

ICS 77.040.30
H 15



中华人民共和国国家标准

GB/T 11066.9—2009

金化学分析方法 砷和锡量的测定 氢化物发生-原子荧光光谱法

Methods for chemical analysis of gold—
Determination of arsenic and tin contents—
Hydride generation-atomic fluorescence spectrometry

2009-04-15 发布

2010-02-01 实施



中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局 发布
中国国家标准化管理委员会

前 言

GB/T 11066《金化学分析方法》共分为以下 10 部分：

- GB/T 11066.1 金化学分析方法 金量的测定 火试金法；
- GB/T 11066.2 金化学分析方法 银量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- GB/T 11066.3 金化学分析方法 铁量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- GB/T 11066.4 金化学分析方法 铜、铅和铋量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- GB/T 11066.5 金化学分析方法 银、铜、铁、铅、铋和铊量的测定 原子发射光谱法；
- GB/T 11066.6 金化学分析方法 镁、镍、锰和钡量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- GB/T 11066.7 金化学分析方法 银、铜、铁、铅、铋、钡、镁、锡、镍、锰和铬量的测定 火花原子发射光谱法；
- GB/T 11066.8 金化学分析方法 银、铜、铁、铅、铋、钡、镁、镍、锰和铬量的测定 乙酸乙酯萃取-电感耦合等离子体原子发射光谱法；
- GB/T 11066.9 金化学分析方法 砷和锡量的测定 氢化物发生-原子荧光光谱法；
- GB/T 11066.10 金化学分析方法 硅量的测定 钼蓝分光光度法。

本部分为 GB/T 11066 的第 9 部分。

本部分的附录 A 为资料性附录。

本部分由中国有色金属工业协会提出。

本部分由全国有色金属标准化技术委员会归口。

本部分负责起草单位：成都印钞公司、中国有色金属工业标准计量质量研究所。

本部分参加起草单位：北京矿冶研究总院、沈阳造币厂、江西铜业公司、金川集团公司、紫金矿业集团股份有限公司、北京航空材料研究院。

本部分主要起草人：于力、符斌、汤淑芳、龙淑杰、陈杰、王德雨、喻生洁、刘同行、于长珍、夏珍珠、李春香、占光仙、卢秋兰、朱慕平。

金化学分析方法 砷和锡量的测定 氢化物发生-原子荧光光谱法

1 范围

GB/T 11066 的本部分规定了金中砷和锡量的测定方法。

本部分适用于金中砷和锡量的测定。测定范围:砷为 0.000 2%~0.005 0%;锡为 0.000 2%~0.005 0%。

2 方法提要

试料经混合酸溶解,在冒三氧化硫浓烟的温度下,析出金,以倾析法过滤金。在盐酸(1+9)介质中,在硼氢化钾存在下,滤液中砷(Ⅲ)被硼氢化钾还原成砷的氢化物,滤液中锡(Ⅱ)被硼氢化钾还原成锡的氢化物,用氬气导入石英炉原子化器中,于原子荧光光谱仪上分别测量砷和锡的荧光强度。

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二次蒸馏水或相当纯度的水。

- 3.1 混合酸:以 1 份硝酸(ρ 约 1.42 g/mL,优级纯)与 3 份盐酸(ρ 约 1.19 g/mL,优级纯)和 3 份水混匀。
- 3.2 硫酸(1+1),优级纯。
- 3.3 盐酸(1+1),优级纯。
- 3.4 盐酸(1+9),优级纯。
- 3.5 亚硫酸(1+1)。
- 3.6 硫脲-抗坏血酸混合溶液(50 g/L):称取 5 g 硫脲、5 g 抗坏血酸,用水溶解后,稀释至 100 mL,混匀。
- 3.7 硼氢化钾溶液(25 g/L):称取 7.5 g 硼氢化钾,溶于 300 mL 5.0 g/L 氢氧化钾溶液中,混匀。用时现配。
- 3.8 砷标准贮存溶液:称取 0.132 0 g 三氧化二砷(基准试剂,于 100 °C~105 °C 烘 1 h),置于 150 mL 烧杯中,加入 5 mL 氢氧化钠溶液(200 g/L),低温加热至其完全溶解,加入 50 mL 水、1 滴酚酞乙醇溶液(1 g/L),用硫酸(1+4)中和至红色刚消失再过量 2 mL,移入 1 000 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 100 μ g 砷。
- 3.9 锡标准贮存液:称取 0.100 0 g 金属锡(质量分数大于 99.99%)(称前用稀盐酸洗去表面氧化物,再用乙醇充分洗涤晾干)置于 250 mL 烧杯中,加 100 mL 盐酸,低温加热溶解,冷却,移入 1 000 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含锡 100 μ g。
- 3.10 砷标准溶液:移取 10.00 mL 砷标准贮存溶液(3.8)于 100 mL 容量瓶中,加入 4 mL 盐酸(3.3),稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 1 μ g 砷。
- 3.11 锡标准溶液:移取 10.00 mL 锡标准贮存溶液(3.9)于 100 mL 容量瓶中,加入 4 mL 盐酸(3.3),以水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 1 μ g 锡。
- 3.12 氬气(质量分数不小于 99.95%)。

