

## 中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T 36.1—2011  
代替 YS/T 36.1—1992

---

### 高纯锡化学分析方法 第 1 部分：砷量的测定 砷斑法

Methods for chemical analysis of high-purity Tin—  
Part 1: Determination of arsenic content—  
Arsenic stain method

2011-12-20 发布

2012-07-01 实施

---

中华人民共和国有色金属  
行业标准  
高纯锡化学分析方法  
第1部分:砷量的测定  
砷斑法

YS/T 36.1—2011

\*

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.gb168.cn

服务热线:010-68522006

2012年8月第一版

\*

书号:155066·2-23860

版权专有 侵权必究

## 前 言

YS/T 36《高纯锡化学分析方法》共包括 3 个部分：

——第 1 部分：砷量的测定 砷斑法；

——第 2 部分：铈量的测定 孔雀绿分光光度法；

——第 3 部分：镁、铝、钙、铁、钴、镍、铜、锌、银、钢、金、铅、铋量的测定 电感耦合等离子体质谱法。

本部分为 YS/T 36 的第 1 部分。

本部分按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本部分代替 YS/T 36.1—1992《高纯锡化学分析方法 DDTC-Ag 分光光度法测定砷量》，与 YS/T 36.1—1992 相比，主要有如下变化：

——测定方法由分光光度法改为砷斑法；

——测定范围由 0.000 05%~0.000 30%修改为 0.000 01%~0.000 10%；

——补充了精密度、质量保证和控制条款；

——补充了“试验报告”要求。

本部分由全国有色金属标准化技术委员会(SAC/TC 243)提出并归口。

本部分负责起草单位：株洲冶炼集团股份有限公司。

本部分参加起草单位：广西华锡集团股份有限公司、北京矿冶研究总院。

本部分起草人：金智宏、何宗蒲、朱小峰、黄小美、林信钊、黄旭、姜求韬。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

——YS/T 36.1—1992。

# 高纯锡化学分析方法

## 第1部分:砷量的测定

### 砷斑法

**警告**——使用本标准的人员应有正规实验室工作的实践经验。本标准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

YS/T 36 的本部分规定了高纯锡中砷含量的测定方法。

本部分适用于高纯锡中砷含量的测定。测定范围:0.000 01%~0.000 10%。

#### 2 方法原理

试料用盐酸和硝酸溶解,在盐酸溶液中用锌粒将砷还原成砷化氢,所生成的砷化氢与溴化汞纸片反应,生成黄棕色的砷化汞斑点,斑点颜色的深浅与砷量成正比。借此与标准色阶进行比较得出砷量。

#### 3 试剂

除非另有说明,在分析中使用确认为优级纯的试剂和蒸馏水或去离子水或相当纯度的水。实验所用器皿均用硝酸溶液(1+19)充分浸泡后用水彻底清洗干净。

- 3.1 无砷锌粒( $w_{As} \leq 0.000\ 001\%$ )。
- 3.2 盐酸( $\rho=1.19\text{ g/mL}$ ):UP级或相当纯度。
- 3.3 硝酸( $\rho=1.42\text{ g/mL}$ ):UP级或相当纯度。
- 3.4 硫酸( $\rho=1.84\text{ g/mL}$ ):UP级或相当纯度。
- 3.5 盐酸(1+1)。
- 3.6 硫酸(1+1)。
- 3.7 碘化钾溶液(150 g/L):称取 15 g 碘化钾溶于 100 mL 水中,混匀。贮存于棕色瓶中。
- 3.8 二氯化锡溶液(100 g/L):称取 10 g 二氯化锡溶于 50 mL 热盐酸(3.2)中,加入 50 mL 水,混匀。现用现配。
- 3.9 醋酸铅棉花:将脱脂棉浸于 4%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。
- 3.10 溴化汞纸片:将定量滤纸浸于 5%溴化汞酒精溶液中,40 min 后取出,于空气中自然干燥。
- 3.11 砷标准贮存溶液:准确称取 0.132 0 g 基准试剂三氧化二砷(预先在硫酸干燥器中干燥)于 300 mL 烧杯中,加入 20 mL 氢氧化钠溶液(100 g/L),加热溶解完全,用盐酸(3.5)中和至微酸性,冷却,移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含砷 100  $\mu\text{g}$ 。
- 3.12 砷标准溶液:移取砷标准贮存溶液(3.11)10.00 mL 于 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含砷 1  $\mu\text{g}$ 。

#### 4 仪器装备

熏砷瓶(示意图见图 1)。