ICS 77.120.99

H 68



中华人民共和国有色金属行业标准

GB/T xxxx－20xx

金砷合金

砷量的测定

电感耦合等离子体原子发射光谱法

Gold-arsenic alloys－

Determination of arsenic content-

Inductively coupled plasma atomic emission spectromeic method

（讨论稿）

20XX-XX-XX 发布 20XX-XX-XX 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

 本标准按照 GB/T1.1-2009 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/TC243）归口。

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

 本标准主要起草人： XXX、XXX、XXX、XXX、XXX、XXX。

金砷合金

砷量的测定

电感耦合等离子体原子发射光谱法

 警示 ——使用本标准的人员应有正规实验室工作的实践经验。本标准并未指出所有可能的安全问题。使用者有责任采取适当的安全和健康措施，并保证符合国家有关规定的条件。

1 范围

本标准规定了金砷合金中砷的测定方法。

本标准适用于金砷合金中砷的测定方法。测定范围：0.10%～3.0%。

2 方法提要

试料用盐酸、硝酸混合酸溶解，在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

除非另有说明外，在分析中仅使用确认为优级纯试剂和去离子水（在线电阻率不大于18.2MΩ.cm-1）。试验中所需的标准溶液除本部分规定的配制方法配制外，也可使用国家标准物质（标准溶液）。

3.1 盐酸 (ρ1.19 g/mL)。

3.2 硝酸 (ρ1.42 g/mL)。

3.3 硝酸（1+1），用时现配。

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0.500 0 g金属砷（*w*As≥99.99%），置于200 mL 烧杯中，加入50 mL硝酸（3.3），盖上表面皿，加热溶解，冷却，移入500 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液1 mL含1000 µg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） 稀释至刻度，混匀。此溶液1 mL分别含100 μg砷。

3.7 氩气 （体积分数≥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。

4.1 光源：氩等离子体光源，发生器最大输出功率不小于1.3 kW。

4.2分辨率：200 nm处光谱分辨率应优于0.01 nm。

4.3 仪器稳定性：≤2%。

5 试样

 试样用丙酮去除油污，加工成碎屑洗净、烘干。

6分析步骤

6.1 试料

称取 0.10 g 试样，精确至 0.000 1 g。

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 试料溶液制备

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移入相应容量瓶，用水稀释至刻度，混匀。分取时补加10 mL盐酸（3.1），用水稀释至刻度，混匀。

表1

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| 元素的质量分数*w*/% | 溶液总体积*v*/mL | 分取试液体积*v*/mL | 溶液测定体积*v*/mL |
| 0.1~1.0 | 100 | - | - |
| >1.0~3.0 | 100 | 10.00 | 50 |

6.4.2测定条件：按参考附录A进行条件优化后设定参数。

6.4.3分析线：推荐使用As分析线用193.695 nm。

6.5 工作曲线

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（3.1）盐酸，以去离子水稀释至刻度，混匀。此标准系列溶液1 mL含砷依次为0 μg、0.50 μg、1.00 μg、3.00 μg、5.00 μg、10.00 μg。

7 试验数据处理

按式(1)计算测定元素的质量分数*wAs*,数值以%表示：

 $w\_{As}=\frac{\left(ρ\_{As}-ρ\_{0}\right)∙V\_{1}∙10^{-6}}{m∙V\_{2}}×100\%$ …………………………（1）

式中：

ρ0—空白溶液的质量浓度，单位为微克每毫升（μg/mL）；

ρAs—试料溶液的质量浓度，单位为微克每毫升（μg /mL）；

*m*—试料的质量，单位为克（g）；

*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数据采用内插法求得。

表2 重复性

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| $w\_{As}$/% | 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求得。

表3 再现性

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| $w\_{As}$/% | 0.25 | 0.41 | 0.93 | 1.92 | 3.03 |
| R/% | 0.022 | 0.032 | 0.068 | 0.099 | 0.29 |

**9 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），每周或两周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。

10 试验报告

试验报告包括以下内容：

——试样；

——使用的标准（包括发布和出版年号）；

——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。

附录A

(资料性附录)

仪器测定条件

A.1 按仪器使用说明书优化仪器测定条件，参考表A.1和表A.2下列参数设定：

表A.1 仪器工作参数

|  |  |
| --- | --- |
| 项目 | 参数 |
| 功率（W） | 1150 |
| 冷却气流量（L/min） | 12 |
| 辅助气流量（L/min） | 0.5 |
| 雾化器气体流量（kPa） | 220 |
| 蠕动泵速（rpm） | 50 |
| 曝光时间（s） | 紫外：10；可见：5 |
| 摄谱曝光时间（s） | 紫外：15；可见：5 |
| 观测高度（mm） | 12 |
| 测定模式 | 垂直 |

表A.2 元素谱线

|  |  |
| --- | --- |
| 元素 | As |
| 波长/nm | 193.695 |