



中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T 74.1—2010
代替 YS/T 74.1—1994

镉化学分析方法 第 1 部分：砷量的测定 氢化物发生-原子荧光光谱法

Methods for chemical analysis of cadmium—
Part 1: Determination of arsenic content—
Hydride generation-atomic fluorescence spectrometry

2010-11-22 发布

2011-03-01 实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布

中华人民共和国有色金属
行业标准
镉化学分析方法
第1部分:砷量的测定
氢化物发生-原子荧光光谱法
YS/T 74.1—2010

*

中国标准出版社出版发行
北京复兴门外三里河北街16号
邮政编码:100045

网址 www.spc.net.cn

电话:68523946 68517548

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷

各地新华书店经销

*

开本 880×1230 1/16 印张 0.5 字数 9 千字

2011年1月第一版 2011年1月第一次印刷

*

书号:155066·2-21437

如有印装差错 由本社发行中心调换

版权专有 侵权必究

举报电话:(010)68533533

前 言

YS/T 74—2010《镉化学分析方法》分为 11 个部分：

- 第 1 部分：砷量的测定 氢化物发生-原子荧光光谱法；
- 第 2 部分：铈量的测定 氢化物发生-原子荧光光谱法；
- 第 3 部分：镍量的测定 电热原子吸收光谱法；
- 第 4 部分：铅量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 5 部分：铜量的测定 二乙基二硫代氨基甲酸铅分光光度法；
- 第 6 部分：锌量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 7 部分：铁量的测定 1,10-二氮杂菲分光光度法；
- 第 8 部分：铊量的测定 结晶紫分光光度法；
- 第 9 部分：锡量的测定 氢化物发生-原子荧光光谱法；
- 第 10 部分：银量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 11 部分：砷、铈、镍、铅、铜、锌、铁、铊、锡和银量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法。

本部分为第 1 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 74.1—1994《镉化学分析方法 钼蓝分光光度法测定砷量》，本部分与原标准相比，主要变化如下：

- 分析方法改为氢化物发生-原子荧光光谱法；
- 测定下限由 0.000 5% 下延为 0.000 20%；
- 增加了警告性提示；
- 增加了试验报告条款。

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：中冶葫芦岛有色金属集团有限公司。

本部分参加起草单位：北京矿冶研究总院、陕西东岭冶炼有限公司、辽宁出入境检验检疫局。

本部分主要起草人：李遵义、赵丹、刘丽敏、姜求韬、李雪、李岩、董秀文。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

- YS/T 74.1—1994；
- GB 2133—1980。

镉化学分析方法

第 1 部分:砷量的测定

氢化物发生-原子荧光光谱法

警告——使用本部分的人员应有正规实验室工作的实践经验,并具备使用原子荧光光谱仪的技能,严格按照原子荧光光谱仪安全操作规程操作。

1 范围

YS/T 74 的本部分规定了镉中砷量的测定方法。

本部分适用于镉中砷量的测定。测定范围:0.000 20%~0.002 5%。

2 方法原理

试料以硝酸溶解,用硫脲-抗坏血酸将砷预还原,同时掩蔽铜、铁等杂质元素,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

除非另有说明,在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和蒸馏水或相当纯度的水。

3.1 硼氢化钾。

3.2 盐酸(ρ 1.19 g/mL),优级纯。

3.3 硝酸(ρ 1.42 g/mL),优级纯。

3.4 盐酸(1+1)。

3.5 盐酸(1+9)。

3.6 硝酸(1+1)。

3.7 硫脲-抗坏血酸溶液:称取硫脲、抗坏血酸各 25 g 溶解于 500 mL 水中,用时现配。

3.8 硼氢化钾溶液:称取 10 g 硼氢化钾(3.1)溶解于 500 mL 氢氧化钾溶液(0.5 g/L)中,过滤备用,用时现配。

3.9 砷标准贮存溶液:称取 0.132 0 g 三氧化二砷($w_{As_2O_3} \geq 99.9\%$,已预先在干燥器中干燥 24 h)于 300 mL 烧杯中,加入 20 mL 氢氧化钠(10 g/L),加热溶解完全,加入盐酸(3.4)中和至微酸性,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 0.1 mg 砷。

警告:As₂O₃ 有毒,使用小心。

3.10 砷标准溶液:移取 2.00 mL 砷标准贮存溶液(3.9)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 0.4 μ g 砷。

4 仪器

原子荧光光谱仪,附砷高强度空心阴极灯。屏蔽气和载气使用氩气($\geq 99.99\%$)。

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: