

GB/T 4325.6—2013

- 使用的标准(包括发布或出版年号);
- 使用的方法(如果标准中包括几个方法);
- 分析结果及其表示;
- 与基本分析步骤的差异;
- 测定中观察到的异常现象;
- 试验日期。

GB/T 4325.6—2013

ICS 77.120.99  
H 63

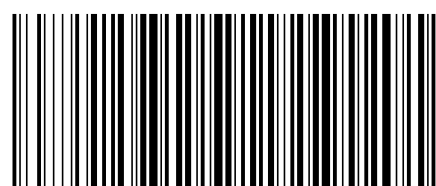


# 中华人民共和国国家标准

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



GB/T 4325.6—2013

版权专有 侵权必究

\*

书号:155066·1-47302

定价: 14.00 元

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

2.00 mL、5.00 mL 砷标准溶液(3.14)于容量瓶中,加 10 mL 盐酸(3.6),加 10 mL 硫脲-抗坏血酸(3.12),摇匀,静置 30 min,用水稀释至刻线,混匀。

6.5.2 在与测量试料溶液相同条件下,测量系列标准溶液的荧光强度,减去系列标准溶液中“零”浓度的荧光强度。以砷浓度为横坐标、荧光强度为纵坐标,绘制工作曲线。

7 分析结果的计算

砷含量以砷的质量分数  $w_{As}$  计,数值以%表示,按式(1)计算:

$$w_{As} = \frac{(\rho_1 - \rho_2) \cdot V \times 10^{-9}}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

$\rho_1$ ——自工作曲线上查得的测定溶液中砷的浓度,单位为纳克每毫升(ng/mL);

$\rho_2$ ——自工作曲线上查得的空白溶液中砷的浓度,单位为纳克每毫升(ng/mL);

$V$ ——测定试液的体积,单位为毫升(mL);

$m$ ——试料的质量,单位为克(g)。

8 精密度

8.1 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,在以下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 2 数据采用线性内插法求得。

表 2

砷的质量分数/%	0.000 2	0.001 0	0.002 0	0.003 0
重复性限/%	0.000 08	0.000 1	0.000 2	0.000 5

8.2 允许差

实验室之间分析结果的差值不应大于表 3 所列允许差。

表 3

砷的质量分数/%	允许差/%
0.000 2~0.001 0	0.000 2
>0.001 0~0.002 0	0.000 6
>0.002 0~0.005 0	0.001 0

9 试验报告

试验报告应包括下列内容:

——试样;

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.spc.net.cn

总编室:(010)64275323 发行中心:(010)51780235

读者服务部:(010)68523946

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷  
各地新华书店经销

\*

开本 880×1230 1/16 印张 0.5 字数 10 千字  
2013 年 7 月第一版 2013 年 7 月第一次印刷

\*

书号:155066·1-47302 定价 14.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换  
版权专有 侵权必究  
举报电话:(010)68510107

在仪器最佳工作条件下,凡能达到下列指标者均可使用。

- 检出限:不大于  $1 \times 10^{-9}$  g/mL;
- 精密度:用 0.02  $\mu$ g/mL 的砷标准溶液测量荧光强度 10 次,其标准偏差不超过荧光强度的 5.0%;
- 工作曲线线性:将工作曲线按浓度等分成五段,最高段的荧光强度差值与最低段的荧光强度差值之比,应不小于 0.80。

## 5 试样

铅条应粉碎并通过 0.75 mm 标准筛网。

## 6 分析步骤

### 6.1 试料

按表 1 称取试样(精确到 0.000 1 g)。

表 1

砷的质量分数/%	试料质量/g
0.000 2~0.001 0	0.50
>0.001 0~0.005 0	0.10

### 6.2 测定次数

独立地进行两次测定,取其平均值。

### 6.3 空白试验

在相同的铅基体存在下,随同试料做空白试验。

### 6.4 测定

6.4.1 将试料(6.1)置于 150 mL 烧杯中,加入少量水润湿,加 5 mL~8 mL 过氧化氢(3.8),盖上表面皿,低温加热溶解完全并蒸至尽干。加 10 mL 氢氧化钠溶液(3.11),盖表面皿,低温煮沸 1 min,冷却,用水冲洗表面皿及杯壁,加 3 mL 硫酸(3.7),转移至 100 mL 容量瓶,加 10 mL 盐酸(3.6),加 10 mL 硫脲-抗坏血酸溶液(3.12),摇匀,静置 30 min,用水稀释至刻线,混匀。

6.4.2 在原子荧光光谱仪上,以盐酸(3.16)作载流,硼氢化钠溶液(3.15)作为还原剂,以砷特种空心阴极灯为激发光源,测量试料溶液的荧光强度,减去随同试料空白溶液的荧光强度,从工作曲线上查得相应的砷的浓度。

### 6.5 工作曲线绘制

6.5.1 称取与试料量相当的铅基体(3.3),置于一系列 150 mL 烧杯中,加 5 mL 过氧化氢(3.8),完全溶解后低温蒸干,加 10 mL 氢氧化钠溶液(3.11),盖表面皿,低温煮沸 1 min,冷却,用水冲洗表面皿及杯壁,加入 3 mL 硫酸(3.7),转移至 100 mL 容量瓶,分别移取 0 mL、0.10 mL、0.50 mL、1.00 mL、

## 前 言

GB/T 4325《钨化学分析方法》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 钽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《钨化学分析方法 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。