



中华人民共和国国家标准

GB/T 37211.1—2018

金属锗化学分析方法 第 1 部分：砷含量的测定 砷斑法

Methods for chemical analysis of germanium metal—
Part 1: Determination of arsenic content—Arsenic stain method

2018-12-28 发布

2019-11-01 实施

国家市场监督管理总局
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
金 属 锆 化 学 分 析 方 法
第 1 部 分：砷 含 量 的 测 定 砷 斑 法
GB/T 37211.1—2018

*

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 (100029)
北 京 市 西 城 区 三 里 河 北 街 16 号 (100045)

网 址：www.spc.org.cn

服 务 热 线：400-168-0010

2018 年 12 月 第 一 版

*

书 号：155066 · 1-61852

版 权 专 有 侵 权 必 究

前 言

GB/T 37211《金属锆化学分析方法》分为 2 个部分：

——第 1 部分：砷含量的测定 砷斑法；

——第 2 部分：铝、铁、铜、镍、铅、钙、镁、钴、钢、锌含量的测定 电感耦合等离子体质谱法。

本部分为 GB/T 37211 的第 1 部分。

本部分按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本部分由中国有色金属工业协会提出。

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：云南临沧鑫圆锆业股份有限公司、中锆科技有限公司、国标(北京)检验认证有限公司、衡阳恒荣高纯半导体材料有限公司、广东先导稀材股份有限公司、锡林郭勒通力锆业有限责任公司、云南东昌金属加工有限公司。

本部分主要起草人：普世坤、李正美、窦辉、俞义海、刘红、王晓华、陈建国、尹国文、陈晶晶、李素玲。

金属锗化学分析方法

第 1 部分：砷含量的测定 砷斑法

警告——使用本部分的人员应有正规实验室工作的实践经验。本部分并未指出所有可能的安全问题。使用者有责任采取适当的安全和健康措施，并保证符合国家有关法规规定的条件。

1 范围

GB/T 37211 的本部分规定了还原锗锭、还原锗粉、区熔锗锭及其废料、锗单晶及其废料等锗金属中杂质元素砷含量的测定方法。

本部分适用于锗金属中杂质元素砷含量的测定。测定范围： $0.1 \times 10^{-4} \% \sim 1.0 \times 10^{-4} \%$ 。

2 方法原理

试料用王水溶解后，锗由单质态被氧化成离子态 Ge^{4+} 。84 °C 下，在盐酸溶液中，锗基体以四氯化锗的形式挥发分离，其中含有的低温易挥发的 As^{3+} 被王水氧化为不挥发的 As^{5+} 留在残留物中，然后在盐酸溶液中用碘化钾和锌粒将 As^{5+} 还原成砷化氢逸出，所生成的砷化氢与溴化汞纸片作用，生成黄棕色的砷化汞斑点，斑点颜色的深浅与砷含量成正比。借此与标准色阶进行比较得出砷含量。

3 试剂

3.1 制备试剂溶液和分析用水均为去离子水或相当纯度的水，电阻率不小于 $18 \text{ M}\Omega \cdot \text{cm}$ ，实验所用器皿均用稀硝酸(1+4)煮沸浸泡过夜后，用纯水彻底冲洗干净后，晾干备用。

3.2 硝酸($\rho = 1.42 \text{ g/mL}$)，MOS 级或相当纯度。

3.3 盐酸($\rho = 1.19 \text{ g/mL}$)，MOS 级或相当纯度。

3.4 无砷锌粒，砷含量小于 $1 \times 10^{-5} \%$ 。

3.5 王水(现用现配)，300 mL 盐酸(3.3)+100 mL 硝酸(3.2)。

3.6 碘化钾溶液(150 g/L)：称取 15 g 优级纯碘化钾，溶于 100 mL 水中，混匀，贮存于棕色瓶中。

3.7 二氯化锡溶液(100 g/L)：称取 1 g 优级纯二氯化锡，溶于 5 mL 热盐酸中，加入 5 mL 水，混匀，现用现配。

3.8 醋酸铅棉花：将脱脂棉浸于 40 g/L 的优级纯醋酸铅溶液中(每 100 mL 醋酸铅溶液含醋酸 2 mL)，10 min 后取出挤去过剩溶液，低温烘干。

3.9 溴化汞试纸片：将定量滤纸浸在 50 g/L 的优级纯配制的溴化汞酒精溶液中，40 min 后取出，于空气中自然风干。

3.10 砷标准贮存溶液，市售有证标准溶液 $100 \mu\text{g/mL}$ 。

3.11 砷标准溶液 A：移取砷标准贮存溶液(3.10)10.00 mL 于 100 mL 容量瓶中，以水稀释，定容至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 $10 \mu\text{g}$ 砷。

3.12 砷标准溶液 B：移取砷标准溶液 A(3.11)10.00 mL，置于 100 mL 容量瓶中，以水稀释，定容至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 $1 \mu\text{g}$ 砷。