4 仪器

断续流动双道无色散型氢化物原子荧光光谱仪,带有石英炉原子化器和砷空心阴极灯,断续流动仪

GB/T 11066.9—2009

及微机处理系统。

在仪器最佳工作条件下,凡能达到下列指标者均可使用:

——检出限:不大于 2×10^{-9} g/mL。

——精密度:用 $0.02 \mu\text{g/mL}$ 的砷标准溶液测量 10 次荧光强度,其标准偏差不应超过平均荧光强度的 5.0%。

仪器工作条件见附录 A。

5 分析步骤

5.1 试料

按表 1 称取试料,精确到 0.000 1 g。

表 1 称料量

砷的质量分数/%	锡的质量分数/%	试料量/g
0.000 2~0.000 5	0.000 2~0.000 5	0.50
>0.000 5~0.001 0	>0.000 5~0.001 0	0.20
>0.001 0~0.005 0	>0.001 0~0.005 0	0.10

5.2 测定次数

独立地进行二次测定,取其平均值。

5.3 空白试验

随同试料做空白试验。

5.4 测定

5.4.1 砷

5.4.1.1 将试料(5.1)置于 100 mL 烧杯中。加入 20 mL 混合酸(3.1),盖上表面皿,低温加热使试料溶解完全,加入 4 mL 硫酸(3.2),加热至冒三氧化硫烟,保持 1 min,此时有海绵金大量析出,冷却至室温。

5.4.1.2 用水洗涤杯壁及表面皿,滴加亚硫酸(3.5),使溶液颜色由黄色变成无色,加热煮沸,使金析出完全,以倾析法分离金,加热滤液至冒三氧化硫浓烟,保持 30 s,冷却。加入 10 mL 盐酸(3.3),用少量水吹洗杯壁,水浴加热溶解,冷却。

5.4.1.3 将上述溶液移入 50 mL 容量瓶中,加入 5 mL 硫脲-抗坏血酸混合溶液(3.6),以水稀释至刻度,混匀。放置约 30 min。

5.4.1.4 于氢化物发生-原子荧光光谱仪上,与系列标准溶液同时,以水调零,测量砷的荧光强度,减去随同试样的空白溶液的荧光强度,从工作曲线上查出相应的砷的质量浓度。

5.4.2 锡

5.4.2.1 将试料(5.1)置于 100 mL 烧杯中。加入 20 mL 混合酸(3.1),盖上表面皿,低温加热使试样溶解完全,加入 4 mL 硫酸(3.2),加热至冒三氧化硫烟,保持 1 min,此时有海绵金大量析出,冷却至室温。

5.4.2.2 用水洗涤杯壁及表面皿,滴加亚硫酸(3.5),使溶液颜色由黄色变成无色,加热煮沸,使金析出完全,以倾析法使分离金,加热滤液至冒尽三氧化硫烟,冷却,用少量水吹洗杯壁,加入 10 mL 盐酸(3.3),水浴加热溶解,冷却。

5.4.2.3 将上述溶液移入 50 mL 容量瓶中,加入 5 mL 硫脲-抗坏血酸混合溶液(3.6),以水稀释至刻度,混匀。

5.4.2.4 于氢化物发生-原子荧光光谱仪上,与系列标准溶液同时,以水调零,测量锡的荧光强度,减去随同试样的空白溶液的荧光强度,从工作曲线上查出相应的锡的质量浓度。

5.5 工作曲线的绘制

5.5.1 分别移取 0.00 mL、0.50 mL、1.50 mL、2.50 mL、5.00 mL、7.50 mL 砷标准溶液(3.10)于 6 个 50 mL 容量瓶中,加入 10 mL 盐酸(3.3)、5 mL 硫脲-抗坏血酸混合溶液(3.6),以水稀释至刻度,混匀。放置约 30 min。分别移取 0.00 mL、0.50 mL、1.50 mL、2.50 mL、5.00 mL、7.50 mL 锡标准溶液(3.11)于 6 个 50 mL 容量瓶中,加入 10 mL 盐酸(3.3)、5 mL 硫脲-抗坏血酸混合溶液(3.6),以水稀释至刻度,混匀。

5.5.2 在与测量试液相同条件下测量系列标准溶液的荧光强度,减去“零”浓度溶液的荧光强度。以砷的质量浓度为横坐标,砷的荧光强度为纵坐标,绘制工作曲线。

5.5.3 在与测量试液相同条件下测量系列标准溶液的荧光强度,减去“零”浓度溶液的荧光强度。以锡的质量浓度为横坐标,锡的荧光强度为纵坐标,绘制工作曲线。

6 分析结果的计算

按式(1)计算砷和锡的质量分数 $w(X)$,数值以%表示:

$$w(X) = \frac{\rho \cdot V \times 10^{-6}}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中:

ρ ——自工作曲线上查得的砷和锡的质量浓度,单位为微克每毫升($\mu\text{g}/\text{mL}$);

V ——试液总体积,单位为毫升(mL);

m ——试料的质量,单位为克(g)。

所得结果保留到小数点后第四位。

7 精密度

7.1 重复性

在重复性条件下获得的两次独立测试结果的测试值,在表 2 给出的平均值范围内,这两个测试结果的绝对差值不超过重复性限(r),超过重复性限(r)的情况不超过 5%,重复性限(r)按表 2 采用线性内插法求得:

表 2 重复性

砷的质量分数/%	0.000 2	0.001 0	0.005 0
重复性限(r)/%	0.000 1	0.000 1	0.000 4
锡的质量分数/%	0.000 2	0.001 0	0.005 0
重复性限(r)/%	0.000 1	0.000 2	0.000 6

7.2 再现性

在再现性条件下获得的两次独立测试结果的测试值,在表 3 给出的平均值范围内,两个测试结果的绝对差值不超过再现性限(R),超过再现性限(R)的情况不超过 5%,再现性限(R)按表 3 数据采用线性内插法求得:

表 3 再现性

砷的质量分数/%	0.000 2	0.001 0	0.005 0
再现性限(R)/%	0.000 1	0.000 2	0.000 7
锡的质量分数/%	0.000 2	0.001 0	0.005 0
再现性限(R)/%	0.000 1	0.000 2	0.000 7

GB/T 11066.9—2009

8 质量保证和控制

应用国家级标准样品或行业标准样品(当前两者没有时,也可用控制标样替代),每季校核一次本分析方法标准的有效性。当过程失控时,应找出原因,纠正错误后,重新进行校核。

附 录 A
(资料性附录)
仪器工作条件

使用 AFS2201 型双道原子荧光光度计¹⁾及特制空心阴极灯,测定砷、锡的工作条件如表 A.1。

表 A.1 仪器工作条件

元素	炉温/ ℃	灯电流/ mA	读数时间/ s	延迟时间/ s	观测高度/ mm	载气流量/ (L/min)	屏蔽气流量/ (L/min)
As	800	40	15	1	8.0	500	900
Sn	800	40	15	1	8.0	500	900

上述仪器工作条件针对北京海光仪器公司 AFS2201 型原子荧光光谱仪,供使用单位选择仪器工作条件时参考。

-
- 1) 给出这一信息是为了方便本标准的使用者,并不表示对该产品的认可。如果其他等效产品具有相同的效果,则可使用这些等效产品。
-

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
金化学分析方法 砷和锡量的测定
氢化物发生-原子荧光光谱法
GB/T 11066.9—2009

*

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

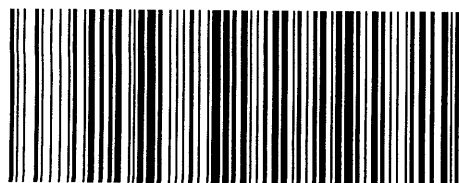
*

开本 880×1230 1/16 印张 0.75 字数 10 千字
2009年6月第一版 2009年6月第一次印刷

*

书号: 155066·1-37612 定价 16.00 元

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



GB/T 11066.9—2009

打印日期: 2009年7月14日