



中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T 37.3—2007
代替 YS/T 37.3—1992

高纯二氧化锗化学分析方法 石墨炉原子吸收光谱法测定砷量

High pure germanium dioxide
—Determination of arsenic content
—Graphite furnace atomic absorption spectrometric method

2007-04-13 发布

2007-10-01 实施

中华人民共和国国家发展和改革委员会 发布

前 言

YS/T 37 分为 5 个部分：

YS/T 37.1 高纯二氧化锆化学分析方法 硫氰酸汞分光光度法测定氯量

YS/T 37.2 高纯二氧化锆化学分析方法 钼蓝分光光度法测定硅量

YS/T 37.3 高纯二氧化锆化学分析方法 石墨炉原子吸收光谱法测定砷量

YS/T 37.4 高纯二氧化锆化学分析方法 电感耦合等离子体质谱法测定镁、铝、钴、镍、铜、锌、钢、铅、钙、铁和砷量

YS/T 37.5 高纯二氧化锆化学分析方法 石墨炉原子吸收光谱法测定铁量

本部分为第 3 部分。

本部分是对 YS/T 37.3—1992《高纯二氧化锆化学分析方法 石墨炉原子吸收光谱法测定砷量》的修订。

本部分与 YS/T 37.3—1992 相比，主要有如下变动：

——水纯度以电阻率表示修改为电导率。

本部分的附录 A 为资料性附录。

本部分由全国有色金属标准化技术委员会提出并归口。

本部分由北京有色金属研究总院负责起草。

本部分主要起草人：蔡绍勤、潘书慧、刘英、赵春华、刘红。

本部分由全国有色金属标准化技术委员会负责解释。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

——YS/T 37.3—1992。

高纯二氧化锆化学分析方法

石墨炉原子吸收光谱法测定砷量

1 范围

本部分规定了高纯二氧化锆中砷含量的测定方法。

本部分适用于高纯二氧化锆中砷含量的测定。测定范围：质量分数 0.000 002%~0.000 1%。

2 方法提要

试料溶于盐酸和硝酸中，以四氯化锆形式挥发分离基体。残渣用稀硝酸溶解，采用钴盐作基体改进剂，用石墨炉原子吸收光谱法于波长 193.7 nm 处测量砷的吸光度。

3 试剂

3.1 硝酸，BV 三级。

3.2 硝酸(1+9)，用硝酸(3.1)配制。

3.3 盐酸(ρ 1.19 g/mL)：每 100 mL 盐酸加入 5 mL 硝酸(3.1)，经亚沸蒸馏提纯。

3.4 硝酸钴溶液：称取 0.500 0 g 钴($w(\text{Co}) > 99.95\%$)溶于 15 mL 硝酸(3.1)中，冷却后，移入 500 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 1 mg 钴。

3.5 砷标准贮存溶液：称取 1.320 3 g 三氧化二砷溶解于 20 mL 氢氧化钠溶液(100 g/L)中，微热使其完全溶解。移入 1 000 mL 容量瓶中，用水稀释至 200 mL 加 2 滴酚酞，以硝酸(3.1)中和至中性，并过量 4 滴，用水稀释至刻度，混匀，此溶液 1 mL 含 1 mg 砷。

3.6 砷标准溶液 A：移取 25.0 mL 砷标准贮存溶液(3.5)置于 250 mL 容量瓶中，加入 2 滴硝酸(3.1)，用水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 100 μg 砷。

3.7 砷标准溶液 B：移取 25.0 mL 砷标准溶液 A(3.6)置于 250 mL 容量瓶中，加入 2 滴硝酸(3.1)，用水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 10 μg 砷。

3.8 砷标准溶液 C：移取 25.0 mL 砷标准溶液 B(3.7)置于 250 mL 容量瓶中，加入 2 滴硝酸(3.1)，用水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 1 μg 砷。

3.9 氙气(体积分数为 99.99%)。

本部分所用水为去离子水，电导率不大于 $6.67 \times 10^{-2} \mu\text{S} \cdot \text{cm}^{-1}$ 。

4 仪器

石墨炉原子吸收光谱仪，配有背景校正装置。附砷空心阴极灯。

仪器工作条件见附录 A。

5 分析步骤

5.1 试料

按表 1 称取试样，精确至 0.000 1 g。