



中华人民共和国国家标准

GB/T 6150.4—2023

代替 GB/T 6150.4—2008

钨精矿化学分析方法 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

Methods for chemical analysis of tungsten concentrates—
Part 4: Determination of sulfur content—High frequency-infrared
absorption method and combustion-iodometric method

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 4 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；
- 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 6150.4—2008《钨精矿化学分析方法 硫量的测定 高频红外吸收法》，与 GB/T 6150.4—2008 相比，除结构调整和编辑性改动外，主要技术变化如下：

- a) 更改了方法一测定范围，测定范围由 0.1%~2%更改为 0.10%~4.00%（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) 更改了方法一试料和助熔剂的称样量（见 4.5.1、4.5.5，2008 年版的 6.1、6.5.1）；
- d) 更改了“精密度”（见 4.7，2008 年版的第 7 章）；
- e) 增加了燃烧-碘量法，测定范围为 1.00%~10.00%（见第 5 章）；
- f) 增加了“试验报告”（见第 6 章）；
- g) 删除了质量保证和控制（2008 年版的第 8 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、中国有色桂林矿产地质研究院有限公司、西安汉唐分析检测有限公司、深圳市中金岭南有色金属股份有限公司、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、北矿检测技术股份有限公司、郴州市产商品质量监督检验所、崇义章源钨业股份有限公司。

GB/T 6150.4—2023

本文件主要起草人：罗燕生、石象、张文星、谢玲君、田松、张哲、林叶、张碧兰、黎英、罗荣根、徐晓艳、李洁、钟志强、徐华、王宽、温智敏、庄凤珠、陈涛、李娅歆。

本文件于1985年首次发布为GB/T 6150.5—1985，2008年第一次修订为GB/T 6150.4—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。

GB/T 6150.4—2008 发布实施已有十余年,已不能完全适用于现行《钨精矿》产品标准

GB/T 6150.4—2023

(YS/T 231—2015)。标准中针对不同牌号的钨精矿,其硫含量指标有了新的变化,其中五级白钨和黑钨精矿的硫含量最高可达 4.5%,现行标准已无法满足钨行业上下游客户对产品中硫含量的检测要求。而且硫作为影响钨精矿产品质量的重要元素,对硫含量的准确测定也有了进一步的严格要求。鉴于此,很有必要对 GB/T 6150.4—2008 进行修订,确保该标准适应行业变化和满足市场需求。

本文件通过增加燃烧—碘量法,弥补了高频感应红外吸收法测定范围较窄的不足,扩大了方法测定范围,更符合钨行业对产品检测的需求。同时改变了高频感应红外吸收法中铁、锡助熔剂的称样量,解决了测定过程中试料飞溅的问题。本文件进一步提高了标准的适用性和准确性,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4部分：硫含量的测定

高频感应红外吸收法和燃烧-碘量法

1 范围

本文件描述了钨精矿中硫含量的测定方法。

本文件适用于钨精矿中硫含量的测定,包含两个方法(方法一:高频感应红外吸收法;方法二:燃烧-碘量法)。方法一测定范围(质量分数):0.10%~4.00%;方法二测定范围(质量分数):1.00%~10.00%。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 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:高频感应红外吸收法

4.1 原理

试料在助熔剂的存在下,于高频感应炉中通入氧气,使试料中的硫在高温熔融环境下燃烧转变成二氧化硫,导入红外检测器后信号经计算机处理测得试料中的硫含量。

4.2 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。

4.2.1 纯铁助熔剂($w_s \leq 0.000\ 5\%$)。

4.2.2 锡助熔剂($w_s \leq 0.000\ 5\%$)。

4.2.3 钨助熔剂($w_s \leq 0.000\ 3\%$)。

4.2.4 硫有证标准物质/标准样品:硫含量大于或与待测样品相近的可溯源标准物质。

4.2.5 氧气(体积分数不小于99.95%)。

4.2.6 碳硫仪专用坩埚:使用前置于1 000 °C马弗炉中灼烧4 h,自然冷却至室温后取出并置于干燥器中备用。