



中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T 536.9—2009
代替 YS/T 536.9—2006

铋化学分析方法 碲量的测定 砷共沉淀-示波极谱法

Methods for chemical analysis of bismuth—
Determination of tellurium content—
Coprecipitation with arsenic-oscillopolarographic 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 双乙醛草酰二脲分光光度法；
- 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 9 部分。

本部分代替 YS/T 536.9—2006(原 GB/T 8220.9—1998)《铋化学分析方法 砷共沉淀-示波极谱法测定碲量》。与 YS/T 536.9—2006 相比,本部分主要有如下变动:

- 对文本格式进行了修改；
- 补充了精密度、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。

本部分由株洲冶炼集团股份有限公司起草。

本部分由水口山有色金属集团有限公司、湖南柿竹园有限责任公司参加起草。

本部分主要起草人:张东光、向德磊。

本部分主要验证人:潘仁球、王周林。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为:

- YS/T 536.9—2006。

铋化学分析方法

砷量的测定 砷共沉淀-示波极谱法

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 2%~0.001 5%。

2 方法提要

试料用硝酸分解,在 6 mol/L 盐酸介质中,以硫酸铜作催化剂,用砷共沉淀砷,使其与主体分离,于硫酸-氯化钠底液中,在示波极谱仪峰电位-0.85 V 处测量峰电流,以标准曲线法计算砷量。

3 试剂

3.1 市售试剂

3.1.1 次亚磷酸钠。

3.1.2 盐酸(ρ 1.19 g/mL),优级纯。

3.1.3 硝酸(ρ 1.42 g/mL),优级纯。

3.1.4 高氯酸(ρ 1.67 g/mL),优级纯。

3.2 溶液

3.2.1 盐酸(1+1)。

3.2.2 硝酸(2+1)。

3.2.3 硫酸(1+1)。

3.2.4 氢氧化钠溶液(200 g/L)。

3.2.5 氯化钠溶液(300 g/L),优级纯。

3.2.6 硫酸铜溶液($\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$,100 g/L)。

3.2.7 盐酸羟胺溶液(200 g/L),用时现配。

3.2.8 盐酸洗液:500 mL 盐酸(1+11)中加 1 g 次亚磷酸钠。

3.2.9 溴饱和硝酸:硝酸中加入适量的溴使其达到饱和。

3.2.10 甲基红乙醇溶液(0.5 g/L)。

3.2.11 砷溶液:称取 0.66 g 三氧化二砷(砷的质量分数 $\geq 99.9\%$,预先在硫酸干燥器中干燥 24 h)于 100 mL 烧杯中,加 20 mL 氢氧化钠溶液(3.2.4),加热溶解,冷却,移入 500 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 1 mg 砷。

3.2.12 铋溶液:称取 0.5 g 铋(铋的质量分数 $\geq 99.999\%$)置于 150 mL 烧杯中,加入 5 mL 硝酸(3.2.2),加热溶解,取下,加入 3 mL 高氯酸(3.1.4),蒸至冒烟,取下,冷却。用水吹洗表皿及杯壁再蒸至冒烟,取下,冷却,加入 10 mL 高氯酸(3.1.4),移入 250 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 2 mg 铋。

3.3 标准溶液

3.3.1 砷标准贮存溶液:称取 0.100 0 g 砷(砷的质量分数 $\geq 99.99\%$),置于 200 mL 烧杯中,加入 10 mL 硝酸(3.2.2),加热溶解,取下,冷却。加入 3 mL 高氯酸(3.1.4),蒸至冒烟,取下,冷却。用水吹洗表皿及杯壁再蒸至冒烟,取下,冷却,加入 10 mL 高氯酸(3.1.4),移入 1 000 mL 容量瓶中,以水稀释