



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 6150.13—2008  
代替 GB/T 6150.15—1985

GB/T 6150.13—2008

## 钨精矿化学分析方法 砷量的测定 氢化物原子吸收光谱法 和 DDTC-Ag 分光光度法

Methods for chemical analysis of tungsten concentrates—  
Determination of arsenic content—  
Hydride reduction atomic absorption spectrometry  
and the silver diethyldithiocarbamate(DDTC-Ag) photometry

中华人民共和国  
国家标准  
钨精矿化学分析方法  
砷量的测定 氢化物原子吸收光谱法  
和 DDTC-Ag 分光光度法  
GB/T 6150.13—2008

中国标准出版社出版发行  
北京复兴门外三里河北街16号  
邮政编码:100045

网址 www.spc.net.cn  
电话:68523946 68517548

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷  
各地新华书店经销

开本 880×1230 1/16 印张 0.75 字数 14 千字  
2008年8月第一版 2008年8月第一次印刷

书号: 155066·1-32895 定价 14.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换  
版权专有 侵权必究  
举报电话:(010)68533533



GB/T 6150.13-2008

2008-06-17 发布

2008-12-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局  
中国国家标准化管理委员会 发布

16 精密度

16.1 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,在以下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( $r$ )按以下数据采用线性内插法求得:

砷的质量分数(%): 0.062 0.11 0.17  
 重复性限  $r$  (%): 0.004 6 0.012 0.025

16.2 允许差

实验室之间分析结果的差值不应大于表3所列允许差。

表 3

砷的质量分数/%	允许差/%
0.010~0.020	0.004
>0.020~0.050	0.007
>0.050~0.10	0.012
>0.10~0.15	0.02
>0.15~0.20	0.03
>0.20~0.30	0.04
>0.30~0.40	0.06
>0.40~0.50	0.08

17 质量保证和控制

应用国家级标准样品或行业标准样品(当两者都没有时,也可用控制样品代替),每周或每两周校核一次本分析方法标准的有效性。当过程失控时,应找出原因,纠正错误后,重新进行校核。

前 言

GB/T 6150《钨精矿化学分析方法》分为17部分:

- GB/T 6150.1 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
- GB/T 6150.2 钨精矿化学分析方法 锡量的测定 碘酸钾容量法和氢化物原子吸收光谱法
- GB/T 6150.3 钨精矿化学分析方法 磷量的测定 磷钼黄分光光度法
- GB/T 6150.4 钨精矿化学分析方法 硫量的测定 高频红外吸收法
- GB/T 6150.5 钨精矿化学分析方法 钙量的测定 EDTA 容量法和原子吸收光谱法
- GB/T 6150.6 钨精矿化学分析方法 湿存水量的测定 重量法
- GB/T 6150.7 钨精矿化学分析方法 钽铌量的测定 等离子体发射光谱法和分光光度法
- GB/T 6150.8 钨精矿化学分析方法 钼量的测定 硫氰酸盐分光光度法
- GB/T 6150.9 钨精矿化学分析方法 铜量的测定 火焰原子吸收光谱法
- GB/T 6150.10 钨精矿化学分析方法 铅量的测定 火焰原子吸收光谱法
- GB/T 6150.11 钨精矿化学分析方法 锌量的测定 火焰原子吸收光谱法
- GB/T 6150.12 钨精矿化学分析方法 二氧化硅量的测定 硅钼蓝分光光度法和重量法
- GB/T 6150.13 钨精矿化学分析方法 砷量的测定 氢化物原子吸收光谱法和 DDTC-Ag 分光光度法

光度法

- GB/T 6150.14 钨精矿化学分析方法 锰量的测定 硫酸亚铁铵容量法和火焰原子吸收光谱法
- GB/T 6150.15 钨精矿化学分析方法 铋量的测定 火焰原子吸收光谱法
- GB/T 6150.16 钨精矿化学分析方法 铁量的测定 磺基水杨酸分光光度法
- GB/T 6150.17 钨精矿化学分析方法 铈量的测定 氢化物原子吸收光谱法

