



YS/T521.2-2006

中华人民共和国国家标准

调整为: YS/T 521.2-2006

粗铜化学分析方法 砷量的测定

GB/T 5120.2-1995

Methods for chemical analysis of blister copper
—Determination of arsenic content

代替 GB 5120.3-85

98116b

第一篇 方法1 氢化物发生-原子荧光光谱法

1 主题内容与适用范围

本标准规定了粗铜中砷含量的测定方法。

本标准适用于粗铜中砷含量的测定。测定范围:0.02%~0.15%。

2 引用标准

GB 1.4 标准化工作导则 化学分析方法标准编写规定

GB 1467 冶金产品化学分析方法标准的总则及一般规定

GB 4470 火焰发射、原子吸收和原子荧光光谱分析术语

3 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量。

4 试剂

4.1 盐酸(ρ 1.19 g/mL)。

4.2 硝酸(1+1)。

4.3 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。

4.4 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。

4.5 砷标准贮存溶液:称取0.1320 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1000 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。此溶液1 mL 含100 μ g 砷。4.6 砷标准溶液:移取20.00 mL 砷标准贮存溶液于50 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。此溶液1 mL 含4 μ g 砷。

5 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

国家技术监督局1995-10-17批准

1996-03-01实施

心阴极灯。

氩气：用作屏蔽气、载气。

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：不大于 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%。

仪器工作条件见附录 A(参考件)。

6 分析步骤

6.1 试料

称取 0.25 g 试样，精确至 0.000 1 g。

独立地进行两次测定，取其平均值。

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 250 mL 烧杯中，加入 10 mL 硝酸，盖上表皿，加热使其完全溶解并蒸至溶液体积约 5 mL，取下，用水洗涤表皿及杯壁，冷至室温，移入 100 mL 容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀。

6.3.2 移取 5.00 mL 试液(6.3.1)于 100 mL 容量瓶中，加 40 mL 水、20 mL 盐酸、10 mL 硫脲-抗坏血酸混合溶液，以水稀释至刻度，混匀。

6.3.3 移取 2.00 mL 试液(6.3.2)于氢化物发生器中，按仪器操作程序，测量其荧光强度。减去随同试料的空白溶液的荧光强度，从工作曲线上查出相应的砷浓度。

6.4 工作曲线的绘制

6.4.1 移取 0, 1.00, 2.00, 3.00, 4.00, 5.00 mL 砷标准溶液于一组 100 mL 容量瓶中，加 40 mL 水、20 mL 盐酸、10 mL 硫脲-抗坏血酸混合溶液，以水稀释至刻度，混匀。

6.4.2 在与试料测定相同条件下，测量标准溶液系列的荧光强度，减去“零”浓度溶液的荧光强度，以砷浓度为横坐标，相应的荧光强度为纵坐标，绘制工作曲线。

7 分析结果的表述

按式(1)计算砷的百分含量：

$$As(\%) = \frac{c V \times 10^{-6}}{m_0 r} \times 100 \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中：c——从工作曲线上查得的砷浓度， μ g/mL；

V——试液总体积，mL；

r——试液分取比；

m_0 ——试料的质量，g。

所得结果表示至二位小数，若含量小于 0.1% 时，表示至三位小数。

8 允许差

实验室间分析结果的差值应不大于表 1 所列允许差。