

# 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 发布  
国家标准化管理委员会

## 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:锑含量的测定 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)。

4.2.8 柠檬酸-碘化钾溶液:称取 20 g 柠檬酸,5 g 碘化钾,加水溶解,以水稀释至 100 mL,混匀。用时现配。

4.2.9 硫脲-抗坏血酸溶液:分别称取 10 g 硫脲和 10 g 抗坏血酸,用水溶解后,以水稀释至 100 mL,混匀。用时现配。

4.2.10 硼氢化钾溶液:称取 10 g 硼氢化钾溶于已加有 2.5 g 氢氧化钾的 500 mL 水中,用时现配。

4.2.11 砷标准贮存溶液:采用国内外可量值溯源的有证溶液配制成 1 mL 含 100  $\mu\text{g}$  砷的贮存溶液或称取 0.132 0 g 三氧化二砷 [ $w(\text{As}_2\text{O}_3) > 99.95\%$ , 120  $^\circ\text{C}$  烘 2 h 冷却至室温] 置于 100 mL 烧杯中,加入 10 mL 氢氧化钠溶液 (10 g/L), 微热溶解完全后,加入 40 mL 水、1 滴酚酞指示剂 (10 g/L), 用硫酸 (4.2.7) 中和至无色后过量 12 滴,冷却至室温,移入 1 000 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 100  $\mu\text{g}$  砷。

4.2.12 砷标准溶液:移取 50 mL 砷标准贮存溶液 (4.2.11) 于 1 000 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 5  $\mu\text{g}$  砷。

4.2.13 氩气,体积分数大于 99.99%。

### 4.3 仪器设备

4.3.1 原子荧光光谱仪。在仪器最佳工作条件下,满足下列指标的原子荧光光谱仪均可使用:

——检出限:不大于 1 ng/mL;

——工作曲线线性:将工作曲线浓度等分成五段,最高段的荧光强度差值与最低段的荧光强度差值的比应不小于 0.90;

——精密度:最高浓度标准溶液荧光强度及“零”浓度溶液荧光强度相对于最高浓度标准溶液荧光强度平均值的变异系数应分别不大于 5.0% 和 1.0%。

4.3.2 砷高性能灯。

### 4.4 样品

4.4.1 粒度小于 0.074 mm。

4.4.2 预先在 105  $^\circ\text{C}$  ~ 110  $^\circ\text{C}$  烘 2 h,置于干燥器中冷却至室温。

### 4.5 试验步骤

#### 4.5.1 试料

称取 0.10 g 样品 (4.4),精确至 0.000 1 g。

#### 4.5.2 平行试验

平行进行两次试验,取算术平均值。

#### 4.5.3 空白试验

随同试料 (4.5.1) 进行空白试验。

#### 4.5.4 分析试液的制备

4.5.4.1 将试料 (4.5.1) 置于 250 mL 烧杯中,加入 1 g 硫酸铵 (4.2.2),摇匀,再加入 7 mL 硫酸 (4.2.3),在高温电炉上加热分解 (如分解后试料还有黑色物质,取下冷却,小心滴加几滴浓硝酸,继续加热分解),冒烟浓缩至体积为 1 mL ~ 2 mL,取下冷却后,用少量水吹洗杯壁和表面皿,加入 8 mL 柠檬酸溶液 (4.2.6)、20 mL 氨水 (4.2.5),加入 40 mL 水,加热使溶液微沸 10 min,取下,冷却后,将溶液移入

100 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。

4.5.4.2 按表 1 分取试液(4.5.4.1)于 100 mL 容量瓶中,加入 20 mL 柠檬酸-碘化钾溶液(4.2.8)、10 mL 硫脲-抗坏血酸溶液(4.2.9)、15 mL 盐酸(4.2.4),以水稀释至刻度,混匀,静置 30 min,待测。

表 1 试液分取体积

砷含量(质量分数)/%	移取试液体积/mL	测定体积/mL
0.0010~0.010	20.00	100
>0.010~0.10	10.00	100
>0.10~0.20	5.00	100

