

中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T 1115.14—2016

铜原矿和尾矿化学分析方法 第 14 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 copper ores and tailings—
Part 14: Determination of arsenic content—Hydride generation-atomic
fluorescence spectrometric and potassium bromate titrimetric method

2016-07-11 发布

2017-01-01 实施

前 言

YS/T 1115—2016《铜原矿和尾矿化学分析方法》分为以下 14 个部分：

- 第 1 部分：铜量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 2 部分：铅量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 3 部分：锌量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 4 部分：镍量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 5 部分：钴量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 6 部分：镉量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 7 部分：锰量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 8 部分：镁量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 9 部分：硫量的测定 高频红外吸收法和燃烧-碘酸钾滴定法；
- 第 10 部分：磷量的测定 钼蓝分光光度法；
- 第 11 部分：钨量的测定 硫氰酸盐分光光度法；
- 第 12 部分：铜、铅、锌、镍、钴、镉、镁和锰量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法；
- 第 13 部分：氟量的测定 离子选择电极法和离子色谱法；
- 第 14 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。

本部分为 YS/T 1115—2016 的第 14 部分。

本部分按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本部分由全国有色金属标准化技术委员会(SAC/TC 243)归口。

本部分主要起草单位：北京矿冶研究总院、连云港出入境检验检疫局。

本部分参加起草单位：西北有色金属研究院、天津出入境检验检疫局、常熟出入境检验检疫局、大冶有色金属集团控股有限公司、南通出入境检验检疫局、浙江富冶集团有限公司。

方法 1 主要起草人：王恒、夏新媛、赵秀荣、刘雷雷、马丽、苏明跃、刘烽、窦怀智、乔柱、刘润婷、杨丽飞、钱燕。

方法 2 主要起草人：王恒、夏新媛、姜郁、王金磊、马丽、陈兰、廖家章、刘润婷、孙瑞泽、许敏。

铜原矿和尾矿化学分析方法

第 14 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

YS/T 1115 的本部分规定了铜原矿和尾矿中砷量的测定方法。

本部分适用于铜原矿和尾矿中砷量的测定。氢化物发生原子荧光光谱法测定范围为 0.002 0%~0.20%;溴酸钾滴定法测定范围为大于 0.20%~1.00%。

2 方法 1 氢化物发生原子荧光光谱法

2.1 方法提要

试料经硝酸和氯酸钾分解,用抗坏血酸进行预还原,以硫脲掩蔽杂质元素,用硼氢化钾将砷还原成氢化物,用氬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,用工作曲线法计算砷量。

2.2 试剂

除非另有规定,在分析中仅使用确认为分析纯的试剂,所用水均为蒸馏水或去离子水或相当纯度的水。

2.2.1 硫脲。

2.2.2 抗坏血酸。

2.2.3 硼氢化钾。

2.2.4 氢氧化钠,优级纯。

2.2.5 氯酸钾,优级纯。

2.2.6 盐酸($\rho=1.19$ g/mL),优级纯。

2.2.7 硝酸($\rho=1.42$ g/mL),优级纯。

2.2.8 硫酸($\rho=1.84$ g/mL),优级纯。

2.2.9 盐酸(1+1)。

2.2.10 硫酸(1+1)。

2.2.11 盐酸(1+9)。

2.2.12 氢氧化钠溶液(200 g/L)。

2.2.13 硫脲-抗坏血酸混合溶液:称取 5 g 硫脲(2.2.1)和 5 g 抗坏血酸(2.2.2),用水溶解,稀释至 100 mL,混匀。用时现配。

2.2.14 硼氢化钾及氢氧化钠混合溶液:称取 2.5 g 硼氢化钾(2.2.3)和 0.4 g 氢氧化钠(2.2.4)溶于 100 mL 水中,混匀。用时现配。

2.2.15 砷标准贮存溶液:称取 0.132 0 g 三氧化二砷(基准试剂,预先在 100 °C~105 °C 烘 1 h,置于干燥器中冷却至室温)于 100 mL 烧杯中,加 5 mL 氢氧化钠溶液(2.2.12),低温加热使其溶解,加 50 mL 水,2 滴酚酞乙醇溶液(2.2.18),用盐酸(2.2.9)中和至红色刚消失,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。