

ICS 73.060
D 42



中华人民共和国国家标准

GB/T 3884.9—2000

铜精矿化学分析方法 砷和铋量的测定

Methods for chemical analysis of copper concentrates
—Determination of arsenic and bismuth contents

2000-02-16 发布

2000-08-01 实施

国家质量技术监督局 发布

前 言

本标准方法 1 为新增的分析方法；方法 2 和附录 A 分别是对原 GB/T 3884.10—1983《铜精矿化学分析方法 溴酸钾容量法测定砷量》和 GB/T 3884.10—1983《铜精矿化学分析方法 二乙基二硫代氨基钾酸银分光光度法测定砷量》两个标准的重新确认，只进行了编辑性修改。

本标准遵守：

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

GB/T 1.4—1988 标准化工作导则 化学分析方法编写规定

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

GB/T 17433—1998 冶金产品化学分析基础术语

本标准从实施之日起，同时代替 GB/T 3884.9—1983、GB/T 3884.10—1983。

本标准中附录 A 为标准的附录，附录 B 为提示的附录。

本标准由国家有色金属工业局提出。

本标准由中国有色金属工业标准计量质量研究所归口。

本标准由大冶有色金属公司起草。

本标准主要起草人，方法 1：胡军凯、刘振东、李晓玉；方法 2：陈士忠、李玉琴、颜 丽；附录 A：董媛美、李晓玉、李必雄。

中华人民共和国国家标准

铜精矿化学分析方法 砷和铋量的测定

GB/T 3884.9—2000

代替 GB/T 3884.9—1983
GB/T 3884.10—1983

Methods for chemical analysis of copper concentrates —Determination of arsenic and bismuth contents

方法 1 氢化物发生-原子荧光光谱法测定砷和铋

1 范围

本标准规定了铜精矿中砷和铋含量的测定方法。

本标准适用于铜精矿中砷和铋含量的测定。测定范围：砷 0.010%~0.10%；铋 0.010%~0.50%。

2 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。

3 试剂

3.1 氯化钾。

3.2 硝酸(ρ 1.42 g/mL)。

3.3 盐酸(ρ 1.19 g/mL)。

3.4 氨水(ρ 0.90 g/mL)。

3.5 盐酸(1+24)。

3.6 混合酸：三个单位体积的盐酸(3.3)与一个单位体积的硝酸(3.2)混匀，冷却。

3.7 硫酸(1+1)。

3.8 氨水(2+98)。

3.9 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(3.7)，用水稀释至 1 L，混匀，此溶液 1 mL 含 10 mg 铁。

3.10 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。

3.11 硼氢化钾溶液(7 g/L)：称取 7 g 硼氢化钾溶于 1 000 mL 氢氧化钠溶液(2 g/L)中，现用现配。此溶液用于测铋。

3.12 硼氢化钾溶液(10 g/L)：称取 10 g 硼氢化钾溶于 1 000 mL 氢氧化钾溶液(2 g/L)中，现配现用。此溶液用于测砷。

3.13 砷标准贮存溶液：称取 0.132 0 g 三氧化二砷(预先在 100~105℃烘 1 h，置于干燥器中冷却至室温)于 100 mL 烧杯中，加 5 mL 氢氧化钠溶液(200 g/L)，低温加热使其溶解，加 50 mL 水，2 滴酚酞乙醇溶液(1 g/L)，用硫酸中和至红色刚消失，再过量 2 mL，移入 1 L 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀，此