#### 4.5.5 系列标准溶液的配制

分别移取 0 mL、0.20 mL、0.50 mL、1.00 mL、1.50 mL、2.00 mL 砷标准溶液(4.2.12)于 6 个 100 mL 容量瓶中,各加入 20 mL 柠檬酸-碘化钾溶液(4.2.8)、10 mL 硫脲-抗坏血酸溶液(4.2.9)、15 mL 盐酸(4.2.4),以水稀释至刻度,混匀,静置 30 min,待测。

#### 4.5.6 测定

将系列标准溶液(4.5.5)、空白试液、分析试液(4.5.4.2)在硼氢化钾溶液(4.2.10)的还原作用下,以氩气(4.2.13)做载气依次在原子荧光光谱仪上测定其荧光强度。以系列标准溶液的砷质量浓度为横坐标,荧光强度为纵坐标,绘制工作曲线。根据分析试液的荧光强度,从工作曲线上查出其砷的质量浓度。

#### 4.6 试验数据处理

砷含量以砷的质量分数  $w_{As}$  计,按公式(1)计算:

$$w_{As} = \frac{(\rho_1 - \rho_0)V_0V_2}{m_0V_1 \times 10^6} \times 100\% \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中:

$w_{As}$  ——样品的砷含量(质量分数);

$\rho_1$  ——自工作曲线上查得分析试液中砷的质量浓度,单位为微克每毫升( $\mu\text{g/mL}$ );

$\rho_0$  ——自工作曲线上查得空白试液中砷的质量浓度,单位为微克每毫升( $\mu\text{g/mL}$ );

$V_0$  ——试液定容的体积,单位为毫升(mL);

$V_2$  ——试液测定的体积,单位为毫升(mL);

$m_0$  ——试料的质量,单位为克(g);

$V_1$  ——试液分取的体积,单位为毫升(mL)。

计算结果保留两位有效数字,按 GB/T 8170 的规定修约。

#### 4.7 精密度

##### 4.7.1 重复性

在同一实验室,由同一操作者使用相同设备,按相同的测试方法,并在短时间内对同一被测对象相互独立进行测试获得的两次独立测试结果的测定值,在表 2 给出的平均值的范围内,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( $r$ )按表 2 数据采用线性内插法或外延法求得。精密度试验原始数据见附录 A。

表 2 重复性限(方法一)

$w_{As}/\%$	0.006 8	0.031	0.042	0.059	0.15	0.17
$r/\%$	0.000 8	0.003	0.005	0.004	0.02	0.02

#### 4.7.2 再现性

在不同的实验室,由不同的操作者使用不同的设备,按相同的测试方法,对同一被测对象相互独立进行测试获得的两次独立测试结果的测定值,在表 3 给出的平均值的范围内,这两个测试结果的绝对差值不超过再现性限( $R$ ),超过再现性限( $R$ )的情况不超过 5%,再现性限( $R$ )按表 3 数据采用线性内插法或外延法求得。精密度试验原始数据见附录 A。

表 3 再现性限(方法一)

$w_{As}/\%$	0.006 8	0.031	0.042	0.059	0.15	0.17
$R/\%$	0.001 2	0.005	0.008	0.014	0.03	0.04

## 5 方法二:DDTC-Ag 分光光度法

### 5.1 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,用氯化亚锡和碘化钾将五价砷还原成亚砷酸,再加入锌粒使其产生砷化氢气体。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 530 nm 处测量其吸光度。

### 5.2 试剂或材料

除另有说明,在分析中仅使用确认为分析纯的试剂。

5.2.1 水,GB/T 6682,二级。

5.2.2 硫酸铵。

5.2.3 无砷锌粒。

5.2.4 硫酸( $\rho=1.84$  g/mL)。

5.2.5 三氯甲烷。

5.2.6 氨水( $\rho=0.88$  g/mL)。

5.2.7 二乙基二硫代氨基甲酸银(DDTC-Ag):在不断搅拌下,将一定体积的硝酸银溶液(17 g/L)缓慢加入等体积的二乙基二硫代氨基甲酸钠溶液(23 g/L)中。沉淀用水清洗 3 次,过滤,用水洗涤 3 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。

