



中华人民共和国国家标准

GB/T 14352.21—2021

钨矿石、钼矿石化学分析方法 第 21 部分：砷量的测定 氢化物发生-原子荧光光谱法

Methods for chemical analysis of tungsten ores and molybdenum ores—
Part 21: Determination of arsenic content—
Hydride generation atomic fluorescence spectrometry

2021-03-09 发布

2021-10-01 实施

国家市场监督管理总局 发布
国家标准化管理委员会

目 次

前言	I
1 范围	1
2 规范性引用文件	1
3 原理	1
4 试剂	1
5 仪器和设备	2
6 样品	2
7 分析步骤	2
7.1 样品量	2
7.2 空白试验	2
7.3 验证试验	2
7.4 样品的分解	2
7.5 校准溶液系列的配制	3
7.6 测定	3
7.7 校准曲线的绘制	3
8 结果计算	3
9 精密度和正确度	3
10 质量保证与控制	4
附录 A (资料性附录) 仪器参考工作条件及有关说明	5
附录 B (资料性附录) 精密度和正确度汇总表	6

前 言

GB/T 14352《钨矿石、钼矿石化学分析方法》共有 22 个部分,包括 34 项元素的 25 个化学分析方法:

- 第 1 部分:钨量测定;
- 第 2 部分:钼量测定;
- 第 3 部分:铜量测定;
- 第 4 部分:铅量测定;
- 第 5 部分:锌量测定;
- 第 6 部分:镉量测定;
- 第 7 部分:钴量测定;
- 第 8 部分:镍量测定;
- 第 9 部分:硫量测定;
- 第 10 部分:砷量测定;
- 第 11 部分:铋量测定;
- 第 12 部分:银量测定;
- 第 13 部分:锡量测定;
- 第 14 部分:镓量测定;
- 第 15 部分:锗量测定;
- 第 16 部分:硒量测定;
- 第 17 部分:碲量测定;
- 第 18 部分:铼量测定;
- 第 19 部分:铋、镉、钴、铜、铁、锂、镍、磷、铅、铈、钒和锌量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法;
- 第 20 部分:铈、钽、锆、钪及 15 个稀土元素量的测定 电感耦合等离子体质谱法;
- 第 21 部分:砷量的测定 氢化物发生-原子荧光光谱法;
- 第 22 部分:铋量的测定 氢化物发生-原子荧光光谱法。

本部分为 GB/T 14352 的第 21 部分。

本部分按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本部分由中华人民共和国自然资源部提出。

本部分由全国自然资源与国土空间规划标准化技术委员会(SAC/TC 93)归口。

本部分起草单位:江苏省地质调查研究院、中国自然资源经济研究院。

本部分主要起草人:蔡玉曼、李明、申文金、陆丽君、陈志兵、杨程、黄光明、张培新、常青、高翔云。

钨矿石、钼矿石化学分析方法

第 21 部分：砷量的测定

氢化物发生-原子荧光光谱法

1 范围

GB/T 14352 的本部分规定了氢化物发生-原子荧光光谱法测定钨矿石、钼矿石中砷含量。

本部分适用于钨矿石、钼矿石中砷含量氢化物发生-原子荧光光谱法的测定。

本方法砷的检出限为 $0.18 \mu\text{g/g}$ 。

本方法砷的测定范围为 $0.2 \mu\text{g/g} \sim 2\,000 \mu\text{g/g}$ 。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件，仅注日期的版本适用于本文件。凡是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 14505 岩石和矿石化学分析方法 总则及一般规定

3 原理

样品经盐酸-硝酸分解，制备成样品溶液。溶液中五价砷经硫脲-抗坏血酸溶液还原为三价砷。三价砷离子与硼氢化钾反应生成砷化氢，由载气(氩气)导入原子化器，在砷的高强度空心阴极灯照射下，生成的基态砷原子被激发至高能态，在去活化回到基态时，发射特征波长的荧光，其荧光强度与样品中砷的含量成正比，采用校准曲线法定量测定溶液中砷的量。

4 试剂

除非另有说明，在分析中均使用符合国家标准的分析纯化学试剂，所用纯水为符合 GB/T 6682 规定的二级水。

4.1 盐酸[$\rho(\text{HCl})=1.19 \text{ g/mL}$]。

4.2 硝酸[$\rho(\text{HNO}_3)=1.42 \text{ g/mL}$]。

4.3 盐酸溶液(1+1)。

4.4 柠檬酸-碘化钾溶液：称取 20 g 柠檬酸、5 g 碘化钾溶于水中，用水稀释至 100 mL，摇匀。

4.5 硫脲-抗坏血酸溶液($\rho=100 \text{ g/L}$)：称取 10 g 硫脲和 10 g 抗坏血酸，用水溶解后稀释至 100 mL。

4.6 硼氢化钾溶液($\rho=20 \text{ g/L}$)：称取 20 g 硼氢化钾，溶于已加有 2 g 氢氧化钠的 1 000 mL 水中。

4.7 盐酸溶液(1+9)。

4.8 砷标准溶液：

a) 砷标准储备溶液[$\rho(\text{As})=100.0 \mu\text{g/mL}$]

称取 0.132 0 g 光谱纯三氧化二砷，置于 100 mL 烧杯中，加入 10 mL 氢氧化钠溶液(100 g/L)