本部分为 GB/T 6150 的第 13 部分。

本部分代替 GB/T 6150.15—1985《钨精矿化学分析方法 DDTC-Ag 光度法测定砷量》。

本部分与 GB/T 6150.15—1985 相比主要变化如下:

- 测定方法由原来的过氧化钠熔融,酒石酸浸取改为硫酸-硫酸铵分解,柠檬酸络合杂质;
- 增加了氢化物原子吸收光谱法;
- 扩大了检测范围,检测范围由 0.010%~0.50%改为 0.005%~0.50%;
- 增加了重复性条款。

砷的质量分数在 0.010%~0.50%范围内,仲裁时推荐采用方法 2。

本部分由中国有色金属工业协会提出。

本部分由全国有色金属标准化技术委员会归口。

本部分由赣州有色冶金研究所、中国有色金属工业标准计量质量研究所负责起草。

本部分由赣州有色冶金研究所起草。

本部分由株洲硬质合金集团有限公司、崇义章源钨制品有限公司参加起草。

本部分主要起草人:陈涛、潘建忠、张江峰。

本部分主要验证人:王璇、邹容。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为:

- GB/T 6150.15—1985。

## 12 试剂

除非另有说明,在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和蒸馏水或去离子水或相当纯度的水。

- 12.1 硫酸铵。
- 12.2 无砷锌粒。
- 12.3 硫酸( $\rho$ 1.84 g/mL)。
- 12.4 三氯甲烷。
- 12.5 氨水( $\rho$ 0.88 g/mL)。
- 12.6 二乙基二硫代氨基甲酸银(DDTC-Ag):如无商品试剂,可自行制备。其方法是:在不断搅拌下,将一定体积的硝酸银溶液(17 g/L)徐徐倾入等体积的二乙基二硫代氨基甲酸银溶液(23 g/L)中。沉淀用水倾洗三次,过滤,用水洗涤三次,将沉淀移入表面皿中,风干或置于干燥器中干燥后,贮存于棕色瓶中。有效期限为半年。
- 12.7 柠檬酸溶液(500 g/L)。
- 12.8 酒石酸溶液(300 g/L)。
- 12.9 硫酸溶液(1+1)。
- 12.10 氯化亚锡溶液:称取 20 g 氯化亚锡( $\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ )置于 150 mL 烧杯中,加入 25 mL 盐酸( $\rho$ 1.19 g/mL),微热溶解,冷却,用水稀释到 100 mL,加入 1 粒高纯锡。贮存于棕色瓶中。有效期限为 15 天。
- 12.11 碘化钾溶液(300 g/L):称取 30 g 碘化钾置于 150 mL 烧杯中,加入约 70 mL 水溶解,加 4 滴氢氧化钠溶液(200 g/L),用水稀释到 100 mL,贮存于棕色瓶中。
- 12.12 砷化氢吸收液:称取 2 g DDTC-Ag 于已盛有 500 mL 三氯甲烷-三乙醇胺混合液[485 mL 三氯甲烷(12.4)中,加入 15 mL 三乙醇胺,混匀]的磨口棕色瓶中,盖上磨口塞,激烈振摇,放置过夜使其完全溶解,过滤后使用。
- 12.13 乙酸铅脱脂棉:将脱脂棉浸入盛有乙酸铅-乙酸混合液(100 mL 乙酸铅-乙酸混合液中含 10 g 乙酸铅,0.5 mL 乙酸)的烧杯中,取出挤干,在 105℃干燥箱中烘干备用。
- 12.14 砷标准贮存溶液:称取预先在 105℃烘 1.5 h~2 h 并在干燥器中冷至室温的 0.132 0 g 三氧化二砷[ $w(\text{As}_2\text{O}_3) \geq 99.95\%$ ]于 100 mL 烧杯中,加入 10 mL 氢氧化钠溶液(100 g/L)溶解完全后,加入 40 mL 水、1 滴酚酞指示剂,用硫酸溶液(12.9)中和至无色后过量 12 滴,冷却,移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 0.1 mg 砷。
- 12.15 砷标准溶液:移取 20.00 mL 砷标准贮存溶液(12.14)于 1 000 mL 的容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀,此溶液 1 mL 含 2  $\mu\text{g}$  砷。