5.2.8 柠檬酸溶液(500 g/L)。

5.2.9 酒石酸溶液(300 g/L)。

5.2.10 硫酸(1+1)。

5.2.11 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 25 mL 盐酸( $\rho=1.19$  g/mL),微热溶解完全后,冷却至室温,用水稀释到 100 mL 容量瓶中,加入 1 粒纯锡。贮存于棕色瓶中。有效期限为 15 d。

5.2.12 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,加入 4 滴

氢氧化钠溶液(20 g/L),用水稀释至 100 mL,贮存于棕色瓶中。

5.2.13 砷化氢吸收液:称取 2 g[二乙基二硫代氨基甲酸银(DDTC-Ag)](5.2.7)放入盛有 500 mL 三氯甲烷-三乙醇胺混合液(485 mL 三氯甲烷溶液中,加入 15 mL 三乙醇胺,混匀)的棕色磨口瓶中,盖上磨口塞,激烈振摇,放置过夜使其完全溶解,过滤后使用。

5.2.14 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 °C 干燥箱中烘干备用。

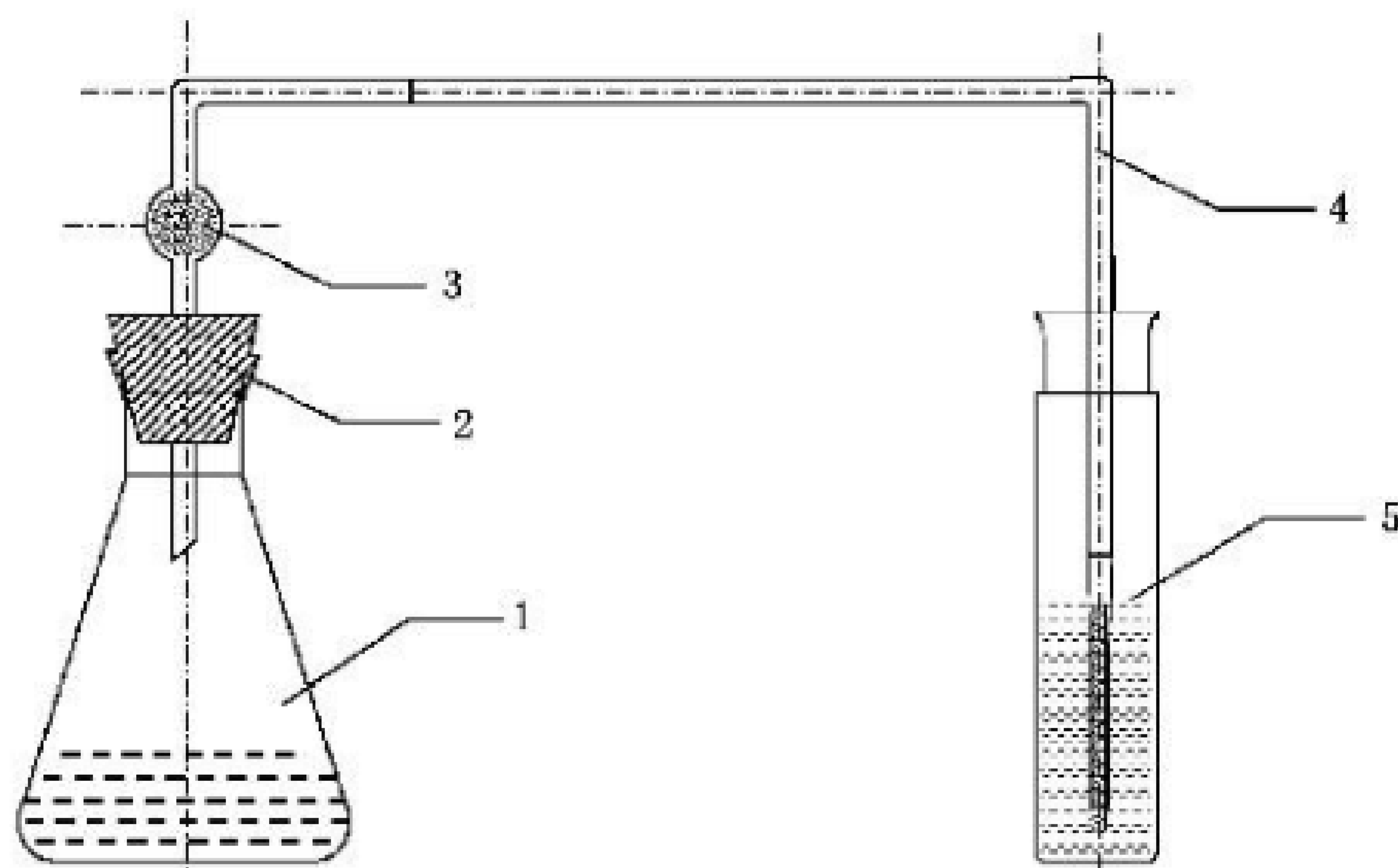
5.2.15 砷标准贮存溶液:采用国内外可量值溯源的有证溶液配制成 1 mL 含 100  $\mu\text{g}$  砷的贮存溶液或称取 0.132 0 g 三氧化二砷 [ $w(\text{As}_2\text{O}_3) > 99.95\%$ , 120 °C 烘 2 h 冷却至室温]置于 100 mL 烧杯中,加入 10 mL 氢氧化钠溶液(10 g/L),微热溶解完全后,加入 40 mL 水、1 滴酚酞指示剂(10 g/L),用硫酸(5.2.10)中和至无色后过量 12 滴,冷却至室温,移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 100  $\mu\text{g}$  砷。

5.2.16 砷标准溶液:移取砷标准贮存溶液(5.2.15)50 mL 于 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 5  $\mu\text{g}$  砷。

### 5.3 仪器设备

5.3.1 分光光度计。

5.3.2 砷化氢气体发生器,见图 1。



标引序号说明:

- 1——砷化氢气体发生瓶(100 mL 锥形瓶);
- 2——连有玻璃导气管的无硫橡皮塞或连接导管的磨口塞;
- 3——乙酸铅脱脂棉(玻璃球内径 15 mm);
- 4——玻璃导气管(内径 6 mm~8 mm,出口处内径 0.5 mm);
- 5——砷化氢气体吸收管(10 mL 带磨口塞比色管)。

图 1 砷化氢气体发生器

### 5.4 样品

5.4.1 粒度小于 0.074 mm。

5.4.2 预先在 105 °C~110 °C 烘 2 h,置于干燥器中冷却至室温。

### 5.5 试验步骤

#### 5.5.1 试料

按表 4 称取样品(5.4),精确至 0.000 1 g。

表4 称样量及移取试液体积

砷含量(质量分数)/%	试料质量/g	移取试液体积/mL	补加水体积/mL
0.010~0.050	0.50	20.00	2
>0.050~0.20	0.20	10.00	12
>0.20~0.50	0.10	5.00	17

### 5.5.2 平行试验

平行进行两次试验,取算术平均值。

### 5.5.3 空白试验

随同试料进行空白试验。

### 5.5.4 分析试液的制备

5.5.4.1 将试料(5.5.1)置于 250 mL 烧杯中,加入 1 g 硫酸铵(5.2.2),摇匀,再加入 7 mL 硫酸(5.2.4),在高温电炉上加热分解,冒烟浓缩至体积为 1 mL~2 mL,取下冷却后,用少量水吹洗杯壁和表面皿,加入 8 mL 柠檬酸溶液(5.2.8),20 mL 氨水(5.2.6),加入 40 mL 水,加热煮沸 10 min,取下,冷却后,将溶液移入至 100 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。

5.5.4.2 按表 4 移取试液(5.5.4.1)并补加水于砷化氢发生瓶中,加入 6 mL 酒石酸溶液(5.2.9),6 mL 硫酸(5.2.10),冷却至室温,加入 3 mL 氯化亚锡溶液(5.2.11)、3 mL 碘化钾溶液(5.2.12),混匀。放置 15 min,同时移取 10 mL 砷化氢吸收液(5.2.13)于吸收管中,加入 5 g 无砷锌粒(5.2.3)于砷化氢发生瓶中,立即塞紧连有玻璃导气管[内装有乙酸铅脱脂棉(5.2.14)]的橡皮塞,吸收 40 min。

