ICS 73.060
D 42

中华人民共和国国家标准

GB/T 8151.7—2000

锌精矿化学分析方法
砷量的测定

Methods for chemical analysis of zinc concentrates
—Determination of arsenic content

2000-02-16 发布　　2000-08-01 实施

国家质量技术监督局 发布

前　言

本标准采用两种化学分析方法测定锌精矿中的砷量。方法1“氢化物发生-原子荧光光谱法测定砷量”为新方法；鉴于原子荧光光谱仪目前尚未普及，方法2继续保留原方法“锌精矿化学分析方法　溴酸钾滴定法测定砷量”。推荐“氢化物发生-原子荧光光谱法测定砷量”作为仲裁检验方法。

本标准遵守：

GB/T 1.1—1993　标准化工作导则　第1单元：标准的起草与表述规则　第1部分：标准编写的基本规定

GB/T 1.4—1988　标准化工作导则　化学分析方法标准编写规定

GB/T 1467—1978　冶金产品化学分析方法标准的总则及一般规定

GB/T 17433—1998　冶金产品化学分析基础术语

本标准从实施之日起，同时代替GB/T 8151.7—1987。

本标准的附录A为提示的附录。

本标准由国家有色金属工业局提出。

本标准由中国有色金属工业标准计量质量研究所归口。

本标准由葫芦岛锌厂负责起草。

本标准由葫芦岛锌厂、北京矿冶研究总院起草。

本标准方法1主要起草人：李合庆、王向红；方法2主要起草人：唐菊仙、冯志维。

中华人民共和国国家标准

锌精矿化学分析方法 砷量的测定

GB/T 8151.7—2000

代替 GB/T 8151.7—1987

Methods for chemical analysis of zinc concentrates —Determination of arsenic content

方法 1 氢化物发生-原子荧光光谱法测定砷量

1 范围

本标准规定了锌精矿中砷含量的测定方法。

本标准适用于锌精矿中砷含量的测定。测定范围:0.005 0%～0.80%。

2 方法提要

试料以硝酸、硫酸溶解。用硫脲-抗坏血酸将砷预还原,同时也掩蔽铜、铁、银等杂质元素,在氢化物发生器中,砷被硼氢化钾还原为氢化物,用氩气导入石英炉原子化器中,于原子荧光光谱仪上测量其荧光强度。

3 试剂

3.1 氯酸钾。

3.2 盐酸(ρ 1.19 g/mL)。

3.3 硝酸(ρ 1.42 g/mL)。

3.4 硫酸(1+1)。

3.5 硫酸(1+4)。

3.6 盐酸(1+9)。

3.7 氢氧化钾(100 g/L)。

3.8 硫脲-抗坏血酸溶液(50～50 g/L),当天配制。

3.9 硼氢化钾溶液(20 g/L):称 10.0 g 硼氢化钾溶解于 500 mL 氢氧化钾溶液(5 g/L)中,当天配制。

3.10 砷标准贮存溶液:称取 0.132 0 g 三氧化二砷(已预先在 105℃±5℃烘 1 h,置于干燥器中冷至室温)于 300 mL 烧杯中,加 20 mL 氢氧化钾(3.7),加热溶解,加 5 mL 硫酸(3.4),以硫酸(3.5)稀释至 1 000 mL。此溶液 1 mL 含 100 μg 砷。

3.11 砷标准溶液:移取 5.00 mL 砷标准贮存溶液(3.10)于 500 mL 容量瓶中,加入 75 mL 盐酸(3.2),用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 1 μg 砷。

4 仪器

原子荧光光谱仪,附砷特制高强度空心阴极灯。

在仪器最佳工作条件下,凡能达到下列指标的原子荧光光谱仪均可使用:

国家质量技术监督局 2000-02-16 批准　　2000-08-01 实施

检出限：不大于 1 ng/mL。

精密度：最高浓度标准溶液荧光强度及“零”浓度溶液荧光强度相对于最高浓度标准溶液荧光强度平均值的变异系数应分别不大于 5.0%和 1.0%。

工作曲线线性：将工作曲线按浓度等分成五段，最高段的荧光强度差值与最低段的荧光强度差值之比，应不小于 0.90。

仪器工作条件见附录 A(提示的附录)。

5 试样

5.1 样品应通过 0.100 mm 孔筛。

5.2 样品预先在 105℃±5℃烘 1 h，置于干燥器中冷至室温。

6 分析步骤

6.1 试料

按表 1 称取试料，精确至 0.000 1 g。

表 1

砷含量 %	试料量 g	试液总体积 mL	分取试液体积 mL	测定溶液体积 mL	补加盐酸 mL	补加硫脲-抗坏血酸溶液 mL
0.005～0.050	0.200	100	10.00	100	10	10
>0.050～0.20	0.200	200	10.00	200	20	20
>0.20～0.50	0.100	200	10.00	250	25	25
>0.50～0.80	0.100	200	5.00	250	25	25

独立地进行二次测定，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 300 mL 的烧杯中，加少量水润湿，加入 10 mL 硝酸，低温加热溶解，稍冷后，加入 5 mL 硫酸(3.4)，少量氯酸钾，加热至冒硫酸浓白烟，取下，冷却后，加 20 mL 硫酸(3.5)，加热溶解盐类，冷却后，按表 1 移入容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。

6.3.2 按表 1 分取试液，并按测定溶液体积补加盐酸(3.2)、硫脲-抗坏血酸溶液，用水稀释至刻度，混匀，放置 30 min。

6.3.3 在原子荧光光谱仪上，以盐酸(3.6)为载流，硼氢化钾溶液为还原剂，随同试料的空白溶液为参比，测量其荧光强度。从工作曲线上查得相应的砷浓度。

6.4 工作曲线的绘制

6.4.1 移取 0、1.00、2.00、4.00、6.00、8.00、10.00 mL 砷标准溶液分别于一组 100 mL 的容量瓶中，加入 10 mL 盐酸(3.2)、10 mL 硫脲-抗坏血酸溶液，用水稀释至刻度，混匀。

6.4.2 在与测定试料溶液相同的条件下，以盐酸(3.6)为载流，硼氢化钾溶液为还原剂，试剂空白为参比，测量标准溶液的荧光强度。以砷浓度为横坐标，荧光强度为纵坐标，绘制工作曲线。

7 分析结果的表述

按式(1)计算砷的百分含量：

$$As(\%) = \frac{c \cdot V_0 \cdot V_2 \times 10^{-9}}{m_0 \cdot V_1} \times 100 \quad \cdots\cdots(1)$$

式中：c——从工作曲线上查得的砷浓度，ng/mL；

V_0——试液总体积，mL；

V_1——分取试液体积，mL；

V_2——测定溶液体积，mL；

m_0——试料的质量，g。

所得结果表示至二位小数；若砷含量小于0.10%时，表示至三位小数；小于0.010%时，表示至四位小数。

8 允许差

实验室间分析结果的差值应不大于表2所列允许差。

表2 %

砷含量	允许差
0.005 0～0.020	0.004
>0.020～0.10	0.015
>0.10～0.30	0.05
>0.30～0.60	0.06
>0.60～0.80	0.07

方法2 溴酸钾滴定法测定砷量

9 范围

本标准规定了锌精矿中砷含量的测定。

本标准适用于锌精矿中砷含量的测定。测定范围：0.10%～2.00%。

10 方法提要

试料用硝酸、氯酸钾溶解。在盐酸(1+1)溶液中，以溴化钾为催化剂，用硫酸肼将五价砷还原为三价砷。利用三氯化砷易挥发的特性，借蒸馏与其他元素分离。三氯化砷用水吸收，以甲基橙作指示剂，用溴酸钾标准滴定溶液滴定，测定砷量。

11 试剂

11.1 溴化钾。

11.2 硫酸肼。

11.3 氯酸钾。

11.4 盐酸(ρ1.19 g/mL)。

11.5 硝酸(ρ1.42 g/mL)。

11.6 硫酸(1+1)。

11.7 甲基橙指示剂(1 g/L)。

11.8 砷标准溶液：称取0.264 1 g三氧化二砷(已预先在105℃±5℃烘1 h，置于干燥器中冷至室温)于200 mL烧杯中，加入20 mL氢氧化钠溶液(5 g/L)，低温加热至完全溶解，加20 mL水、2滴酚酞指示剂(1 g/L，乙醇溶液)，用盐酸(1+1)中和至红色刚褪并过量2滴，移入1 000 mL容量瓶中，用水稀释

至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 200 μg 砷。

11.9 溴酸钾标准滴定溶液

11.9.1 配制：称取溴酸钾 0.278 4 g 于 200 mL 烧杯中，加入少量水，加热溶解，冷至室温，移入 2 000 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。

11.9.2 标定：移取三份 10.00 mL 砷标准溶液(11.8)，分别置于 250 mL 三角烧瓶中，用水稀释至 100 mL，加入 15 mL 盐酸，加热至 40～50℃，加入 1 滴甲基橙指示剂，用溴酸钾标准滴定溶液滴定至红色刚消失为终点。

随同标定做空白试验。

按式(1)计算溴酸钾标准滴定溶液对砷的滴定系数：

$$F = \frac{m_1}{V_1 - V_0} \qquad \cdots\cdots(1)$$

式中：F——溴酸钾标准滴定溶液对砷的滴定系数，g/mL；

m_1——所取砷标准滴定溶液含砷量，g；

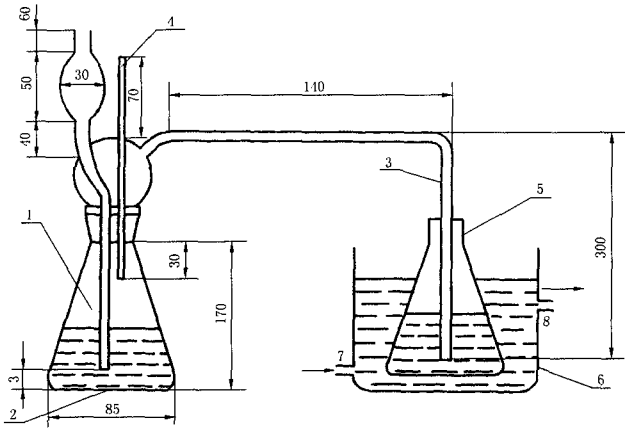
V_1——标定时消耗溴酸钾标准滴定溶液体积，mL；

V_0——空白试验所消耗溴酸钾标准滴定溶液体积，mL。

取三次标定结果的平均值为滴定系数，三次标定结果的极差应不大于 0.000 001 g/mL。否则，重新标定。

12 仪器

砷蒸馏装置见图 1。



1—安全管(内径 3 mm)； 2—30 mL 标准磨口三角烧瓶(瓶口内径 29 mm)；
3—蒸馏导管(内径 6 mm)；4—温度计套管(内径 8 mm)；5—250 mL 吸收瓶；
6—冷却水槽；7—冷却水槽进水管；8—冷却水槽出水管

图 1

13 试样

13.1 样品应通过 0.100 mm 孔筛。

13.2 样品预先在105℃±5℃烘1 h，置于干燥器中冷至室温。

14 分析步骤

14.1 试料

按表3称取试料，精确至0.000 1 g。

表3

砷含量，%	试料量，g
0.10～1.00	0.500
>1.00～2.00	0.200

独立地进行二次测定，取其平均值。

14.2 空白试验

随同试料做空白试验。

14.3 测定

14.3.1 将试料(14.1)置于150 mL烧杯中，加入10～15 mL硝酸，低温加热5～6 min，稍冷，加入0.5～2 g氯酸钾，加热至试料完全溶解。取下，稍冷后用水洗表皿及杯壁，加入5 mL硫酸，加热至冒浓烟，取下，稍冷。

14.3.2 用少量水吹洗杯壁，加热溶解盐类，将溶液移入预先盛有0.3 g溴化钾及0.3 g硫酸肼的300 mL三角烧瓶中，加入40 mL盐酸，用水吹洗烧杯，使三角烧瓶中溶液总体积为80 mL。连接蒸馏装置，加热蒸馏(108～109℃)，馏出液用预先盛有50 mL水的250 mL吸收瓶吸收，待蒸至蒸馏液体积约剩15～20 mL时，取下蒸馏瓶，用水吹洗蒸馏导管的内外壁。将吸收液加热至40～50℃，加入1滴甲基橙指示剂，用溴酸钾标准滴定溶液滴定至红色消失为终点。

15 分析结果的表述

按式(2)计算砷的百分含量：

$$As(\%) = \frac{F(V_3 - V_2)}{m_0} \times 100 \qquad \cdots\cdots(2)$$

式中：F——溴酸钾标准滴定溶液对砷的滴定系数，g/mL；

V_3——试液消耗溴酸钾标准滴定溶液的体积，mL；

V_2——空白试验所消耗溴酸钾标准滴定溶液的体积，mL；

m_0——试料的质量，g。

所得结果表示至二位小数。

16 允许差

实验室间分析结果的差值应不大于表4所列允许差。

表4 %

砷含量	允许差
0.10～0.50	0.04
>0.50～1.00	0.06
>1.00～2.00	0.10

附 录 A
（提示的附录）
仪器工作条件

使用 AFS-2201 型原子荧光光谱仪测定砷量工作条件如表 A1 和表 A2。

表 A1 仪器工作条件

灯电流 mA	负电压 V	载气流量 mL/min	屏蔽气流量 mL/min	原子化温度 ℃	原子化器高度 mm	延迟时间 s	采样时间 s
40	300	400	800	750	8	0	10

表 A2 蠕动泵工作参数

步 骤	速 度 n/min	时 间 s	重复次数	读 数	停 止
0	60	8	1	NO	NO
1	0	4	1	NO	NO
2	80	14	1	YES	NO
3	0	4	0	NO	YES