

中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T 521.3—2009
代替 YS/T 521.2—2006

粗铜化学分析方法 第 3 部分：砷量的测定 方法 1 氢化物发生-原子荧光光谱法 方法 2 溴酸钾滴定法

Methods for chemical analysis of blister copper—
Part 3: Determination of arsenic content—Hydride generation-atomic
fluorescence spectrometric method—Potassium bromate titration

2009-12-04 发布

2010-06-01 实施

前 言

YS/T 521—2009《粗铜化学分析方法》分为 6 个部分：

——第 1 部分：铜量的测定 碘量法

——第 2 部分：金和银量的测定 火试金法

——第 3 部分：砷量的测定

方法 1 氢化物发生-原子荧光光谱法

方法 2 溴酸钾滴定法

——第 4 部分：铅、铋、锑量的测定 火焰原子吸收光谱法

——第 5 部分：锌和镍量的测定 火焰原子吸收光谱法

——第 6 部分：砷、铅、铋、锑、锌和镍量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法

本部分为 YS/T 521 的第 3 部分。

本部分代替 YS/T 521.2—2006《粗铜化学分析方法 砷量的测定》(原 GB/T 5120.2—1995)。

与 YS/T 521.2—2006 相比,本部分有如下变动：

——对文本格式进行了修改；

——补充了精密度与质量保证和控制条款。

本部分由中国有色金属标准化技术委员会提出并归口。

本部分负责起草单位：大冶有色金属公司。

本部分参加起草单位：云南铜业股份有限公司。

本部分主要起草人：胡军凯、袁功启、何梅、施小英、刘艳、邓娟、陈渝滨。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

——GB 5120.3—1985、GB/T 5120.2—1995；

——YS/T 521.2—2006。

粗铜化学分析方法

第 3 部分：砷量的测定

方法 1 氢化物发生-原子荧光光谱法

1 范围

YS/T 521 的本方法规定了粗铜中砷量的测定方法。

本方法适用于粗铜中砷量的测定,测量范围:砷的质量分数 0.02%~0.15%。

2 方法提要

试料用稀硝酸溶解。在盐酸介质中,用硫脲-抗坏血酸进行预还原,在氢化物发生器中,于原子荧光光谱仪上测量其荧光强度,按标准曲线法计算砷的质量分数。

3 试剂

除非另有说明,在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和蒸馏水或去离子水或相当纯度的水。

3.1 盐酸(ρ 1.19 g/mL)。

3.2 硝酸(ρ 1.42 g/mL)。

3.3 硝酸(1+1)。

3.4 硫脲-抗坏血酸混合液:称取硫脲、抗坏血酸各 5.0 g,以水溶解后,稀释至 100 mL,混匀。

3.5 硼氢化钾溶液(10 g/L):称取 5.0 g 硼氢化钾,溶于氢氧化钠溶液(2 g/L)中,并用该氢氧化钠溶液稀释至 500 mL,混匀。用时现配。

3.6 砷标准贮存溶液:称取 0.132 0 g 基准三氧化二砷(预先在 100 °C~105 °C 烘 1 h,置于干燥器冷至室温)于 100 mL 烧杯中,加入 5 mL 氢氧化钠溶液(200 g/L),低温加热使其溶解,加 5 mL 水,2 滴酚酞乙醇溶液(1 g/L),用硫酸(1+1)中和至红色刚消失后再过量 2 mL,移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 100 μ g 砷。

3.7 砷标准溶液:移取 20.00 mL 砷标准贮存溶液于 500 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 4 μ g 砷。

3.8 氙气(质量分数 \geq 99.99%)。

4 仪器

原子荧光光谱仪,附屏蔽式石英炉原子化器、玻璃质氢化物发生器及砷特制空心阴极灯或高强度空心阴极灯。

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:大于 9×10^{-10} 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的 5.0%。

5 分析步骤

5.1 试料

按筛分后的质量比合称 0.25 g 试样,精确到 0.000 1 g。