

# 中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T 990.8—2014

---

## 冰铜化学分析方法 第 8 部分：砷量的测定 氢化物发生-原子荧光光谱法、 二乙基二硫代氨基甲酸银分光光度法 和溴酸钾滴定法

Methods for chemical analysis of copper matte—  
Part 8: Determination of arsenic content—  
Hydride generation-atomic fluorescence spectrometry,  
silver diethyldithiocarbamate spectrophotometry and  
potassium bromate titrimetry

2014-10-14 发布

2015-04-01 实施

---

## 前 言

YS/T 990《冰铜化学分析方法》分为 18 个部分：

- 第 1 部分：铜量的测定 碘量法；
- 第 2 部分：金量和银量的测定 原子吸收光谱法和火试金法；
- 第 3 部分：硫量的测定 重量法和燃烧滴定法；
- 第 4 部分：铋量的测定 原子吸收光谱法；
- 第 5 部分：氟量的测定 离子选择电极法；
- 第 6 部分：铅量的测定 原子吸收光谱法和  $\text{Na}_2\text{EDTA}$  滴定法；
- 第 7 部分：镉量的测定 原子吸收光谱法；
- 第 8 部分：砷量的测定 氢化物发生-原子荧光光谱法、二乙基二硫代氨基甲酸银分光光度法和溴酸钾滴定法；
- 第 9 部分：铁量的测定 重铬酸钾滴定法；
- 第 10 部分：二氧化硅量的测定 硅钼蓝分光光度法和氟硅酸钾滴定法；
- 第 11 部分：镍量的测定 原子吸收光谱法；
- 第 12 部分：三氧化二铝量的测定 铬天青 S 分光光度法；
- 第 13 部分：氧化镁量的测定 原子吸收光谱法；
- 第 14 部分：锌量的测定 原子吸收光谱法和  $\text{Na}_2\text{EDTA}$  滴定法；
- 第 15 部分：锑量的测定 原子吸收光谱法；
- 第 16 部分：汞量的测定 冷原子吸收光谱法；
- 第 17 部分：钴量的测定 原子吸收光谱法；
- 第 18 部分：铅、锌、镍、砷、铋、锑、钙、镁、镉、钴量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法。

本部分为 YS/T 990 的第 8 部分。

本部分砷含量重叠部分采用方法 2 仲裁。

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。

本部分负责起草单位：中条山有色金属集团有限公司、大冶有色金属集团控股有限公司。

本部分方法 1 起草单位：中华人民共和国天津出入境检验检疫局。

本部分方法 1 参加起草单位：北京矿冶研究总院、白银有色集团股份有限公司、广州有色金属研究院、中华人民共和国宁波出入境检验检疫局、中华人民共和国常熟出入境检验检疫局、中华人民共和国南通出入境检验检疫局。

本部分方法 2 起草单位：铜陵有色金属集团控股有限公司。

本部分方法 2 参加起草单位：云南铜业股份有限公司、北京矿冶研究总院、阳谷祥光铜业有限公司、杭州富春江冶炼有限公司、深圳市中金岭南有色金属股份有限公司。

本部分方法 3 起草单位：大冶有色金属集团控股有限公司。

本部分方法 3 参加起草单位：云南铜业股份有限公司、北京矿冶研究总院、深圳市中金岭南有色金属股份有限公司。

本部分方法 1 主要起草人：武素茹、谷松海、邓川、陈殿耿、马得莉、戴凤英、朱晓艳、王慧、窦怀智、张威、王冬珍、刘天平、刘烽、张晓冬。

本部分方法 2 主要起草人：李琴美、赵晓佩、汪实富、叶欣、陈渝滨、郑文英、马丽、万双、戚月花、廖家章、叶一舟、张小军、黄萍冰。

本部分方法 3 主要起草人：何梅、陈兰、张征、胡军凯、袁功启、、施小英、陈渝滨、郑文英、陈殿耿、王皓莹、谭秀丽、左鸿毅。

# 冰铜化学分析方法

## 第 8 部分:砷量的测定

### 氢化物发生-原子荧光光谱法、 二乙基二硫代氨基甲酸银分光光度法 和溴酸钾滴定法

#### 1 范围

YS/T 990 的本部分规定了冰铜中砷含量的测定方法。

本部分适用于冰铜中砷含量的测定。方法 1 测定范围为 0.010%~0.20%；方法 2 测定范围为 0.010%~0.20%；方法 3 测定范围为 0.20%~5.00%。

#### 2 方法 1:氢化物发生-原子荧光光谱法

##### 2.1 方法提要

试料经酸溶解后,用抗坏血酸进行预还原,以硫脲掩蔽杂质元素,在氢化物发生器中,试液中的砷被硼氢化钾还原成氢化物,用氙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。

##### 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和蒸馏水或去离子水或相当纯度的水。

2.2.1 硫脲:优级纯。

2.2.2 抗坏血酸:优级纯。

2.2.3 硼氢化钾:优级纯。

2.2.4 氢氧化钾:优级纯。

2.2.5 盐酸( $\rho=1.19$  g/mL)。

2.2.6 盐酸(1+9)。

2.2.7 硝酸( $\rho=1.42$  g/mL)。

2.2.8 硝酸(1+9)。

2.2.9 硫酸( $\rho=1.84$  g/mL)。

2.2.10 硫酸(1+1)。

2.2.11 氢氧化钠溶液(10%)。

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

2.2.13 硼氢化钾(10 g/L)及氢氧化钾(5 g/L)混合溶液:准确称取 1 g 硼氢化钾(2.2.3)和 0.5 g 氢氧化钾(2.2.4)溶于 100 mL 水中,混匀。

2.2.14 砷标准贮存溶液:称取 0.132 0 g 预先在 100 °C~105 °C 烘干 1 h 的基准三氧化二砷,置于 100 mL 烧杯中,加 10 mL 氢氧化钠溶液(2.2.11),微热溶解后,加入 40 mL 水与 1 滴酚酞乙醇溶液(2.2.17),用硫酸(2.2.10)中和至酚酞红色褪去并过量 2 mL,冷至室温,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  $\mu$ g 砷。

2.2.15 砷标准溶液:移取 10.00 mL 砷标准贮存溶液(2.2.14)于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混