## 13 试样

- 13.1 试样粒度小于 0.074 mm。
- 13.2 试样预先在 105℃~110℃烘 2 h,置于干燥器中冷却至室温。

## 14 分析步骤

### 14.1 试料

按表 2 称取试样(13),精确到 0.000 1 g。

## 钨精矿化学分析方法 砷量的测定 氢化物原子吸收光谱法 和 DDTC-Ag 分光光度法

**警告**——使用本部分的人员应有正规实验室工作的实践经验。本部分并未指出所有可能的安全问题。使用者有责任采取适当的安全和健康措施,并符合国家有关法规规定的条件。

### 方法 1 氢化物原子吸收光谱法

#### 1 范围

本方法规定了钨精矿中砷含量的测定方法。

本方法适用于钨精矿中砷含量的测定。测定范围(质量分数):0.005%~0.50%。

#### 2 方法提要

试料经硫酸-硫酸铵分解,在氨性介质中用柠檬酸络合钨、铁、锰等,用抗坏血酸预还原五价的砷为三价的砷,试液在盐酸介质中,经流动注射氢化物发生器与原子吸收光谱仪联用测定砷量。

#### 3 试剂

除非另有说明,在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和蒸馏水或去离子水或相当纯度的水。

- 3.1 硫酸铵。
- 3.2 硫酸( $\rho$ 1.84 g/mL)。
- 3.3 盐酸( $\rho$ 1.19 g/mL),优级纯。
- 3.4 氨水( $\rho$ 0.88 g/mL)。
- 3.5 柠檬酸溶液(500 g/L)。
- 3.6 硫酸溶液(1+1)。
- 3.7 柠檬酸-硫酸铵底液:称取 40 g 柠檬酸,加入 140 mL 硫酸溶液(3.6),加入 200 mL 水,用氨水(3.4)中和到 pH5~6,冷却,用水稀释到 1 000 mL。
- 3.8 硫脲-抗坏血酸预还原液:称取 5 g 硫脲和 5 g 抗坏血酸溶于 100 mL 水中。用时现配。
- 3.9 硼氢化钾溶液:称取 15 g 硼氢化钾和 2 g 氢氧化钠,溶于水中,用水稀释到 1 000 mL。用时现配。
- 3.10 砷标准贮存溶液:称取 0.100 0 g 砷[ $w(\text{As}) \geq 99.95\%$ ]于 250 mL 烧杯中,加入 20 mL 硫酸(3.2),置电炉上加热至完全溶解,冷却后在不断搅拌下缓慢加入 20 mL 水,加热溶解,冷却后移入 100 mL 的容量瓶中,以硫酸溶液(3.6)稀释至刻度,摇匀,此溶液 1 mL 含 1.0 mg 砷。
- 3.11 砷标准溶液 A:移取 10.00 mL 砷标准贮存溶液(3.10)于 1 000 mL 的容量瓶中,以硫酸溶液(3.6)稀释至刻度,混匀,此溶液 1 mL 含 10  $\mu\text{g}$  砷。
- 3.12 砷标准溶液 B:移取 10.00 mL 砷标准溶液 A(3.11)于 200 mL 的容量瓶中,用柠檬酸-硫酸铵底液(3.7)稀释至刻度,混匀,此溶液 1 mL 含 0.5  $\mu\text{g}$  砷。

#### 4 仪器

- 4.1 原子吸收光谱仪,附砷空心阴极灯。

当仪器和氢化物发生器联用时,在仪器最佳工作条件下,凡能达到下列指标者均可使用: