



中华人民共和国国家标准

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

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

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

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 |
| 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。

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(ρ 1.84 g/mL)。

3.3 盐酸(ρ 1.19 g/mL),优级纯。

3.4 氨水(ρ 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 μg 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 μg 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: