

## 中华人民共和国国家标准

GB/T 6150.3—2023 代替 GB/T 6150.3—2009

# 钨精矿化学分析方法 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

Methods for chemical analysis of tungsten concentrates— Part 3: Determination of phosphorus content— The phosphorus molybdenum yellow spectrophotometry and inductively coupled plasma atomic emission spectrometry

2023-11-27 发布 2024-06-01 实施

#### 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3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 容量法和火焰原子吸收光谱法;
- ——第 6 部分:湿存水含量的测定 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;
- 一一锌量的测定 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: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。

本文件代替 GB/T 6150.3—2009《钨精矿化学分析方法 磷量的测定 磷钼黄分光光度法》,与 GB/T 6150.3—2009 相比,除结构调整和编辑性改动外,主要技术变化如下:

- a) 增加了方法二测定范围(见第1章);
- b) 增加了"术语和定义"(见第3章);
- c) 增加了"水"(见 4.2.1);
- d) 增加了"数值修约"(见 4.6);
- e) 更改了"精密度"(见 4.7,2009 年版的第 8 章);
- f) 增加了方法二电感耦合等离子体原子发射光谱法(见第5章);
- g) 删除了质量保证和控制(见 2008 年版的第 9 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、国标(北京)检验认证有限公司、洛阳栾川钼业集团股份有限公司、国合通用(青岛)测试评价有限公司、西安汉唐分析检测有限公司、中国有色桂林矿产地质研究院有限公司、北矿检测技术股份有限公司。

本文件主要起草人:谢璐、杨峰、张文娟、罗盈盈、许洁瑜、邓楠、汪光鑫、徐思婷、常志敏、刘鸿、李延槐、 薛婷婷、张小燕、卢美玲、苗晓焕、孙计先。

本文件 1985 年首次发布为 GB/T 6150.4—1985,2009 年第一次修订为 GB/T 6150.3—2009,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。目的在于建立重量法测定钨精矿中三氧化钨含量的方法。
- 第 2 部分:锡含量的测定。目的在于建立滴定法和电感耦合等离子体原子发射光谱法测定钨 精矿中锡含量的方法。
- ——第3部分:磷含量的测定。目的在于建立分光光度法和电感耦合等离子体原子发射光谱法测定钨精矿中磷含量的方法。
- ——第4部分: 硫含量的测定。目的在于建立高频感应红外吸收法和燃烧-碘量法测定钨精矿中硫含量的方法。
- ——第5部分:钙含量的测定。目的在于建立容量法和原子吸收光谱法测定钨精矿中钙含量的方法。
- ——第6部分:湿存水含量的测定。目的在于建立重量法测定钨精矿中湿存水含量的方法。
- ——第7部分:钽铌含量的测定。目的在于建立电感耦合等离子体发射光谱法和分光光度法测定 钨精矿中钽铌含量的方法。
- ——第8部分:钼含量的测定。目的在于建立分光光度法测定钨精矿中钼含量的方法。
- ——第9部分:铜含量的测定。目的在于建立火焰原子吸收光谱法测定钨精矿中铜含量的方法。
- ——第 10 部分:铅含量的测定。目的在于建立原子荧光光谱法和火焰原子吸收光谱法测定钨精矿中铅含量的方法。
- ——第 11 部分: 锌含量的测定。目的在于建立火焰原子吸收光谱法测定钨精矿中锌含量的方法。
- ——第 12 部分:二氧化硅含量的测定。目的在于建立分光光度法和重量法测定钨精矿中二氧化硅 含量的方法。
- ——第 13 部分: 砷含量的测定。目的在于建立原子荧光光谱法和分光光度法测定钨精矿中砷含量的方法。
- ——第 14 部分:锰含量的测定。目的在于建立容量法和火焰原子吸收光谱法测定钨精矿中锰含量的方法。
- ——第 15 部分: 铋含量的测定。目的在于建立原子荧光光谱法和火焰原子吸收光谱法测定钨精矿中铋含量的方法。
- ——第16部分:铁含量的测定。目的在于建立分光光度法测定钨精矿中铁含量的方法。
- ——第17部分:锑含量的测定。目的在于建立原子荧光光谱法测定钨精矿中锑含量的方法。
- ——第 18 部分: 钡含量的测定。目的在于建立电感耦合等离子体原子发射光谱法测定钨精矿中钡 含量的方法。
- ——第19部分:氟含量的测定。目的在于建立离子选择电极法测定钨精矿中氟含量的方法。
- ——第 20 部分: 汞含量的测定。目的在于建立分光光度法和重量法测定钨精矿中汞含量的方法。

在酸性条件下钨精矿产品中磷的存在导致三氧化钨沉淀率下降,影响后续产品质量,因此磷含量的检测至关重要。钨精矿产品标准于 2015 年进行了修订(YS/T 231—2015),增加高杂质钨精矿产品,其

各项技术指标有了新的变化,其中磷含量由 1%增大至 10%,同时分析检测技术也有了发展和进步。鉴于此,确有必要对 GB/T 6150.3—2009 进行修订,确保标准适应行业变化和市场需求。

本文件扩大了方法测定范围,并增加电感耦合等离子体原子发射光谱法,更符合钨行业对产品检测的需求。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的意义。

### 钨精矿化学分析方法 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

#### 1 范围

本文件描述了钨精矿中磷含量的测定方法,包括磷钼黄分光光度法(方法一)和电感耦合等离子体原子发射光谱法(方法二)。

本文件适用于钨精矿中磷含量的测定,方法一测定范围(质量分数): $0.005~0\%\sim1.00\%$ 。方法二测定范围(质量分数): $>1.00\%\sim10.00\%$ 。

#### 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 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:磷钼黄分光光度法

#### 4.1 原理

试料经碱熔、浸取后,以硫酸铍为载体,使磷与氢氧化铍共沉淀与其他元素分离。在一定酸度的硝酸溶液中,以钒酸铵-钼酸铵为显色剂,于分光光度计 420 nm 处测其吸光度,通过工作曲线计算磷含量。经分离后,残留的钨、砷、硅等均不影响测定。

#### 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 氢氧化钾(优级纯)。
- 4.2.3 氨水( $\rho$ =0.90 g/mL)。
- 4.2.4 无水乙醇。
- 4.2.5 硝酸(1+1):优级纯。
- 4.2.6 硝酸(1+10):优级纯。