶液中,用草酸作钙、锰、铋等干扰元素的掩蔽剂,用铁氰化钾作氧化剂,在氢化物发生器中,铅被硼氢化钾还原为氢化物,于原子荧光光谱仪上测定其荧光强度,在工作曲线上查出铅的质量浓度。

4.2 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。

4.2.1 水,GB/T 6682,二级。

4.2.2 盐酸($\rho=1.19$ g/mL,优级纯)。

4.2.3 硝酸($\rho=1.42$ g/mL,优级纯)。

4.2.4 高氯酸($\rho=1.67$ g/mL,优级纯)。

4.2.5 硝酸(1+1)。