5.5.4.3 取出导气管,用数滴三氯甲烷(5.2.5)洗涤管尖并稀释至 10 mL。盖紧磨口塞,混匀,待测。

### 5.5.5 系列标准溶液的配制

分别移取 0 mL、0.50 mL、1.00 mL、2.00 mL、4.00 mL、6.00 mL 砷标准溶液(5.2.16)于一组砷化氢发生瓶中,补加水至 22 mL,加入 6 mL 酒石酸溶液(5.2.9)、6 mL 硫酸(5.2.10),冷却至室温,加入 3 mL 氯化亚锡溶液(5.2.11)、3 mL 碘化钾溶液(5.2.12),混匀。放置 15 min,同时移取 10 mL 砷化氢吸收液(5.2.13)于吸收管中,加入 5 g 无砷锌粒(5.2.3)于砷化氢发生瓶中,立即塞紧连有玻璃导气管[内装有乙酸铅脱脂棉(5.2.14)]的橡皮塞,吸收 40 min。然后按 5.5.4.3 进行,制得系列标准溶液。

### 5.5.6 测定

依次将系列标准溶液(5.5.5)、空白试液、分析试液(5.5.4.3)的部分试液移入 1 cm 比色皿中,以随同试料的空白为参比,于分光光度计波长 530 nm 处测量其吸光度。以系列标准溶液的砷的质量浓度为横坐标,对应的吸光度为纵坐标绘制工作曲线。根据分析试液的吸光度,从工作曲线上查出相应的砷的质量浓度。

## 5.6 试验数据处理

砷含量以砷的质量分数  $w_{As}$  计,按公式(2)计算:

$$w_{As} = \frac{m_1 V_1}{m V_2 \times 10^6} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中：

$w_{As}$ ——样品的砷含量(质量分数)；

$m_1$ ——自工作曲线上查得分析试液中砷的质量,单位为微克( $\mu\text{g}$ )；

$V_1$ ——试液总体积,单位为毫升(mL)；

$m$ ——试料的质量,单位为克(g)；

$V_2$ ——试液分取的体积,单位为毫升(mL)。

计算结果保留两位有效数字,按 GB/T 8170 的规定修约。

## 5.7 精密度

### 5.7.1 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,在表 5 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( $r$ )按表 5 数据采用线性内插法或外延法求得。精密度试验原始数据见附录 A。

表 5 重复性限(方法二)

$w_{As}/\%$	0.060	0.14	0.37
$r/\%$	0.005	0.02	0.03

### 5.7.2 再现性

在再现性条件下获得的两次独立测试结果的测定值,在表 6 给出的平均值范围内,这两个测试结果的绝对差值不超过再现性限( $R$ ),超过再现性限( $R$ )的情况不超过 5%,再现性限( $R$ )按表 6 数据采用线性内插法或外延法求得。精密度试验原始数据见附录 A。

表 6 再现性限(方法二)

$w_{As}/\%$	0.060	0.14	0.37
$R/\%$	0.014	0.04	0.06

## 8 试验报告

试验报告应包括以下内容：

- 试验对象；
- 本文件编号；
- 所使用的方法；
- 分析结果及其表示；
- 观测到的异常现象；
- 试验日期。

附 录 A  
(资料性)  
精密度试验原始数据

A.1 氢化物发生-原子荧光光谱法精密度数据是在 2020 年~2021 年由 8 家实验室对砷含量的 6 个不同水平样品进行共同试验确定的。每个实验室对每个水平的砷含量在重复性条件下独立测定 11 次。试验原始数据见表 A.1。

表 A.1 精密度试验原始数据(方法一)

