

中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T 519.4—2009
代替 YS/T 519.4—2006

砷化学分析方法 第 4 部分：铋、锑、硫量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法

Methods for chemical analysis of arsenic—
Part 4: Determination of bismuth, antimony and sulfur content—
Inductively coupled plasma atomic emission spectrometry

2009-12-04 发布

2010-06-01 实施

前 言

YS/T 519—2009《砷化学分析方法》共分 4 个部分：

- 第 1 部分：砷量的测定 溴酸钾滴定法；
- 第 2 部分：铈量的测定 孔雀绿分光光度法；
- 第 3 部分：硫量的测定 硫酸钡重量法；
- 第 4 部分：铋、锑、硫量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法。

本部分为 YS/T 519 的第 4 部分。

本部分代替 YS/T 519.4—2006（原 GB/T 4373.4—1984）《砷化学分析方法 二硫代二安替比林基甲烷光度法测定铋量》。与 YS/T 519.4—2006 相比，本部分主要有如下变动：

- 将二硫代二安替比林基甲烷光度法改为电感耦合等离子体原子发射光谱法测定；
- 增加铈和硫量的测定；
- 对试样粒度提出了新的要求，由试样须经 80 目筛筛分，直径不大于 2 mm，改为试样全部通过 0.84 mm 筛，再用 0.42 mm 筛筛分；
- 对称样比例进行了修改，由按筛上与筛下比为 3：1 称取，修改为按筛上筛下实际比例称取；
- 对文本格式进行了修改；
- 补充了精密度、质量保证和控制条款。

本部分由全国有色金属标准化技术委员会提出并归口。

本部分负责起草单位：湖南水口山有色金属集团有限公司。

本部分参加起草单位：株洲冶炼集团股份有限公司、湖南有色金属研究院。

本部分主要起草人：谭平生、潘仁球、曾光明、蔡军、刘嫣、庞文林、李四红。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

- GB/T 4373.4—1984；YS/T 519.4—2006。

砷化学分析方法

第 4 部分：铋、锑、硫量的测定

电感耦合等离子体原子发射光谱法

警告：砷及其化合物为有毒物质，接触和处置时需要特别小心。

1 范围

YS/T 519 的本部分规定了砷中铋、锑、硫量的测定方法。

本部分适用于砷中铋、锑、硫量的测定。测定范围：铋：0.01%~0.25%、锑：0.01%~0.65%、硫：0.005%~0.60%。

2 方法提要

试料用硝酸-氯酸钾饱和溶液溶解，以水定容，采用与试料溶液中砷基体相匹配的系列标准溶液，用电感耦合等离子体原子发射光谱仪进行铋、锑、硫量的同时测定。

3 试剂

分析过程中除非有特殊说明，否则一律使用分析纯试剂和蒸馏水或同等纯度的水。

3.1 高纯砷($w_{As} \geq 99.999\%$)。

3.2 硝酸-氯酸钾饱和溶液：将氯酸钾加入硝酸($\rho 1.42 \text{ g/mL}$)中，摇动使之溶解，直至有过量的固体氯酸钾不溶为止(两周内可用)。

3.3 砷基体溶液(25 g/L)：称取 2.50 g 高纯砷(3.1)，置于 250 mL 烧杯中，以水润湿，加 50 mL 硝酸-氯酸钾饱和溶液(3.2)，盖上表面皿，待激烈反应停止后，置电炉上加热溶解至完全，取下冷却，以水吹洗表面皿及杯壁，移入 100 mL 容量瓶中，以水定容，混匀。

3.4 硫标准溶液(0.3 mg/mL)：称取 1.630 4 g 硫酸钾(基准试剂，用前经 120 °C 烘 2 h)，置于 150 mL 烧杯中，加 50 mL 水溶解，移入 1 000 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 0.3 mg 硫。

3.5 硝酸-酒石酸溶液：称取 1 g 酒石酸溶于少量水中，加入 3 mL 硝酸，以水稀释至 100 mL。

3.6 铋标准贮存溶液(1 mg/mL)：称取 0.500 0 g 金属铋($w_{Bi} \geq 99.99\%$)，置于 150 mL 烧杯中，加 10 mL 水，10 mL 硝酸，加热溶解，继续蒸至 1 mL~2 mL，加 20 mL 硝酸(1+9)煮沸，冷却。移入 500 mL 容量瓶中，用硝酸(1+9)稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 1 mg 铋。

3.7 锑标准贮存溶液(1 mg/mL)：称取 0.200 0 g 金属锑($w_{Sb} \geq 99.99\%$)，置于 150 mL 烧杯中，加 20 g 酒石酸，20 mL 硝酸(1+3)，盖上表面皿，置电炉上加热溶解至完全，煮沸片刻，取下冷却。用硝酸-酒石酸溶液(3.5)吹洗表面皿及杯壁，移入 200 mL 容量瓶中，并稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 1 mg 锑。

3.8 铋锑混合标准溶液：移取 10 mL 铋标准贮存溶液(3.6)和 20 mL 锑标准贮存溶液(3.7)于 100 mL 容量瓶中，以硝酸-酒石酸溶液(3.5)稀释至刻度，混匀，此溶液 1 mL 含 0.1 mg 铋和 0.2 mg 锑。

3.9 系列标准溶液：移取 20.00 mL 砷基体溶液(3.3)于一组 100 mL 容量瓶中，分别加入 0.00 mL、0.50 mL、2.50 mL、5.00 mL、10.00 mL 硫标准溶液(3.4)和 0.00 mL、0.50 mL、2.50 mL、7.50 mL、20.00 mL 铋锑混合标准溶液(3.8)，以水定容，混匀。此标准系列的硫的质量浓度分别为 0 $\mu\text{g/mL}$ 、1.50 $\mu\text{g/mL}$ 、7.50 $\mu\text{g/mL}$ 、15.00 $\mu\text{g/mL}$ 、30.00 $\mu\text{g/mL}$ ，锑的质量浓度分别为 0 $\mu\text{g/mL}$ 、1.00 $\mu\text{g/mL}$ 、