



中华人民共和国国家标准

GB/T 8151.7—2012
代替 GB/T 8151.7—2000

锌精矿化学分析方法 第7部分：砷量的测定 氢化物发生-原子荧光光谱法和 溴酸钾滴定法

Methods for chemical analysis of zinc concentrates—
Part 7: Determination of arsenic content—
Hydride generation-atomic fluorescence spectrometry and the
potassium bromate titrimetric method

2012-12-31 发布

2013-10-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会 发布

前 言

GB/T 8151《锌精矿化学分析方法》分为 20 个部分：

- 第 1 部分：锌量的测定 沉淀分离 Na_2EDTA 滴定法和萃取分离 Na_2EDTA 滴定法；
- 第 2 部分：硫量的测定 燃烧中和滴定法；
- 第 3 部分：铁量的测定 Na_2EDTA 滴定法；
- 第 4 部分：二氧化硅量的测定 钼蓝分光光度法；
- 第 5 部分：铅量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 6 部分：铜量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 7 部分：砷量的测定 氢化物发生-原子荧光光谱法和溴酸钾滴定法；
- 第 8 部分：镉量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 9 部分：氟量的测定 离子选择电极法；
- 第 10 部分：锡量的测定 氢化物发生-原子荧光光谱法；
- 第 11 部分：铋量的测定 氢化物发生-原子荧光光谱法；
- 第 12 部分：银量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 13 部分：锗量的测定 氢化物发生-原子荧光光谱法和苯芴酮分光光度法；
- 第 14 部分：镍量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 15 部分：汞量的测定 原子荧光光谱法；
- 第 16 部分：钴量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 17 部分：铟量的测定 氢氧化物沉淀- Na_2EDTA 滴定法；
- 第 18 部分：铊量的测定 离子交换- Na_2EDTA 滴定法；
- 第 19 部分：金和银量的测定 铅析或灰吹火试金和火焰原子吸收光谱法；
- 第 20 部分：铜、铅、铁、砷、镉、铋、钙、镁量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法。

本部分为 GB/T 8151 的第 7 部分。

本部分按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本部分方法 1 为氢化物发生-原子荧光光谱法；方法 2 为溴酸钾滴定法。测定范围交叉部分，以方法 1 作为仲裁方法。

本部分代替 GB/T 8151.7—2000《锌精矿化学分析方法 砷量的测定》。与 GB/T 8151.7—2000 相比，主要有如下变动：

- 对文本格式进行了修改；
- 补充了精密度和试验报告。

本部分由全国有色金属标准化技术委员会(SAC/TC 243)归口。

本部分负责起草单位：中冶葫芦岛有色金属集团有限公司。

本部分方法 1 起草单位：中冶葫芦岛有色金属集团有限公司。

本部分方法 2 起草单位：北京矿冶研究总院。

本部分方法 1 参加起草单位：巴彦淖尔紫金有色金属有限公司、河南豫光金铅股份有限公司、北京矿冶研究总院、中华人民共和国辽宁出入境检验检疫局。

本部分方法 2 参加起草单位：中冶葫芦岛有色金属集团有限公司、中条山有色金属集团有限公司、昆明冶金研究院、大冶有色金属集团控股有限公司。

GB/T 8151.7—2012

本部分方法 1 主要起草人：李合庆、李杰、赵红艳、李琼莉、余伟、王芳、张亚兵、马丽、张威、李岩、董秀文。

本部分方法 2 主要起草人：陈殿耿、王皓莹、曹艳、赵红艳、张光华、常冀湘、刘英波、王建琴、潘晓玲、李玉琴。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

——GB/T 8151.7—1987、GB/T 8151.7—2000。

锌精矿化学分析方法

第7部分:砷量的测定

氢化物发生-原子荧光光谱法和 溴酸钾滴定法

1 范围

GB/T 8151 的本部分规定了锌精矿中砷量的测定方法。

本部分适用于锌精矿中砷量的测定。方法 1 测定范围:0.005 0%~0.80%;方法 2 测定范围:0.10%~2.00%。

2 方法 1 氢化物发生-原子荧光光谱法

2.1 方法提要

试料以硝酸、硫酸溶解。在 10%盐酸介质中,用硫脲-抗坏血酸将砷预还原,同时也掩蔽铜、铁、银等杂质元素,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其荧光强度。

2.2 试剂

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

2.2.1 氯酸钾。

2.2.2 盐酸(ρ 1.19 g/mL)。

2.2.3 硝酸(ρ 1.42 g/mL)。

2.2.4 硫酸(1+1)。

2.2.5 硫酸(1+4)。

2.2.6 盐酸(1+9)。

2.2.7 氢氧化钾(5 g/L)。

2.2.8 氢氧化钾(100 g/L)。

2.2.9 硫脲-抗坏血酸溶液(50 g/L),当天配制。

2.2.10 硼氢化钾溶液(20 g/L):称取 10.0 g 硼氢化钾溶解于 500 mL 氢氧化钾溶液(2.2.7)中,当天配制。

2.2.11 砷标准贮存溶液:称取 0.132 0 g 已于硫酸干燥器中干燥过的三氧化二砷($w_{As_2O_3} \geq 99.99\%$)于 300 mL 烧杯中,加 20 mL 氢氧化钾(2.2.8),加热溶解,加 5 mL 硫酸(2.2.4),以硫酸(2.2.5)稀释至 1 000 mL。此溶液 1 mL 含 100 μ g 砷。

2.2.12 砷标准溶液:移取 5.00 mL 砷标准贮存溶液(2.2.11)于 500 mL 容量瓶中,加入 75 mL 盐酸(2.2.2),用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 1 μ g 砷。

2.3 仪器

原子荧光光谱仪,附砷特制高强度空心阴极灯。