实验室	测定数	$w_{As}/\%$					
		水平 1	水平 2	水平 3	水平 4	水平 5	水平 6
1	1	0.14	0.057	0.006 9	0.039	0.029	0.18
	2	0.15	0.059	0.006 7	0.041	0.03	0.17
	3	0.15	0.056	0.006 8	0.043	0.03	0.17
	4	0.15	0.058	0.006 7	0.042	0.029	0.17
	5	0.15	0.057	0.006 8	0.043	0.032	0.17
	6	0.14	0.058	0.007 1	0.040	0.03	0.17
	7	0.15	0.058	0.007 1	0.044	0.029	0.17
	8	0.14	0.058	0.006 9	0.043	0.029	0.17
	9	0.15	0.056	0.007 0	0.045	0.03	0.17
	10	0.14	0.060	0.006 6	0.041	0.031	0.18
	11	0.15	0.059	0.006 9	0.043	0.030	0.18
2	1	0.15	0.067	0.006	0.04	0.033	0.20
	2	0.17	0.064	0.006 2	0.039	0.031	0.19
	3	0.16	0.069	0.007 2	0.036	0.033	0.20
	4	0.16	0.072	0.006 5	0.036	0.03	0.20
	5	0.16	0.068	0.006 8	0.041	0.035	0.19
	6	0.15	0.073	0.007 2	0.036	0.034	0.21
	7	0.16	0.071	0.006 1	0.041	0.034	0.21
	8	0.15	0.067	0.006 8	0.039	0.033	0.20
	9	0.16	0.069	0.006 5	0.039	0.031	0.19
	10	0.16	0.067	0.006 4	0.041	0.030	0.20
	11	0.16	0.068	0.006 6	0.042	0.031	0.19
3	1	0.14	0.063	0.007 1	0.041	0.034	0.16
	2	0.14	0.062	0.007 2	0.044	0.034	0.16
	3	0.14	0.061	0.006 9	0.042	0.035	0.17
	4	0.15	0.061	0.007 1	0.041	0.033	0.16

表 A.1 精密度试验原始数据(方法一)(续)

实验室	测定数	$w_{As}/\%$					
		水平 1	水平 2	水平 3	水平 4	水平 5	水平 6
3	5	0.14	0.059	0.006 9	0.043	0.033	0.17
	6	0.14	0.060	0.007 6	0.042	0.032	0.16
	7	0.14	0.060	0.007 4	0.040	0.033	0.15
	8	0.15	0.060	0.007	0.040	0.034	0.16
	9	0.15	0.060	0.007 3	0.040	0.033	0.16
	10	0.15	0.060	0.007 3	0.039	0.032	0.16
4	11	0.14	0.059	0.007 1	0.037	0.034	0.17
	1	0.13	0.052	0.005 7	0.047	0.029	0.15
	2	0.13	0.053	0.006 2	0.047	0.029	0.17
	3	0.13	0.054	0.005 9	0.045	0.027	0.16
	4	0.14	0.053	0.006 2	0.044	0.028	0.17
	5	0.13	0.052	0.005 8	0.045	0.029	0.16
	6	0.14	0.055	0.005 7	0.045	0.030	0.17
	7	0.13	0.054	0.006 4	0.046	0.030	0.16
	8	0.14	0.054	0.006 4	0.046	0.027	0.16
	9	0.14	0.051	0.005 9	0.047	0.028	0.16
	10	0.14	0.053	0.006 3	0.048	0.028	0.16
11	0.14	0.055	0.006 1	0.047	0.029	0.17	
5	1	0.14	0.055	0.007 1	0.041	0.029	0.17
	2	0.14	0.057	0.006 9	0.042	0.031	0.17
	3	0.13	0.056	0.007 2	0.044	0.03	0.18
	4	0.14	0.056	0.007 3	0.045	0.028	0.17
	5	0.14	0.055	0.007 5	0.043	0.032	0.17
	6	0.13	0.058	0.007 0	0.043	0.031	0.17
	7	0.14	0.057	0.007 2	0.043	0.03	0.17
	8	0.14	0.058	0.007 1	0.044	0.031	0.17
	9	0.14	0.055	0.007 0	0.045	0.029	0.17
	10	0.14	0.056	0.007 2	0.043	0.030	0.18
	11	0.13	0.059	0.007 0	0.044	0.031	0.17
6	1	0.15	0.062	0.006 2	0.045	0.031	0.19
	2	0.15	0.061	0.006 9	0.048	0.031	0.19
	3	0.16	0.060	0.007	0.046	0.029	0.19
	4	0.16	0.060	0.007 3	0.045	0.030	0.19

表 A.1 精密度试验原始数据(方法一)(续)

