

ICS 77.120.99
CCS H 63



中华人民共和国国家标准

GB/T 4324.2—202X

代替 GB/T 4324.2-2012

钨化学分析方法

第2部分：铋和砷含量的测定

Methods for chemical analysis of tungsten concentrates
Part 2: Determination of bismuth and arsenic content
Atomic fluorescence spectroscopy

送审稿

202X-XX-XX 发布

202X-XX-XX 实施

国家市场监督管理总局
国家标准化管理委员会

发布

前 言

本文件按照GB/T 1.1—2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

本文件是GB/T 13747《钨化学分析方法》的第2部分。GB/T 4324已经发布了以下部分：

- 第1部分：钨化学分析方法 铅量的测定 火焰原子吸收光谱法
- 第 部分：钨化学分析方法 钼量的测定 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2部分：钨化学分析方法 铋量的测定 氢化物原子吸收光谱法
- 第3部分：钨化学分析方法 锡量的测定 氢化物原子吸收光谱法
- 第4部分：钨化学分析方法 铈量的测定 氢化物原子吸收光谱法
- 第5部分：钨化学分析方法 砷量的测定 氢化物原子吸收光谱法
- 第6部分：钨化学分析方法 铁量的测定
- 第7部分：钨化学分析方法 钴量的测定
- 第8部分：钨化学分析方法 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10部分：钨化学分析方法 铜量的测定
- 第11部分：钨化学分析方法 铝量的测定
- 第12部分：钨化学分析方法 硅量的测定 氯化-硅钼蓝分光光度法
- 第13部分：钨化学分析方法 钙量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法
- 第15部分：钨化学分析方法 镁量的测定 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17部分：钨化学分析方法 钠量的测定 火焰原子吸收光谱法
- 第18部分：钨化学分析方法 钾量的测定 火焰原子吸收光谱法
- 第19部分：钨化学分析方法 钛量的测定
- 第20部分：钨化学分析方法 钒量的测定
- 第21部分：钨化学分析方法 铬量的测定
- 第22部分：钨化学分析方法 锰量的测定
- 第23部分：钨化学分析方法 硫量的测定
- 第24部分：钨化学分析方法 磷量的测定 钼为载带沉淀剂-钼蓝分光光度法
- 第25部分：钨化学分析方法 氧量的测定 脉冲加热情气熔融-红外吸收法
- 第26部分：钨化学分析方法 氮量的测定 脉冲加热情气熔融-热导法和奈氏试剂分光光度法
- 第27部分：钨化学分析方法 碳量的测定
- 第28部分：钨化学分析方法 钨量的测定
- 第29部分：钨化学分析方法 氯化挥发后残渣量的测定 重量法
- 第30部分：钨化学分析方法 灼烧损失量的测定 重量法

本文件代替GB/T 4324.2—2012《钨化学分析方法 第2部分：铋量的测定 氢化物原子吸收光谱法》及GB/T 4324.5—2012《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》，与GB/T 4324.2—2012和GB/T 4324.5—2012相比，除结构调整和编辑性改动外，主要技术变化如下：

- a) 增加了要素“规范性引用文件”（见第2章）和“术语和定义”（见第3章）；

b) 将原氢化物原子吸收方法修改为，铋和铷的检测下限分别由 0.00003%和 0.00005%均修改为 0.00001%；

- c) 将两个分析方法合并为一个；
- d) 更改了“引用标准”（见第 2 章）；
- e) 更改了“允许差”为“精密度”条款；
- f) 增加了试验报告条款。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由中国有色金属工业协会提出。

本文件由全国有色金属标准化技术委员会（SAC/TC 243）提出并归口。

本文件起草单位：湖南柿竹园有色金属有限责任公司柳州钨制品分公司、赣州有色冶金研究所有限公司、郴州市产品质量监督检验所、江西省钨与稀土产品质量监督检验中心、广东省工业分析检测中心、中国有色桂林矿产地质研究院有限公司、国标（北京）检验认证有限公司、湖北绿钨资源循环有限公司。

