

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

中华人民共和国有色金属
行业标准
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
YS/T 521.3—2009

*
中国标准出版社出版发行
北京复兴门外三里河北街 16 号
邮政编码：100045

网址 www.spc.net.cn
电话：68523946 68517548

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 0.75 字数 12 千字
2010 年 3 月第一版 2010 年 3 月第一次印刷

*
书号：155066·2-20530 定价 16.00 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)68533533



YS/T 521.3—2009

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 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。

V_1 ——标定时滴定砷标准溶液消耗溴酸钾标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

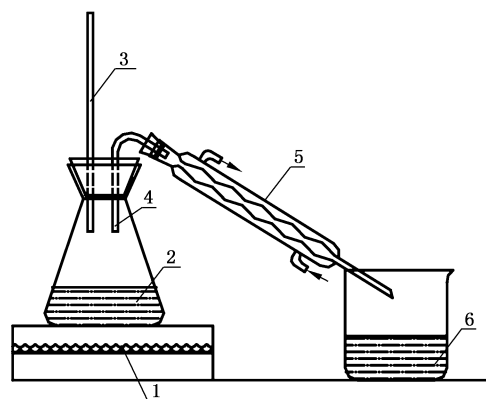
V_0 ——标定时滴定空白试液消耗溴酸钾标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

74.92——砷的摩尔质量,单位为克每摩尔(g/mol)。

平行标定三份测定值的相对误差不大于0.2%时,取其平均值,否则重新标定。

12 装置

蒸馏装置,见图1。



- 1——电炉(带调压器);
2——蒸馏瓶(250 mL);
3——水银温度计;
4——玻璃导管;
5——冷凝管(球形);
6——烧杯(250 mL)。

图1 蒸馏装置示意图

13 分析步骤

13.1 试料

按筛分后的质量比合称0.50 g~1.00 g试样,精确至0.000 1 g。

独立地进行两次试验,取其平均值。

13.2 空白试验

随同试料做空白试验。

13.3 测定

13.3.1 将试料(13.1)置于250 mL烧杯中,加入15 mL硝酸(11.5),盖上表面皿,置于电热板上低温加热至试料完全溶解,溶液蒸发至约10 mL。加入5 mL硫酸(11.6),加热冒浓烟至溶液体积约1 mL,取下稍冷。加入10 mL盐酸(11.4),低温溶解盐类。取下,用水洗涤表面皿及杯壁,冷至室温。

13.3.2 将试液移入预先盛有2 g溴化钾(11.2),0.5 g硫酸联氨(11.1)的250 mL蒸馏瓶中,加入35 mL盐酸(11.3),用水洗净烧杯,洗液并入蒸馏瓶中使溶液总体积约80 mL。联接好蒸馏装置(蒸馏温度在105℃~108℃)。馏出物用预先盛有50 mL水的250 mL烧杯水接。待蒸馏瓶中残留液的体积约为原体积的三分之一时,停止蒸馏,冷至室温。

13.3.3 取下蒸馏瓶,用20 mL~50 mL水洗涤冷凝管内壁。洗液并入吸收瓶中,加热60℃~70℃,加入2滴甲基橙指示剂(11.7),用溴酸钾标准滴定溶液(11.9)滴定至红色消失为终点。

14 分析结果的计算

按公式(3)计算砷的质量分数 w_{As} ,数值以%表示:

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℃~105℃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。