



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
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、铋和铍量的测定 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、铍、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、铍、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，用氙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 氙气(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