



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 6150.13—2022

代替 GB/T 6150.13—2008

## 钨精矿化学分析方法 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

Methods for chemical analysis of tungsten concentrates—  
Part 13: Determination of arsenic content—  
Atomic fluorescence spectrometry and  
the silver diethyldithiocarbamate (DDTC-Ag) spectrophotometry

2022-10-12 发布

2023-02-01 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 13 部分。GB/T 6150 已经发布了以下部分：

- 三氧化钨量的测定 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；
- 磷量的测定 磷钼黄分光光度法；
- 硫量的测定 高频红外吸收法；
- 钙量的测定 EDTA 容量法和火焰原子吸收光谱法；
- 湿存水量的测定 重量法；
- 钽铌量的测定 等离子体发射光谱法和分光光度法；
- 钼量的测定 硫氰酸盐分光光度法；
- 铜量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 铅量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 锌量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 二氧化硅量的测定 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；
- 铋量的测定 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。

本文件代替 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》，与 GB/T 6150.13—2008 相比，除结构调整和编辑性改动外，主要技术变化如下：

- a) 更改了检测方法，由氢化物原子吸收光谱法更改为原子荧光光谱法，测定范围由 0.005%~0.50% 更改为 0.0010%~0.20%（见第 1 章和第 4 章，2008 年版的第 1 章）；
- b) 将允许差更改为再现性（见 4.7.3、5.7.2，2008 年版的 8.2、16.2）；
- c) 增加了“试验报告”一章（见第 6 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、湖南柿竹园有色金属有限责任公司郴州钨制品分公司、金堆城钼业股份有限公司、湖南柿竹园有色金属有限责任公司、江西省钨与稀土产品质量监督检验中心、赣州华兴钨制品有限公司、国标(北京)检验认证有限公司、长沙矿冶研究院有限责任公司。

本文件主要起草人：赖剑、陈涛、张文星、黎英、侯贵琼、苏雄、张碧兰、刘鸿、钟莹、吕平、田新、杨炳红、王长基、张元霞、郭玉、郭辉。

本文件及其所代替文件的历次版本发布情况为：

- 1985 年首次发布为 GB 6150.15—1985；
- 2008 年第一次修订为 GB/T 6150.13—2008；
- 本次为第二次修订。

## 引 言

钨精矿是一种重要的战略资源,以其作为重要工业原料生产的钨及钨合金,由于具有高熔点、高比重、高硬度的特点,广泛应用于机械加工、冶金、采矿、电子通信、建筑业、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;
- 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-红外吸收法和燃烧-碘量法;
- 第 5 部分:钙含量的测定 EDTA 容量法和火焰原子吸收光谱法;
- 第 6 部分:湿存水含量的测定 重量法;
- 第 7 部分: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;
- 第 9 部分:铜含量的测定 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;
- 第 11 部分:锌含量的测定 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;
- 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;
- 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;
- 第 16 部分:铁含量的测定 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;
- 第 19 部分:氟含量的测定 离子选择电极法;
- 第 20 部分:汞含量的测定 分光光度法。

钨精矿化学分析方法系列标准化文件主要依据钨精矿产品标准中技术指标而起草。自 1985 年以来,先后发布了 2 个版本的 GB/T 6150。GB/T 6150.13—2008 发布实施已十余年,期间其适用的 YS/T 231 产品标准已于 2015 年进行了一次修订,各项技术指标都有了新的变化,钨行业上下游客户对产品检测也有了新的要求,分析检测技术也有了发展和进步,国家对各行业的环保也有了进一步的严格要求。鉴于此,确有必要对 GB/T 6150.13—2008 进行修订,确保标准适应行业变化和市场需求。

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意义。

# 钨精矿化学分析方法

## 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

#### 1 范围

本文件规定了钨精矿中砷含量的测定方法。包括原子荧光光谱法(方法一)和 DDTC-Ag 分光光度法(方法二)。

本文件适用于钨精矿中砷含量的测定。方法一测定范围(质量分数):0.0010%~0.20%;方法二测定范围(质量分数):0.010%~0.50%。测定范围重叠部分以方法一为仲裁方法。

#### 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 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

#### 3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

#### 4 方法一：原子荧光光谱法

##### 4.1 原理

试料经硫酸-硫酸铵分解,在氨水介质中用柠檬酸络合钨、铁、锰等,用硫脲-抗坏血酸预还原五价砷到三价砷。在氢化物发生器中,砷被硼氢化钾还原为氢化物,于原子荧光光谱仪上测定其荧光强度。

##### 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 水,GB/T 6682,二级。

4.2.2 硫酸铵。

4.2.3 硫酸( $\rho=1.84$  g/mL)。

4.2.4 盐酸( $\rho=1.19$  g/mL),优级纯。

4.2.5 氨水( $\rho=0.88$  g/mL)。

4.2.6 柠檬酸溶液(500 g/L)。

4.2.7 硫酸(1+1)。