

高纯铅化学分析方法 第 2 部分：砷量的测定 原子荧光光谱法

Methods for chemical analysis of high pure lead—
Part 2: Determination of arsenic content—
Atomic fluorescence spectrometry

中华人民共和国有色金属
行业标准
高纯铅化学分析方法
第 2 部分：砷量的测定
原子荧光光谱法
YS/T 229.2—2013

*
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.spc.net.cn
总编室:(010)64275323 发行中心:(010)51780235
读者服务部:(010)68523946
中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
各地新华书店经销

*
开本 880×1230 1/16 印张 0.5 字数 8 千字
2014 年 4 月第一版 2014 年 4 月第一次印刷

*
书号: 155066·2-26740 定价 14.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换
版权专有 侵权必究
举报电话:(010)68510107



YS/T 229.2-2013

2013-10-17 发布

2014-03-01 实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布

- 检出极限:不大于 2.5×10^{-10} g/mL。
- 精密度:用 5 ng/mL 的砷标准溶液测量 10 次荧光强度,其标准偏差不应超过平均荧光强度的 10.0%。

原子荧光光谱仪的参考工作条件:

- 灯电流 40 mA;
- 负高压 300 V;
- 载气流量 300 mL/min;
- 屏蔽气流量 700 mL/min;
- 读数延迟时间 1 s;
- 读数时间 15 s。

5 试样

将试样加工成最大边长不超过 2 mm 的样屑。

6 分析步骤

6.1 试料

称取 5.0 g 试样,精确到 0.001 g。

6.2 空白试验

随同试料做空白试验。

6.3 测定

6.3.1 将试料(6.1)置于 100 mL 石英烧杯中,加入 15 mL 硝酸(3.3),盖上表面皿,低温加热至完全溶解,煮沸驱除氮的氧化物。取下,冷却,以水洗表面皿及杯壁,移入 100 mL 容量瓶中。

6.3.2 加入 30 mL 盐酸(3.4)、10 mL 硫脲-抗坏血酸混合溶液(3.6),以水定容,混匀,放置 30 min。

6.3.3 按仪器工作条件,以盐酸(3.5)为载流、硼氢化钾溶液(3.7)为还原剂、氩气(3.10)为屏蔽气和载气测量砷的荧光强度,减去空白溶液的荧光强度,在工作曲线上查得砷的浓度。

6.4 工作曲线绘制

6.4.1 分别移取 0 mL、0.50 mL、1.00 mL、2.00 mL、4.00 mL、6.00 mL 砷标准溶液(3.9)于一组 100 mL 容量瓶中,分别加入 30 mL 盐酸(3.4)、10 mL 硫脲-抗坏血酸混合溶液(3.6),以水定容,混匀,放置 30 min。用时现配。

6.4.2 以盐酸(3.5)为载流、硼氢化钾溶液(3.7)为还原剂,在设定仪器工作条件下测量砷的荧光强度。减去“零”浓度标准溶液的荧光强度,以砷的浓度为横坐标、荧光强度为纵坐标绘制工作曲线。

7 分析结果的计算

砷的含量以砷的质量分数 w_{As} 计,数值以 % 表示,按式(1)计算:

$$w_{As} = \frac{\rho \cdot V \times 10^{-9}}{m} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (1)$$

前 言

YS/T 229—2013《高纯铅化学分析方法》分为四个部分:

- 第 1 部分:银、铜、铋、铝、镍、锡、镁和铁量的测定 化学光谱法;
- 第 2 部分:砷量的测定 原子荧光光谱法;
- 第 3 部分:锑量的测定 原子荧光光谱法;
- 第 4 部分:痕量杂质元素含量的测定 辉光放电质谱法。

本部分为 YS/T 229 的第 2 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 229.2—1994《高纯铅中砷量的测定(砷钼蓝吸光光度法)》。与 YS/T 229.2—1994 相比,主要变化如下:

- 改变了测定方法,采用原子荧光光谱法;
- 增加了“精密度”条款;
- 增加了“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)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:中国有色桂林矿产地质研究院有限公司、北京矿冶研究总院、白银有色集团股份有限公司。

本部分主要起草人:向德磊、姜晴、郭军、陈祝炳、黄智、陈殿耿、马丽、王冬珍、韦文辉、马得莉。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为:

- YS/T 229.2—1994;