



中华人民共和国国家标准

GB/T 39143—2020

金砷合金化学分析方法 砷含量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法

Methods for chemical analysis of gold-arsenic alloys—
Determination of arsenic content—
Inductively coupled plasma atomic emission spectrometry

2020-10-11 发布

2021-09-01 实施

国家市场监督管理总局 发布
国家标准化管理委员会

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准由中国有色金属工业协会提出。

本标准由全国有色金属标准化技术委员会(SAC/TC 243)归口。

本标准起草单位:北京有色金属与稀土应用研究所、北京市冶金产品质量监督检验站、北京达博有色金属焊料有限责任公司、南京市产品质量监督检验院、深圳市中金岭南有色金属股份有限公司、广东省工业分析检测中心、长春黄金研究院有限公司、北矿检测技术有限公司、河南中原黄金冶炼厂有限责任公司、福建紫金矿冶测试技术有限公司。

本标准主要起草人:邹富国、王炜、陈晓宇、韩鹏、许丽娟、刘影、闫茹、禹洁丽、高瑞峰、曹小勇、左鸿毅、胡胭脂、陈小兰、张胜、苏广东、韩晓、刘成祥、卢小龙。

金砷合金化学分析方法

砷含量的测定

电感耦合等离子体原子发射光谱法

1 范围

本标准规定了金砷合金中砷含量的测定方法。

本标准适用于金砷合金中砷含量的测定。测定范围：0.10%～3.00%。

2 原理

试料用盐酸、硝酸混合酸溶解，用电感耦合等离子体原子发射光谱仪测定，计算砷的质量分数。

3 试剂与材料

除非另有说明，在分析中仅使用确认为优级纯试剂和去离子水。

3.1 盐酸(ρ 1.19 g/mL)。

3.2 硝酸(ρ 1.42 g/mL)。

3.3 盐酸(1+1)。

3.4 混合酸：3 体积盐酸(3.1)和 1 体积硝酸(3.2)混匀，用时现配。

3.5 砷标准贮存溶液：称取 0.132 0 g 三氧化二砷(基准试剂，预先置于浓硫酸干燥器中干燥至恒重)于 100 mL 烧杯中，加入 10 mL 氢氧化钠溶液(200 g/L)溶解，冷却，移入 100 mL 容量瓶中，加入 10 mL 盐酸(3.1)，用水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 1 000 μ g 砷。

3.6 砷标准溶液：准确移取 10.00 mL 砷标准贮存溶液(3.5)至 100 mL 容量瓶中，加入 10 mL 盐酸(3.1)以水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 100 μ g 砷。

3.7 氩气(体积分数 \geq 99.99%)。

4 仪器

电感耦合等离子体原子发射光谱仪。在仪器最佳条件下，凡能达到下列指标均可使用：

——分辨率：200 nm 时光学分辨率不大于 0.008 nm；400 nm 时光学分辨率不大于 0.020 nm。

——仪器稳定性：在仪器的最佳工作条件下，用 1.0 μ g/mL 的铜标准溶液测量 11 次，其发射强度的相对标准偏差不超过 2.0%。

5 试样

将试样加工成不大于 1 mm 的碎屑。

6 试验步骤

6.1 试料

称取 0.10 g 试样，精确至 0.000 1 g。

GB/T 39143—2020

6.2 平行试验

独立进行两次测定,取其平均值。

6.3 空白试验

随同试料做空白试验。

6.4 测定

6.4.1 将试料(6.1)置于 100 mL 烧杯中,加入 10 mL 混合酸(3.4),盖上表面皿,低温加热至试料完全溶解,煮沸驱除氮氧化物,冷却至室温。吹洗表面皿及杯壁,按表 1 分取试液于 100 mL 容量瓶,用水稀释至刻度,混匀。分取时补加 10 mL 盐酸(3.3),用水稀释至刻度,混匀。

表 1 试料溶液

质量分数 $w/\%$	溶液总体积 V_1/mL	分取试液体积 V_2/mL	分析试液体积 V/mL
0.10~1.00	100	—	—
>1.00~3.00	100	10.00	100

6.4.2 在电感耦合等离子体原子发射光谱仪上,于选定的砷谱线 193.695 nm 处,测量试液(6.4.1)及随同试料空白溶液(6.3)中砷元素的发射强度,从工作曲线上查得砷元素的质量浓度。

6.5 工作曲线的绘制

6.5.1 分别移取 0 mL、0.50 mL、1.00 mL、3.00 mL、5.00 mL、10.00 mL 砷标准溶液(3.6)于一组 100 mL 容量瓶中,各加入 10 mL 盐酸(3.1),用去离子水稀释至刻度,混匀。

6.5.2 在电感耦合等离子体原子发射光谱仪上,于选定的砷谱线 193.695 nm 处,测量砷标准溶液中砷元素的发射强度,减去标准溶液中“零”浓度溶液中被测砷元素的发射强度,以被测砷元素的质量浓度为横坐标,发射强度为纵坐标,绘制工作曲线,砷工作曲线的相关系数不小于 0.999 5。

7 试验数据处理

砷含量以质量分数 w_{As} 计,数值以%表示。

按式(1)计算:

$$w_{As} = \frac{(\rho - \rho_0) \cdot V \cdot V_1 \times 10^{-6}}{m \cdot V_2} \times 100 \dots\dots\dots (1)$$

式中:

- ρ_0 ——空白溶液的质量浓度,单位为微克每毫升($\mu\text{g/mL}$);
- ρ ——试料溶液的质量浓度,单位为微克每毫升($\mu\text{g/mL}$);
- m ——试料的质量,单位为克(g);
- V ——分析试液的体积,单位为毫升(mL);
- V_1 ——试液的总体积,单位为毫升(mL);
- V_2 ——试液的分取体积,单位为毫升(mL)。

计算结果保留到小数点后两位。



8 精密度

8.1 重复性

在重复性条件下获得的两次独立测试结果的测定值,在以下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 数据采用内插法或外延法求得。

表 2 重复性限

$w_{As}/\%$	0.25	0.41	0.93	1.92	3.03
$r/\%$	0.019	0.021	0.036	0.053	0.065

8.2 再现性

在再现性条件下获得的两次独立测试结果的测定值,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或外延法求得。

表 3 再现性限

$w_{As}/\%$	0.25	0.41	0.93	1.92	3.03
$R/\%$	0.022	0.032	0.068	0.099	0.14

9 试验报告

- 试验报告包括以下内容：
- 试样；
 - 本标准编号(GB/T 39143—2020)；
 - 分析结果及其表示；
 - 与基本分析步骤的差异；
 - 测定中观察到的异常现象；
 - 试验日期。