实验室	测定数	$w_{As}/\%$					
		水平 1	水平 2	水平 3	水平 4	水平 5	水平 6
6	5	0.15	0.061	0.007	0.042	0.030	0.18
	6	0.15	0.060	0.006 9	0.041	0.029	0.19
	7	0.14	0.061	0.007	0.045	0.031	0.20
	8	0.15	0.059	0.006 8	0.044	0.029	0.19
	9	0.15	0.063	0.007	0.042	0.030	0.19
	10	0.15	0.063	0.006 6	0.039	0.029	0.18
	11	0.14	0.059	0.006 6	0.044	0.030	0.17
7	1	0.14	0.056	0.006 9	0.039	0.029	0.17
	2	0.14	0.057	0.006 8	0.041	0.030	0.17
	3	0.15	0.059	0.007	0.042	0.032	0.18
	4	0.14	0.058	0.006 7	0.041	0.030	0.17
	5	0.15	0.057	0.006 8	0.042	0.031	0.17
	6	0.14	0.058	0.007	0.043	0.030	0.18
	7	0.15	0.057	0.006 9	0.043	0.032	0.17
	8	0.15	0.060	0.007 1	0.041	0.031	0.18
	9	0.14	0.057	0.006 9	0.043	0.032	0.17
	10	0.15	0.058	0.006 8	0.044	0.031	0.16
	11	0.15	0.059	0.006 7	0.042	0.032	0.18
8	1	0.14	0.056	0.006 8	0.045	0.028	0.17
	2	0.14	0.056	0.006 9	0.044	0.032	0.18
	3	0.15	0.061	0.006 7	0.038	0.028	0.17
	4	0.14	0.059	0.006 8	0.039	0.032	0.18
	5	0.15	0.058	0.007 0	0.039	0.029	0.16
	6	0.14	0.057	0.006 8	0.038	0.030	0.17
	7	0.14	0.058	0.007 1	0.042	0.030	0.16
	8	0.15	0.060	0.007 0	0.043	0.029	0.17
	9	0.14	0.058	0.006 8	0.042	0.030	0.16
	10	0.14	0.056	0.006 7	0.040	0.031	0.17
	11	0.14	0.060	0.006 6	0.041	0.029	0.16

A.2 DDTC-Ag 分光光度法精密度数据是在 2020 年~2021 年由 4 家实验室对砷含量的 3 个不同水平样品进行共同试验确定的。每个实验室对每个水平的砷含量在重复性条件下独立测定 11 次。试验原始数据见表 A.2。

表 A.2 精密度试验原始数据(方法二)

实验室	测定数	$w_{As}/\%$		
		水平 1	水平 2	水平 3
1	1	0.35	0.15	0.061
	2	0.35	0.14	0.064
	3	0.38	0.15	0.063
	4	0.36	0.14	0.059
	5	0.35	0.14	0.060
	6	0.37	0.15	0.058
	7	0.35	0.14	0.063
	8	0.36	0.15	0.057
	9	0.37	0.14	0.059
	10	0.37	0.16	0.062
	11	0.36	0.15	0.060
2	1	0.35	0.15	0.064
	2	0.36	0.16	0.064
	3	0.36	0.15	0.066
	4	0.37	0.16	0.068
	5	0.38	0.17	0.064
	6	0.36	0.16	0.066
	7	0.37	0.15	0.066
	8	0.36	0.16	0.062
	9	0.37	0.17	0.064
	10	0.35	0.16	0.066
	11	0.35	0.16	0.066
3	1	0.38	0.14	0.062
	2	0.38	0.13	0.061
	3	0.38	0.15	0.059
	4	0.39	0.15	0.060
	5	0.38	0.14	0.060
	6	0.39	0.15	0.062
	7	0.39	0.14	0.062
	8	0.39	0.14	0.062
	9	0.38	0.14	0.062
	10	0.39	0.14	0.059
	11	0.39	0.14	0.060

表 A.2 精密度试验原始数据(方法二)(续)

实验室	测定数	$w_{As}/\%$		
		水平 1	水平 2	水平 3
4	1	0.36	0.13	0.053
	2	0.35	0.13	0.055
	3	0.35	0.13	0.055
	4	0.35	0.13	0.055
	5	0.35	0.13	0.053
	6	0.36	0.14	0.053
	7	0.35	0.14	0.053
	8	0.38	0.13	0.054
	9	0.34	0.13	0.053
	10	0.35	0.13	0.055
	11	0.35	0.13	0.052