



中华人民共和国国家标准

GB/T 4325.6—2013
代替 GB/T 4325.5—1984

钼化学分析方法 第 6 部分：砷量的测定 原子荧光光谱法

Methods for chemical analysis of molybdenum—
Part 6: Determination of arsenic content—
Atomic fluorescence spectrometry

2013-05-09 发布

2014-02-01 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

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
钼化学分析方法
第 6 部分:砷量的测定
原子荧光光谱法

GB/T 4325.6—2013

*

中国标准出版社出版发行
北京市朝阳区和平里西街甲 2 号(100013)
北京市西城区三里河北街 16 号(100045)

网址:www.gb168.cn

服务热线:010-51780168

010-68522006

2013 年 7 月第一版

*

书号:155066·1-47302

版权专有 侵权必究

前 言

GB/T 4325《钼化学分析方法》分为 26 部分：

- 第 1 部分：铅量的测定 石墨炉原子吸收光谱法；
- 第 2 部分：镉量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 3 部分：铋量的测定 原子荧光光谱法；
- 第 4 部分：锡量的测定 原子荧光光谱法；
- 第 5 部分：锑量的测定 原子荧光光谱法；
- 第 6 部分：砷量的测定 原子荧光光谱法；
- 第 7 部分：铁量的测定 邻二氮杂菲分光光度法和电感耦合等离子体原子发射光谱法；
- 第 8 部分：钴量的测定 钴试剂分光光度法和火焰原子吸收光谱法；
- 第 9 部分：镍量的测定 丁二酮肟分光光度法和火焰原子吸收光谱法；
- 第 10 部分：铜量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 11 部分：铝量的测定 铬天青 S 分光光度法和电感耦合等离子体原子发射光谱法；
- 第 12 部分：硅量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法；
- 第 13 部分：钙量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 14 部分：镁量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 15 部分：钠量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 16 部分：钾量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 17 部分：钛量的测定 二安替比林甲烷分光光度法和电感耦合等离子体原子发射光谱法；
- 第 18 部分：钒量的测定 钼试剂分光光度法和电感耦合等离子体原子发射光谱法；
- 第 19 部分：铬量的测定 二苯基碳酰二肼分光光度法；
- 第 20 部分：锰量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 21 部分：碳量和硫量的测定 高频燃烧红外吸收法；
- 第 22 部分：磷量的测定 钼蓝分光光度法；
- 第 23 部分：氧量和氮量的测定 惰气熔融红外吸收法-热导法；
- 第 24 部分：钨量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法；
- 第 25 部分：氢量的测定 惰气熔融红外吸收法/热导法；
- 第 26 部分：铝、镁、钙、钒、铬、锰、铁、钴、镍、铜、锌、砷、镉、锡、锑、钨、铅和铋量的测定 电感耦合等离子体质谱法。

本部分为 GB/T 4325 的第 6 部分。

本部分按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本部分代替 GB/T 4325.5—1984《钼化学分析方法 钼蓝光度法测定砷量》。本部分与 GB/T 4325.5—1984 相比，主要技术变化如下：

- 将钼蓝光度法改为原子荧光光谱法；
- 测定范围调整为 0.000 2%~0.050%；
- 增加了重复性条款；
- 增加了试验报告条款。

本部分由全国有色金属标准化技术委员会(SAC/TC 243)归口。

GB/T 4325.6—2013

本部分起草单位：金堆城钼业股份有限公司、广州有色金属研究院、北京矿冶研究总院。

本部分主要起草人：谢明明、王锋、李巧红、张江峰、王郭亮、王津、于力。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

——GB/T 4325.5—1984。

钼化学分析方法

第6部分：砷量的测定

原子荧光光谱法

1 范围

GB/T 4325 的本部分规定了钼中砷量的测定方法。

本部分适用于钼粉、钼条、三氧化钼、钼酸铵中砷量的测定。测定范围：0.000 2%~0.005 0%。

2 方法提要

试料以过氧化氢分解，在硫脲-抗坏血酸-盐酸介质中，使用氢化物发生-原子荧光光谱法测定砷的含量。在一定范围内，荧光强度与被测元素的含量成正比。加入钼基体可消除干扰。

3 试剂

除非另有说明，本部分所用试剂均为优级纯，所用水为二级水或者二级以上水。

- 3.1 硼氢化钠。
- 3.2 氢氧化钠。
- 3.3 钼基体($w_{As} \leq 0.000 02\%$)。
- 3.4 三氧化二砷($w_{As_2O_3} \geq 99.99\%$)。
- 3.5 硝酸($\rho = 1.42 \text{ g/mL}$)。
- 3.6 盐酸($\rho = 1.19 \text{ g/mL}$)。
- 3.7 硫酸($\rho = 1.84 \text{ g/mL}$)。
- 3.8 过氧化氢。
- 3.9 硫酸(1+1)。
- 3.10 硫酸(1+4)。
- 3.11 氢氧化钠溶液(200 g/L)。
- 3.12 硫脲-抗坏血酸溶液：分别称取 10 g 硫脲，10 g 抗坏血酸，溶于 200 mL 水中，混匀，用时现配。
- 3.13 砷标准贮存溶液：称取 0.132 0 g 三氧化二砷(3.4)，加 20 mL 水，0.2 g 氢氧化钠(3.2)，加热溶解，用硫酸(3.10)中和至微酸性，移入 1 000 mL 容量瓶，用水稀释至刻度。此溶液 1 mL 含 100 μg 砷。
- 3.14 砷标准溶液：移取 1.00 mL 砷标准贮存溶液(3.13)于 100 mL 容量瓶中，加入 10 mL 盐酸(3.6)，用水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 1 μg 砷。
- 3.15 硼氢化钠溶液：称取 1.5 g 硼氢化钠(3.1)，加入预先溶有 1 g 氢氧化钠(3.2)的 100 mL 水中，完全溶解后摇匀备用，现配现用。
- 3.16 盐酸(1+9)。
- 3.17 氩气，体积分数不小于 99.99%。

4 仪器

原子荧光光谱仪，附砷特种空心阴极灯。