

ICS 77.040.30
H 15



中华人民共和国国家标准

GB/T 11066.9—2009

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

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

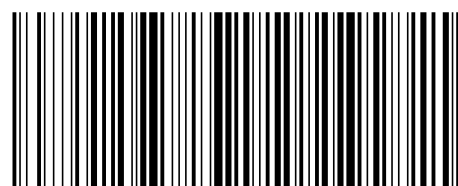
*
中国标准出版社出版发行
北京复兴门外三里河北街16号
邮政编码:100045

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

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
中国国家标准化管理委员会 发布

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、铋和铈量的测定 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。

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。

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