



中华人民共和国国家标准

GB/T 4324.5—2012
代替 GB/T 4324.5—1984

钨化学分析方法 第 5 部分：砷量的测定 氢化物原子吸收光谱法

Methods for chemical analysis of tungsten—
Part 5: Determination of arsenic content—
Hydrogenate atomic absorption spectrometry

2012-12-31 发布

2013-10-01 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

前 言

GB/T 4324《钨化学分析方法》分为 28 个部分：

- 第 1 部分：铅量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 2 部分：铋量的测定 氢化物原子吸收光谱法；
- 第 3 部分：锡量的测定 氢化物原子吸收光谱法；
- 第 4 部分：锑量的测定 氢化物原子吸收光谱法；
- 第 5 部分：砷量的测定 氢化物原子吸收光谱法；
- 第 6 部分：铁量的测定 邻二氮杂菲分光光度法；
- 第 7 部分：钴量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法；
- 第 8 部分：镍量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法、火焰原子吸收光谱法和丁二酮肟重量法；
- 第 9 部分：镉量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱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 电感耦合等离子体原子发射光谱法；
- 第 12 部分：硅量的测定 氯化-钼蓝分光光度法；
- 第 13 部分：钙量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法；
- 第 14 部分：氯化挥发后残渣量的测定 重量法；
- 第 15 部分：镁量的测定 火焰原子吸收光谱法和电感耦合等离子体原子发射光谱法；
- 第 16 部分：灼烧损失量的测定 重量法；
- 第 17 部分：钠量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 18 部分：钾量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 19 部分：钛量的测定 二安替比林甲烷分光光度法；
- 第 20 部分：钒量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法；
- 第 21 部分：铬量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法；
- 第 22 部分：锰量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法；
- 第 23 部分：硫量的测定 燃烧电导法和高频燃烧红外吸收法；
- 第 24 部分：磷量的测定 钼蓝分光光度法；
- 第 25 部分：氧量的测定 脉冲加热惰气熔融-红外吸收法；
- 第 26 部分：氮量的测定 脉冲加热惰气熔融-热导法和奈氏试剂分光光度法；
- 第 27 部分：碳量的测定 高频燃烧红外吸收法；
- 第 28 部分：钨量的测定 硫氰酸盐分光光度法。

本部分为 GB/T 4324 的第 5 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 4324.5—1984《钨化学分析方法 钼蓝光度法测定砷量》。本部分与 GB/T 4324.5—1984 相比，主要技术变化如下：

- 测定方法由“钼蓝光度法”改为“氢化物原子吸收光谱法”；
- 范围中增加了蓝钨、紫钨、碳化钨、偏钨酸铵，测定范围由“0.000 08%~0.020%”改为“0.000 05%~0.020%”；
- 为保证样品适用不同溶解方法，在“试样”中对细、中、粗颗粒碳化钨的平均粒度作了界定；

——将“测定次数”中“三次”改为“独立地进行两次测定,取其平均值”;

——对钨粉、钨条、三氧化钨、钨酸、仲钨酸铵分别修改了溶样方法,增加了蓝钨、紫钨、碳化钨、偏钨酸铵的溶样方法;

——增加了前言、精密度及试验报告,并对标准格式进行了编辑修改。

本部分由全国有色金属标准化技术委员会(SAC/TC 243)归口。

本部分起草单位:郴州钻石钨制品有限责任公司、赣州有色冶金研究所、湖南柿竹园有色金属有限责任公司。

本部分主要起草人:杜方才、侯贵琼、罗凯、欧阳子菁、陈涛、钟道国、杨峰、王周林、陈晓红。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为:

——GB/T 4324.5—1984。

钨化学分析方法

第5部分：砷量的测定

氢化物原子吸收光谱法

1 范围

GB/T 4324 的本部分规定了钨粉、钨条、三氧化钨、蓝钨、紫钨、碳化钨、钨酸、偏钨酸铵、仲钨酸铵中砷含量的测定方法。

本部分适用于钨粉、钨条、三氧化钨、蓝钨、紫钨、碳化钨、钨酸、偏钨酸铵、仲钨酸铵中砷含量的测定。测定范围为 0.000 05%~0.020%。

2 方法提要

钨粉、钨条、蓝钨、细、中颗粒碳化钨用过氧化氢及氢氧化钠分解；三氧化钨、钨酸、仲钨酸铵、偏钨酸铵用氢氧化钠分解；紫钨、粗颗粒碳化钨灼烧成三氧化钨后用氢氧化钠分解。以磷酸络合钨，在盐酸介质中，用硫脲、抗坏血酸和三氯化钛将五价砷还原成三价，经流动注射-氢化物发生器与原子吸收光谱仪联用测定砷量。

3 试剂

除非另有说明，在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和蒸馏水或去离子水或相当纯度的水。

- 3.1 过氧化氢($\rho=1.10$ g/mL)，优级纯。
- 3.2 磷酸($\rho=1.69$ g/mL)。
- 3.3 氢氧化钠溶液(100 g/L)。
- 3.4 盐酸(1+4)。
- 3.5 硫脲溶液(100 g/L)。
- 3.6 抗坏血酸溶液(50 g/L)。
- 3.7 三氯化钛溶液：移取 10 mL 浓三氯化钛溶液[15%~20%(w/w)]，以盐酸(1+9)稀释至 100 mL。用时现配。
- 3.8 硼氢化钾溶液(10 g/L)：称取 2 g 硼氢化钾和 0.6 g 氢氧化钠，溶于 200 mL 水中。用时现配。
- 3.9 钨基体：应与试样性质基本相似，砷含量不超过 0.000 05%。
- 3.10 砷标准贮存溶液：称取 0.132 0 g 预先经 110 °C 烘干之三氧化二砷基准试剂，置于烧杯中，加 1 mL 氢氧化钠溶液(3.3)溶解，用盐酸(1+9)中和，移至 1 000 mL 的容量瓶中，用盐酸(1+9)稀释至刻度，摇匀。此溶液 1 mL 含 0.1 mg 砷。
- 3.11 砷标准溶液 A：移取 10.00 mL 砷标准贮存溶液(3.10)于 200 mL 的容量瓶中，用盐酸溶液(1+9)稀释至刻度，摇匀，此溶液 1 mL 含 5 μ g 砷。
- 3.12 砷标准溶液 B：移取 20.00 mL 砷标准溶液 A(3.11)于 200 mL 的容量瓶中，用盐酸溶液(1+9)稀释至刻度，摇匀，此溶液 1 mL 含 0.5 μ g 砷。
- 3.13 酚酞溶液(10 g/L)：称取 1 g 酚酞溶于 100 mL 无水乙醇溶液中。
- 3.14 盐酸载液(1+99)。