



中华人民共和国国家标准

GB 6150.1~6150.19-85

钨精矿化学分析方法

Methods for chemical analysis
of tungsten concentrates

1985-06-21发布

1986-06-01实施

国家标准局 批准

钨精矿化学分析方法

DDTC-Ag光度法测定砷量

Methods for chemical analysis of tungsten concentrates
The silver diethyldithiocarbamate photometric method
for the determination of arsenic content

本标准适用于钨精矿中砷量的测定。测定范围：0.01~0.50%。

本标准遵守GB 1467-78《冶金产品化学分析方法标准的总则及一般规定》。

1 方法提要

试样经过氧化钠熔融，酒石酸溶液浸取，砷呈五价状态进入溶液。先以氯化亚锡和碘化钾将砷还原成亚砷酸，再加锌粒使发生砷化氢气体。将砷化氢气体导入显色剂DDTC-Ag吸收液中，于分光光度计波长530nm处测量其吸光度。

2 试剂

2.1 盐酸（比重1.19）。

2.2 过氧化钠。

2.3 无砷锌粒（粒度10~20目）。

2.4 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（1.7%）徐徐倾入等体积的二乙基二硫代氨基甲酸钠溶液（2.3%）中。沉淀用水倾洗三次，过滤，用水洗涤3次，用玻棒将漏斗上的沉淀移入表皿中，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。

2.5 酒石酸溶液（40%）。

2.6 酒石酸溶液（30%）。

2.7 硫酸（1+1）。

2.8 氯化亚锡溶液（20%）：称取20g氯化亚锡（ $\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ）置于150ml烧杯中，加入25ml盐酸（2.1），微热溶解，冷却，用水稀释至100ml，加入1粒高纯锡。贮存于棕色瓶中。有效期限为15d。

2.9 碘化钾溶液（30%）：称取30g碘化钾，置于150ml烧杯中，加入约70ml水溶解，加4滴氢氧化钠溶液（20%），用水稀释至100ml，贮存于棕色瓶中。

2.10 三氯甲烷。

2.11 砷化氢吸收溶液：称取2gDDTC-Ag于已盛有500ml三氯甲烷-三乙醇胺混合溶液〔485ml三氯甲烷（2.10）中，加入15ml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。

2.12 乙酸铅脱脂棉：将脱脂棉浸入已盛有乙酸铅-乙酸混合溶液（100ml中含乙酸铅10g，乙酸0.5ml）的烧杯中，取出挤干，在105℃干燥箱中烘干备用。

2.13 砷标准贮存溶液：称取0.1320g纯三氧化二砷（99.95%以上），置于100ml烧杯中，加入