

中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T 229.2—2013
代替 YS/T 229.2—1994

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

2013-10-17 发布

2014-03-01 实施

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：铈量的测定 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；

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

警告——使用本标准的人员应有正规实验室工作的实践经验。本标准并未指出所有可能的安全问题。使用者有责任采取适当的安全和健康措施,并保证符合国家有关法规规定的条件。

1 范围

YS/T 229 的本部分规定了高纯铅中砷量的测定方法。

本部分适用于高纯铅中砷量的测定。测定范围: $0.05 \times 10^{-4} \% \sim 0.6 \times 10^{-4} \%$ (质量分数)。

2 方法原理

试料以硝酸溶解,以氯化铅沉淀分离主体铅,在硫脲-抗坏血酸存在下,于盐酸介质中砷被硼氢化钾还原成砷的氢化物,用氩气导入石英炉原子化器中,于原子荧光光谱仪上测量砷的荧光强度。

3 试剂

除非另有说明,在分析中仅使用确认为高纯试剂和一级水或相当纯度的水。

3.1 硝酸($\rho = 1.42 \text{ g/mL}$)。

3.2 盐酸($\rho = 1.19 \text{ g/mL}$)。

3.3 硝酸(1+2)。

3.4 盐酸(1+1)。

3.5 盐酸(1+4)。

3.6 硫脲-抗坏血酸混合溶液(50 g/L):称取 5 g 硫脲(优级纯)、5 g 抗坏血酸(优级纯),用水溶解后,稀释至 100 mL,混匀。用时现配。

3.7 硼氢化钾溶液(25 g/L):称取 5 g 硼氢化钾(优级纯),加入预先溶有 1 g 氢氧化钾(优级纯)的 200 mL 水中。用时现配。

3.8 砷标准贮存溶液:称取 0.100 0 g 砷($w_{\text{As}} \geq 99.99\%$),置于 150 mL 烧杯中,加入 20 mL 硝酸(3.3),低温加热溶解,冷却,移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含砷 100 μg 。

3.9 砷标准溶液:移取 2.50 mL 砷标准贮存溶液(3.8)于 500 mL 容量瓶中,加入 50 mL 盐酸(3.2),用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含砷 0.50 μg 。

3.10 氩气(纯度 $\geq 99.99\%$)。

4 仪器

原子荧光光谱仪,附砷高强度空心阴极灯。

在仪器最佳工作条件下,凡达到下列指标均可使用: