



中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T 536.7—2009
代替 YS/T 536.7—2006

铋化学分析方法 砷量的测定 原子荧光光谱法

Methods for chemical analysis of bismuth—
Determination of arsenic content—
Atomic fluorescence spectrometric method

2009-12-04 发布

2010-06-01 实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布

前 言

YS/T 536—2009《铋化学分析方法》分为 13 个部分：

- YS/T 536.1 铋化学分析方法 铜量的测定 双乙醛草酰二脒分光光度法；
- YS/T 536.2 铋化学分析方法 铁量的测定 电热原子吸收光谱法；
- YS/T 536.3 铋化学分析方法 铈量的测定 孔雀绿分光光度法；
- YS/T 536.4 铋化学分析方法 银量的测定 火焰原子吸收光谱法和电热原子吸收光谱法；
- YS/T 536.5 铋化学分析方法 锌量的测定 固液萃取分离-火焰原子吸收光谱法；
- YS/T 536.6 铋化学分析方法 铅量的测定 电热原子吸收光谱法；
- YS/T 536.7 铋化学分析方法 砷量的测定 原子荧光光谱法；
- YS/T 536.8 铋化学分析方法 氯量的测定 硫氰酸汞分光光度法；
- YS/T 536.9 铋化学分析方法 碲量的测定 砷共沉淀-示波极谱法；
- YS/T 536.10 铋化学分析方法 锡量的测定 铍共沉淀-分光光度法；
- YS/T 536.11 铋化学分析方法 汞量的测定 原子荧光光谱法；
- YS/T 536.12 铋化学分析方法 镍量的测定 电热原子吸收光谱法；
- YS/T 536.13 铋化学分析方法 镉量的测定 电热原子吸收光谱法。

本部分为第 7 部分。

本部分代替 YS/T 536.7—2006(原 GB/T 8220.7—1998)《铋化学分析方法 离子交换分离-氢化物发生-火焰原子吸收光谱法测定砷量》。与 YS/T 536.7—2006 相比,本部分主要有如下变动：

- 采用原子荧光光谱法替代氢化物发生-火焰原子吸收光谱法；
- 补充了精密度与质量保证和控制条款。

本部分由全国有色金属标准化技术委员会提出并归口。

本部分由株洲冶炼集团股份有限公司负责起草。

本部分由陕西东岭冶炼有限责任公司起草。

本部分由中金岭南韶关冶炼厂、株洲冶炼集团股份有限公司参加起草。

本部分主要起草人：李雪、时英平、兰金波。

本部分主要验证人：胡胭脂、张小军、张东光、雷素函。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

- YS/T 536.7—2006。

铋化学分析方法

砷量的测定 原子荧光光谱法

1 范围

本部分规定了铋中砷量的测定。

本部分适用于铋中砷量的测定。测定范围(质量分数):0.000 03%~0.001 2%。

2 方法提要

试料用硝酸溶解。在稀硝酸介质中,通过阳离子交换柱使砷与基体分离,以抗坏血酸进行预还原,在氢化物发生器中,砷被硼氢化钾还原为氢化物,用氩气导入石英炉原子化器中,于原子荧光光谱仪上测量砷的荧光强度。

3 试剂

3.1 市售试剂

3.1.1 硝酸(ρ 1.42 g/mL),优级纯。

3.1.2 盐酸(ρ 1.19 g/mL),优级纯。

3.2 溶液

3.2.1 硝酸(1+1)。

3.2.2 硝酸(1+40)。

3.2.3 盐酸(1+1)。

3.2.4 抗坏血酸溶液(50 g/L,用时现配)。

3.2.5 碘化钾溶液(500 g/L,用时现配)。

3.2.6 硼氢化钾溶液(15 g/L):称取 15 g 硼氢化钾固体,溶于 1 000 mL 氢氧化钾(1 g/L)溶液中,用时现配。

3.3 标准溶液

3.3.1 砷标准贮存溶液:称取 0.132 1 g 三氧化二砷(三氧化二砷的质量分数 \geq 99.9%,预先在硫酸干燥器中干燥 24 h),溶于 2 mL 氢氧化钠溶液(50 g/L)中,用硝酸(3.2.2)移入 1 000 mL 容量瓶中并稀释至刻度。混匀。此溶液 1 mL 含 0.1 mg 砷。

3.3.2 砷标准溶液:移取 5.00 mL 砷标准贮存溶液(3.3.1),置于 1 000 mL 容量瓶中,用硝酸(3.2.2)稀释至刻度。混匀。此溶液 1 mL 含 0.5 μ g 砷。

4 仪器及装置

4.1 阳离子交换柱:在 25 mL 酸式滴定管中,带水装入预先经水浸泡 24 h、盐酸(5+95)浸泡 4 h、水洗至 pH3~pH4 的强酸性 732 阳离子交换树脂 15 mL(相当于 6 g 干树脂)。

4.2 原子荧光光谱仪,附砷高强度空心阴极灯。

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 1×10^{-9} g/mL。

精密度:用 0.1 μ g/mL 的砷标准溶液测量荧光强度 10 次,其标准偏差应不超过平均荧光强度 5.0%。