



中华人民共和国国家标准

GB/T 3884.9—2012
代替 GB/T 3884.9—2000

铜精矿化学分析方法 第 9 部分：砷和铋量的测定 氢化物发生-原子荧光光谱法、溴酸钾 滴定法和二乙基二硫代氨基甲酸 银分光光度法

Methods for chemical analysis of copper concentrates—
Part 9 : Determination of arsenic and bismuth contents—
Hydride generation-atomic fluorescence spectrometry method
The potassium bromate titration method and The silver
diethyl dithiocarbamate photometric method

2012-12-31 发布

2013-10-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会 发布

前 言

GB/T 3884《铜精矿化学分析方法》分为 14 个部分：

- 第 1 部分：铜量的测定 碘量法；
- 第 2 部分：金和银量的测定 火焰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：氧化镁量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 5 部分：氟量的测定 离子选择电极法；
- 第 6 部分：铅、锌、镉和镍量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 7 部分：铅量的测定 Na_2EDTA 滴定法；
- 第 8 部分：锌量的测定 Na_2EDTA 滴定法；
- 第 9 部分：砷和铋量的测定 氢化物发生-原子荧光光谱法、溴酸钾滴定法和二乙基二硫代氨基甲酸银分光光度法；
- 第 10 部分：铈量的测定 氢化物发生-原子荧光光谱法；
- 第 11 部分：汞量的测定 冷原子吸收光谱法；
- 第 12 部分：氟和氯量的测定 离子色谱法；
- 第 13 部分：铜量测定 电解法；
- 第 14 部分：金和银量测定 火试金重量法和原子吸收光谱法。

本部分为第 9 部分。

本部分是按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草的。

本部分代替 GB/T 3884.9—2000《铜精矿化学分析方法 砷和铋量的测定》，与 GB/T 3884.9—2000 相比，主要发生了如下变动：

- 对文本格式进行了修改；
- 补充了精密度和试验报告条款；
- 方法 1 铋的测定范围由“0.010%~0.50%”调整为“0.010%~0.70%”。

本部分中方法 1 为仲裁方法。

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：大冶有色金属集团控股有限公司。

本部分起草单位：大冶有色金属集团控股有限公司。

本部分参加起草单位：北京矿冶研究总院、中冶葫芦岛有色金属集团有限公司、江西铜业股份有限公司、中条山有色金属集团有限公司、云南铜业股份有限公司、白银有色集团股份有限公司。

本部分方法 1 主要起草人：胡军凯、李晓瑜、陈殿耿、张威、马丽、张爽、李遵义、陈红、汪雪萍、陈渝滨、郑文英、于晓洪、张瑞。

本部分方法 2 主要起草人：李玉琴、潘晓玲、刘艳、陈殿耿、张威、马丽、曹艳、赵红艳、常冀湘、郑文英、张家锐、陈化玲、吕彦玲。

本部分方法 3 主要起草人：李晓瑜、冯媛、李必雄、陈殿耿、张威、马丽、戴俊龙、钱玲、陈渝滨、郑文英。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

- GB/T 3884.9—1983、GB/T 3884.10—1983、GB/T 3884.9—2000。

铜精矿化学分析方法

第9部分:砷和铋量的测定

氢化物发生-原子荧光光谱法、溴酸钾 滴定法和二乙基二硫代氨基甲酸 银分光光度法

1 范围

GB/T 3884 的本部分规定了铜精矿中砷和铋含量的测定方法。

本部分适用于铜精矿中砷和铋含量的测定。方法1测定范围为砷0.010%~0.10%,铋0.010%~0.70%;方法2测定范围为砷 $>0.10\%$ ~2.00%;方法3测定范围为砷0.010%~0.10%。

2 方法1 氢化物发生-原子荧光光谱法

2.1 方法提要

试料经硝酸、硫酸溶解,在氨性溶液中,以铁作载体,将砷和铋与铜等杂质分离。用抗坏血酸进行预还原,以硫脲掩蔽残存的铜,在氢化物发生器中,砷和铋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。

2.2 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去离子水或相当纯度的水。

2.2.1 氯酸钾。

2.2.2 盐酸($\rho=1.19\text{ g/mL}$),优级纯。

2.2.3 盐酸(1+24)。

2.2.4 硝酸($\rho=1.42\text{ g/mL}$),优级纯。

2.2.5 硝酸(1+1)。

2.2.6 硝酸(1+24)。

2.2.7 硫酸($\rho=1.84\text{ g/mL}$)。

2.2.8 硫酸(1+1)。

2.2.9 氨水($\rho=0.90\text{ g/mL}$)。

2.2.10 氨水(2+98)。

2.2.11 氢氧化钠溶液(200 g/L)。

2.2.12 氢氧化钠溶液(2 g/L)。

2.2.13 硫酸铁铵溶液:称取84.4 g硫酸铁铵 $[\text{FeNH}_4(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}]$ 溶于500 mL水中,加20 mL硫酸(2.2.8),用水稀释至1 L,混匀,此溶液1 mL含10 mg铁。

2.2.14 硫脲-抗坏血酸混合溶液:分别称取5 g硫脲和抗坏血酸,用水溶解后,稀释至100 mL,混匀。

2.2.15 硼氢化钾溶液(5 g/L~25 g/L):称取5 g~25 g硼氢化钾溶于1 000 mL氢氧化钠溶液(2.2.12)中,现配现用。