



中华人民共和国国家标准

GB/T 8220.7—1998

铋化学分析方法 离子交换分离- 氢化物发生-火焰原子吸收光谱法 测 定 砷 量

Methods for chemical analysis of bismuth—
Determination of arsenic content—Ion exchange separation-hydride
generation-flame atomic absorption spectrophotometric method

1998-08-19 发布

1999-03-01 实施

国家质量技术监督局 发布

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
铋化学分析方法
离子交换分离-
氢化物发生-火焰原子吸收光谱法
测 定 砷 量

GB/T 8220.7—1998

*

中国标准出版社出版
北京复兴门外三里河北街16号
邮政编码:100045

电 话:68522112

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
新华书店北京发行所发行 各地新华书店经售
版权专有 不得翻印

*

开本 880×1230 1/16 印张 1/2 字数 8 千字
1999 年 2 月第一版 1999 年 2 月第一次印刷
印数 1—800

*

书号: 155066·1-15501 定价 8.00 元

*

标 目 364—36

前 言

本标准是对 GB 8220.7—87《铋化学分析方法 二乙基二硫代氨基甲酸银分光光度法测定砷量》的修订。为满足 GB/T 915—1995《铋》的要求,修订时将测定下限由 0.000 1% 延伸至 0.000 03%,测定方法改为离子交换分离-氢化物发生-原子吸收光谱法,基体分离效果好,灵敏度高。

本标准遵守:

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 7729—1987 冶金产品化学分析 分光光度法通则

本标准是 GB/T 915—1995《铋》的配套标准。

本标准的编写方法符合 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》的规定。

本标准从实施之日起,同时代替 GB 8220.7—87 及 GB/T 915—1995《铋》附录 E。

本标准的附录 A 是提示的附录。

本标准由中国有色金属工业总公司提出。

本标准由中国有色金属工业总公司标准计量研究所归口。

本标准由株洲冶炼厂负责起草。

本标准由北京有色金属研究总院参加起草。

本标准主要起草人:李莉、姚建明。

本标准 1966 年首次发布,1976 年 10 月第 1 次修订,1987 年 9 月第 2 次修订。

中华人民共和国国家标准

铋化学分析方法 离子交换分离- 氢化物发生-火焰原子吸收光谱法 测定 砷 量

GB/T 8220.7—1998

代替 GB 8220.7—87

Methods for chemical analysis of bismuth—
Determination of arsenic content—Ion exchange separation-hydride
generation-flame atomic absorption spectrophotometric method

1 范围

本标准规定了铋中砷量的测定方法。

本标准适用于铋中砷量的测定。测定范围：0.000 03%~0.001 2%。

2 方法提要

试料用硝酸溶解。在稀硝酸介质中，通过阳离子交换柱使砷与基体分离，再经过氢化物发生器，于火焰原子吸收光谱仪波长 193.7 nm 处测量砷的吸光度。铋干扰砷的测定，测定溶液中铋含量小于 0.2 μg/mL 时不干扰砷的测定。

3 试剂

3.1 硝酸(1+1)，优级纯。

3.2 硝酸(0.4 mol/L)，优级纯。

3.3 盐酸(1+1)，优级纯。

3.4 抗坏血酸溶液(50 g/L，用时现配)。

3.5 碘化钾溶液(500 g/L，用时现配)。

3.6 硼氢化钾溶液(30 g/L)：称取 6 g 硼氢化钾固体(美国进口分装，含量 98%)，溶于 200 mL 氢氧化钠溶液(30 g/L)中，用时现配。

3.7 砷标准贮存溶液：称取 0.132 1 g 预先在 100~105℃ 烘 1 h，并置于干燥器中，冷至室温的三氧化二砷基准试剂，溶于 2 mL 氢氧化钠溶液(50 g/L)中，用 0.4 mol/L 硝酸移入 1 000 mL 容量瓶中并稀释至刻度。混匀。此溶液 1 mL 含 0.1 mg 砷。

3.8 砷标准溶液：移取 5.00 mL 砷标准贮存溶液(3.7)，置于 1 000 mL 容量瓶中，用 0.4 mol/L 硝酸稀释至刻度。混匀。此溶液 1 mL 含 0.5 μg 砷。

4 仪器及装置

4.1 阳离子交换柱：在 25 mL 酸式滴定管中，带水装入预先经水浸泡 24 h、盐酸(5+95)浸泡 4 h、水洗

至 pH3~4 的强酸性 732 阳离子交换树脂至 15 mL 处(相当于 6 g 干树脂)。

4.2 原子吸收光谱仪,附砷空心阴极灯。

4.3 氢化物发生器,附 T 型石英管原子化器。

在仪器最佳工作条件下,凡能达到下列指标者均可使用:

