



中华人民共和国国家标准

GB/T 20899.11—2007

金矿石化学分析方法 第 11 部分：砷量和铋量的测定

Methods for chemical analysis of gold ores —
Part 11: Determination of arsenic and bismuth contents

2007-04-27 发布

2007-11-01 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 20899《金矿石化学分析方法》分为 11 个部分：

- 第 1 部分：金量的测定；
- 第 2 部分：银量的测定；
- 第 3 部分：砷量的测定；
- 第 4 部分：铜量的测定；
- 第 5 部分：铅量的测定；
- 第 6 部分：锌量的测定；
- 第 7 部分：铁量的测定；
- 第 8 部分：硫量的测定；
- 第 9 部分：碳量的测定；
- 第 10 部分：锑量的测定；
- 第 11 部分：砷量和铋量的测定。

本部分为 GB/T 20899 的第 11 部分。

本部分由中华人民共和国国家发展和改革委员会提出。

本部分由长春黄金研究院归口。

本部分由国家金银及制品质量监督检验中心(长春)负责起草。

本部分主要起草人：陈菲菲、黄蕊、魏成磊、刘冰、苏凯。

金矿石化学分析方法

第 11 部分：砷量和铋量的测定

1 范围

本部分规定了金矿石中砷和铋含量的测定方法。

本部分适用于金矿石中砷和铋含量的测定。测定范围：砷：0.010%～0.40%；铋：0.010%～0.50%。

2 方法提要

试料经硝酸、硫酸溶解，用抗坏血酸进行预还原，以硫脲掩蔽铜，在氢化物发生器中，砷和铋被硼氢化钾还原为氢化物，用氩气导入石英炉原子化器中，于原子荧光光谱仪上测量其荧光强度。按标准曲线法计算砷和铋量。

3 试剂

3.1 氯酸钾。

3.2 硝酸(ρ 1.42 g/mL)。

3.3 盐酸(ρ 1.19 g/mL)。

3.4 王水：3 份体积盐酸和 1 份体积硝酸混合，现用现配。

3.5 硫酸(ρ 1.84 g/mL)。

3.6 硫脲-抗坏血酸混合溶液：称取硫脲、抗坏血酸各 5 g，用水溶解，稀释至 100 mL，混匀，现用现配。

3.7 硼氢化钾溶液(20 g/L)：称取 2 g 硼氢化钾溶于 100 mL 氢氧化钠溶液(2 g/L)中，现用现配。

3.8 砷标准贮存溶液：称取 0.132 0 g 三氧化二砷(预先在 100℃～105℃烘 1 h，置于干燥器中冷却至室温)于 100 mL 烧杯中，加 5 mL 氢氧化钠溶液(200 g/L)，低温加热使其溶解，加水 50 mL，2 滴酚酞乙醇溶液(1 g/L)，用硫酸(1+1)中和至红色刚消失，再过量 2 mL，移入 1 000 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度。此溶液 1 mL 含 100 μ g 砷。

3.9 砷标准溶液：移取 20.00 mL 砷标准贮存溶液(3.8)于 500 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 4 μ g 砷。

3.10 铋标准贮存溶液：称取 0.100 0 g 铋(Bi 的质量分数 \geq 99.99%)于 250 mL 烧杯中，加入 50 mL 硝酸(1+1)，盖上表面皿，加热至完全溶解，煮沸驱除氮的氧化物，冷却，移入 1 000 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 100 μ g 铋。

3.11 铋标准溶液：移取 20.00 mL 铋标准贮存溶液(3.10)于 500 mL 容量瓶中，加入 100 mL 盐酸，用水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 4 μ g 铋。

4 仪器

原子荧光光谱仪，附屏蔽式石英炉原子化器，玻璃质氢化物发生器，砷、铋特制空心阴极灯或高强度空心阴极灯。

氩气：用作屏蔽气、载气。

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 9×10^{-10} g/mL。

精密度：用 0.10 $\mu\text{g/mL}$ 的砷、铋标准溶液测量荧光强度 11 次，其标准偏差不超过平均荧光强度的 5.0%。

5 试样

5.1 试样粒度应不大于 0.074 mm。

5.2 试样在 100℃~105℃ 烘 1 h 后，置于干燥器中冷至室温。

6 分析步骤

6.1 试料

称取 0.20 g 试样，精确至 0.000 1 g。

独立地进行两次测定，取其平均值。

6.2 空白试验

随同试料做空白试验。

6.3 测定

6.3.1 将试料(6.1)置于 300 mL 烧杯中，用少量水润湿，加入约 0.1 g 氯酸钾(3.1)与试料混匀，加 10 mL 硝酸(3.2)，盖上表面皿，置于低温电热板上加热溶解(试样中含硫高时，反复加少量氯酸钾至无单体硫析出为止)，蒸至小体积，稍冷，加 5 mL 硫酸(3.5)，混匀，加热至冒烟，取下冷却，加 30 mL 盐酸(3.3)，用水吹洗表面皿及杯壁至 70 mL 左右，低温加热至可溶性盐类溶解，取下冷却，移入 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度。

6.3.2 按表 1 分取上述溶液(6.3.1)于已盛有 60 mL 水、10 mL 王水(3.4)的 100 mL 容量瓶中，加 10 mL 硫脲-抗坏血酸混合溶液(3.6)，用水稀释至刻度，混匀。

6.3.3 移取 2 mL 待测溶液(6.3.2)于氢化物发生器中，以恒定速率加入硼氢化钾溶液(3.7)，以随同试料的空白试验溶液为参比，测量其荧光强度。从工作曲线上查出相应的砷浓度和铋浓度。

表 1

砷和铋的质量分数/%	分取试液体积/mL
0.01~0.10	10.00
>0.10~0.20	5.00
>0.20~0.50	2.00

6.3.4 工作曲线的绘制

分别移取 0 mL、0.50 mL、1.00 mL、2.00 mL、4.00 mL、6.00 mL、8.00 mL 砷标准溶液(3.9)和铋标准溶液(3.11)于一组已盛有 60 mL 水、10 mL 王水(3.4)的 100 mL 容量瓶中，加 10 mL 硫脲-抗坏血酸混合溶液(3.6)，用水稀释至刻度，混匀。按仪器操作程序测其荧光强度，减去试剂空白的荧光强度。以砷或铋的浓度为横坐标，荧光强度为纵坐标绘制工作曲线。

7 分析结果的表述

按式(1)计算砷或铋的质量分数：

$$w(\text{As 或 Bi}) = \frac{c \cdot V_c \cdot V_2 \times 10^{-6}}{m_0 \cdot V_1} \times 100 \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中：

$w(\text{As 或 Bi})$ —— 铋的质量分数，用 % 表示；

c —— 自工作曲线上查得的砷或铋的浓度，单位为微克每毫升($\mu\text{g/mL}$)；

V_0 —— 试液的总体积，单位为毫升(mL)；

V_1 ——分取试液的体积,单位为毫升(mL);

V_2 ——分取试液稀释后的体积,单位为毫升(mL);

m_0 ——试料的质量,单位为克(g);

所得结果保留两位小数,若质量分数小于 0.10% 时,表示至三位小数。

8 允许差

实验室之间分析结果的差值应不大于表 2 所列允许差。

表 2

单位为 %

砷、铋质量分数	允许差
0.010~0.030	0.003
>0.030~0.060	0.006
>0.060~0.10	0.010
>0.10~0.20	0.02
>0.20~0.50	0.03

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
金矿石化学分析方法
第 11 部分：砷量和铋量的测定
GB/T 20899.11—2007

*

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

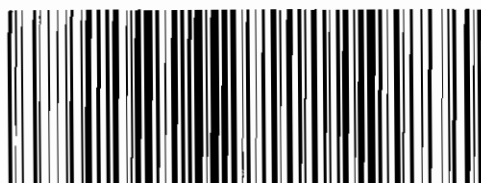
*

开本 880×1230 1/16 印张 0.5 字数 6 千字
2007 年 7 月第一版 2007 年 7 月第一次印刷

*

书号：155066·1-29648 定价 10.00 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 20899.11—2007