本文件主要起草人：XXX、XXX

本文件及所代替文件的历次版本发布情况为：

——GB/T 4324.2-1984、GB/T 4324.5-1984；

——GB/T 4324.2-2012、GB/T 4324.5-2012；

本次为第2次修订。

引 言

钨是一种重要的战略资源，以其作为重要工业原料生产的钨及钨合金由于具有高熔点、高比重、高硬度的特点，广泛应用于机械加工、冶金、采矿、电子电讯、建筑行业、兵器工业、航空航天等领域。GB/T 4324旨在通过实验研究过建立一套完整、切实可行、且适应于钨精矿产品生产和贸易需求的化学成分分析的方法标准。限于文件篇幅、使用需求、适用范围以及各分析方法之间的技术独立性等方面原因，GB/T 4324拟由18个部分组成。

- 第1部分：钨化学分析方法 钨量的测定 火焰原子吸收光谱法
- 第2部分：钨化学分析方法 钨量的测定 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3部分：钨化学分析方法 铋和砷含量的测定 原子荧光光谱法
- 第4部分：钨化学分析方法 锡量的测定 氢化物原子吸收光谱法
- 第5部分：钨化学分析方法 锑量的测定 氢化物原子吸收光谱法
- 第6部分：钨化学分析方法 铁量的测定
- 第7部分：钨化学分析方法 钴量的测定
- 第8部分：钨化学分析方法 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：钨化学分析方法 铜量的测定
- 第10部分：钨化学分析方法 铝量的测定
- 第11部分：钨化学分析方法 硅量的测定 氯化-硅钼蓝分光光度法
- 第12部分：钨化学分析方法 钙量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法
- 第13部分：钨化学分析方法 镁量的测定 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14部分：钨化学分析方法 钠量的测定 火焰原子吸收光谱法
- 第15部分：钨化学分析方法 钾量的测定 火焰原子吸收光谱法
- 第16部分：钨化学分析方法 钛量的测定
- 第17部分：钨化学分析方法 钒量的测定
- 第18部分：钨化学分析方法 铬量的测定
- 第19部分：钨化学分析方法 锰量的测定
- 第20部分：钨化学分析方法 硫量的测定
- 第21部分：钨化学分析方法 磷量的测定 钼为载带沉淀剂-钼蓝分光光度法
- 第22部分：钨化学分析方法 氧量的测定 脉冲加热情气熔融-红外吸收法
- 第23部分：钨化学分析方法 氮量的测定 脉冲加热情气熔融-热导法和奈氏试剂分光光度法
- 第24部分：钨化学分析方法 碳量的测定
- 第25部分：钨化学分析方法 钼量的测定
- 第26部分：钨化学分析方法 氯化挥发后残渣量的测定 重量法
- 第27部分：钨化学分析方法 灼烧损失量的测定 重量法

钨化学分析方法序列标准化文件主要依据钨产品标准中技术指标而起草。国家标准《钨化学分析方法—铋量的测定》(GB/T 4324.2-2012)和《钨化学分析方法—砷量的测定》(GB/T 4324.5-2012)自颁布实施以来已有10年，随着近年来客户对氧化钨等钨制品要求不断提高，以便生产出性能更优的合金产品，这就促使钨行业上下游客户对产品检测的准确性和效率提出了更高的要求，另外通过合并试样处理方法

能提高分析效率，加之分析技术的进步，新设备及新方法的研制成功，使得对原有分析方法进行修订成为必要。

钨化学分析方法

第 2 部分：铋和砷含量的测定

1 范围

本文件规定了钨粉、钨条、三氧化钨、蓝钨、紫钨、碳化钨、钨酸、偏钨酸铵、仲钨酸铵中铋和砷含量的测定方法。

本文件适用于钨粉、钨条、三氧化钨、蓝钨、紫钨、碳化钨、钨酸、偏钨酸铵、仲钨酸铵中铋、砷含量的测定。铋和砷的测定范围均为：0.00001%~0.020%。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；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 602 化学试剂 杂质测定用标准溶液的制备

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

GB/T 6379.2 测量方法与结果的准确度（正确度与精密度） 第 2 部分：确定标准测量方法重复性与再现性的基本方法

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 原理

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。用柠檬酸络合主体钨，在盐酸介质中，用硫脲消除干扰，抗坏血酸还原，经流原子荧光光谱仪测定铋量，用三氯化钛将五价砷还原成三价，经流原子荧光光谱仪测定砷量。

5 试剂或材料

除另有说明，在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和符合 GB/T 6682 规定的二级水。