灵敏度:在与测量样品溶液的基体相一致的溶液中,砷的特征浓度应不大于 0.4 ng/mL。

精密度:用最高浓度的标准溶液测量 10 次吸光度,其标准偏差应不超过平均吸光度的 1.0%;用最低浓度的标准溶液(不是零浓度标准溶液)测量 10 次吸光度,其标准偏差应不超过最高浓度标准溶液平均吸光度的 0.5%。

工作曲线线性:将工作曲线按浓度等分成五段,最高段的吸光度差值与最低段的吸光度差值之比应不小于 0.7。

仪器工作条件见附录 A(提示的附录)。

5 分析步骤

5.1 试料

按表 1 称取试样。

表 1

砷 量 %	试 料 g
0.000 03~0.000 1	2.000
>0.000 1~0.000 5	1.000
>0.000 5~0.001 2	0.500 0

5.2 空白试验

随同试料做空白试验。

5.3 测定

5.3.1 将试料(5.1)置于 150 mL 烧杯中,加入 10~15 mL 硝酸(3.1),加热溶解,冷却,移入 50 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。

5.3.2 移取 10.00 mL 试液(5.3.1)于 150 mL 烧杯中,在电炉上低温蒸干,冷却,加入 1.25 mL 硝酸(3.1)溶解盐类。再加 19 mL 水,混匀。

5.3.3 将试液(5.3.2)以 1.0~1.5 mL/min 的流速通过阳离子交换柱(4.1),用 40 mL 硝酸(3.2)淋洗。将交换液与淋洗液合并。

5.3.4 将溶液(5.3.3)置于电炉上蒸干,用 6 mL 盐酸(3.3)转移至 25 mL 比色管中,加入 1.5 mL 抗坏血酸溶液(3.4)、1 mL 碘化钾溶液(3.5),用水稀释至刻度,混匀。

5.3.5 使用氢化物发生器和原子吸收光谱仪,在波长 193.7 nm 处以水调零,与标准溶液系列同时测量砷的吸光度,减去空白溶液(5.2)的吸光度,从工作曲线上查出相应的砷浓度。

5.4 工作曲线的绘制

5.4.1 移取 0、0.25、0.50、1.00、1.50、2.00、2.50 mL 砷标准溶液(3.8),分别置于一组 25 mL 比色管中,每支比色管中分别加入 6 mL 盐酸(3.3)、1.5 mL 抗坏血酸溶液(3.4)、1 mL 碘化钾溶液(3.5),用水稀释至刻度,混匀。

5.4.2 在与试料溶液相同的测定条件下测量砷标准溶液的吸光度,减去“零”浓度溶液的吸光度,以砷的浓度为横坐标,吸光度为纵坐标,绘制工作曲线。

6 分析结果的计算与表述

按下式计算砷的百分含量：

$$\text{As}(\%) = \frac{c \cdot V_2 \cdot V_0 \times 10^{-9}}{m \cdot V_1} \times 100$$

式中：c——从工作曲线上查出的砷浓度，ng/mL；

V_0 ——试液总体积，mL；

V_1 ——分取试液体积，mL；

V_2 ——测量时试液体积，mL；

m ——试料的质量，g。

分析结果应保留 2 位有效数字。

7 允许差

实验室之间分析结果的差值应不大于表 2 所列允许差。

表 2

%

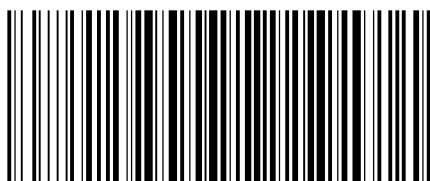
砷 量	允 许 差
0.000 03~0.000 08	0.000 02
>0.000 08~0.000 20	0.000 05
>0.000 2~0.000 6	0.000 1
>0.000 6~0.001 2	0.000 2

附录 A
(提示的附录)
仪器工作条件

WFD-Y2 型原子吸收光谱仪的参考工作条件如表 A1 所示:

表 A1

波长 nm	单色器通带 nm	灯电流 mA	空气流量 L/min	乙炔流量 L/min
193.7	0.4	6	10	1.2



GB/T 8220.7-1998

版权专有 不得翻印

*

书号:155066·1-15501

定价: 8.00 元

*

标目 364—36