- 4.1 过氧化氢（ ρ 1.10 g/mL），优级纯。
- 4.2 硝酸（ ρ 1.42 g/mL），优级纯。
- 4.3 盐酸（ ρ 1.84 g/mL），优级纯。
- 4.4 氢氧化钠溶液（100 g/L），优级纯。
- 4.5 盐酸（1+9），优级纯。
- 4.6 柠檬酸溶液（500 g/L）。
- 4.7 盐酸（1+4），优级纯。
- 4.8 硫脲溶液（50g/L）。
- 4.9 抗坏血酸溶液（50g/L）。用时现配。

- 4.10 三氯化铋溶液：移取 30 mL 浓三氯化铋溶液[15%~20% (w/w)]，以盐酸(1+9)稀释至 100mL。
- 4.11 硼氢化钾溶液(15g/L)：称取 3 g 硼氢化钾和 0.6 g 氢氧化钠，溶于 200mL 水中。用时现配。
- 4.12 钨基体：应与试样性质基本相似，铋和砷含量不超过 0.000 01%。
- 4.13 铋标准贮存溶液：称取 0.1000 g 金属铋[w(Bi) ≥ 99.99%]，置于 200 mL 烧杯中，加 1 mL 硝酸(4.2)，10 mL 盐酸(4.3)加热溶解，移至 1000mL 容量瓶中，冷却至室温。用水稀释至刻度，摇匀。此溶液 1 mL 含 0.1 mg 铋。
- 4.14 铋标准溶液 A：移取 10.00 mL 铋标准溶液(4.13)于 200 mL 容量瓶中，用盐酸(4.5)稀释至刻度，摇匀。此溶液 1 mL 含 5 μg 铋。
- 4.15 铋标准溶液 B：移取 20.00 mL 铋标准溶液(4.14)于 200mL 容量瓶中，用盐酸(4.5)稀释至刻度，摇匀。此溶液 1mL 含 0.5 μg 铋。
- 4.16 砷标准贮存溶液：称取 0.132 0 g 三氧化二砷[w(As₂O₃) ≥ 99.95%，120 °C 烘 2 h 冷却至室温]，置于烧杯中，加 1 mL 氢氧化钠溶液(4.4)溶解，用盐酸(5.5)中和，移至 1000 mL 的容量瓶中，用盐酸(4.5)稀释至刻度，摇匀。此溶液 1 mL 含 0.1 mg 砷。
- 4.17 砷标准溶液 A：移取 10.00 mL 砷标准贮存溶液(4.16)于 200 mL 的容量瓶中，用盐酸溶液(4.7)稀至刻度，摇匀，此溶液 1 mL 含 5 μg 砷。
- 4.18 砷标准溶液 B：移取 20.00 mL 砷标准溶液 A(5.17)于 200mL 的容量瓶中，用盐酸溶液(4.5)稀至刻度，摇匀，此溶液 1 mL 含 0.5 μg 砷。
- 4.19 盐酸载液(1+99)。

5 仪器设备

5.1 原子荧光光谱仪。在仪器最佳工作条件下，凡能达到下列指标的原子荧光光谱仪均可使用：

- 检出限：不大于 0.1 ng/mL。
- 精密度：最高浓度标准溶液荧光强度及“零”浓度溶液荧光强度相对于最高浓度标准溶液荧光强度平均值的变异系数应分别不大于 5.0%和 1.0%。
- 工作曲线线性：将工作曲线浓度等分成五段，最高段的荧光强度差值与最低段的荧光强度差值的比，应不小于 0.90。

5.2 铋高性能灯，砷高性能灯。

6 试样

- 6.1 钨条应粉碎并通过 0.125 mm 筛网。
- 6.2 细颗粒碳化钨平均粒度为 1 μm~3 μm，中颗粒碳化钨平均粒度大于 3 μm~9 μm，粗颗粒碳化钨平均粒度大于 9 μm。

7 分析步骤

7.1 试料

按表 1 称取试样，精确至 0.000 1g。

表 1

铋和砷的质量分数/%	称样量/g	分取试液体积/mL
0.00001~0.00025	1.00	—
>0.00025~0.0010	0.20	—
>0.0010~0.0050	0.50	10.00
>0.0050~0.020	0.20	5.00