

中华人民共和国国家标准

GB/T 11066.3—2008
代替 GB/T 11066.3—1989

金化学分析方法 铁量的测定 火焰原子吸收光谱法

Methods for chemical analysis of gold—
Determination of iron content—
Flame atomic absorption spectrometry

2008-06-09 发布

2008-12-01 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、铋和铊量的测定 原子发射光谱法；
- GB/T 11066.6 金化学分析方法 铁、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-ICP-AES 法；
- GB/T 11066.9 金化学分析方法 砷和锡量的测定 氢化物-原子荧光光谱法；
- GB/T 11066.10 金化学分析方法 硅量的测定 硅钼蓝分光光度法。

本部分为第 3 部分。

本部分代替 GB/T 11066.3—1989《金化学分析方法 火焰原子吸收光谱法测定铁量》。与 GB/T 11066.3—1989 相比，本部分主要有如下变动：

- 对仪器的要求，将灵敏度改为特征浓度；
- 用精密度代替允许差；
- 增加了质量保证和控制条款。

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。

本部分起草单位：北京矿冶研究总院、成都印钞公司。

本部分参加起草单位：上海造币厂、沈阳造币技术研究所、江西铜业公司、紫金铜业集团、湖北大冶有色金属集团、国家金银及制品质量监督检验中心。

本部分主要起草人：符斌、汤淑芳、李华昌、陈杰、王自森、邢桂珍、马玉勤、刘烽。

本部分主要验证人：高颖剑、姜求韬。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

- GB/T 11066.3—1989。

金化学分析方法

铁量的测定 火焰原子吸收光谱法

1 范围

本部分规定了金中铁含量的测定方法。

本部分适用于金中铁含量的测定。测定范围:0.000 5%~0.008 0%。

2 方法提要

试样用王水分解,在1 mol/L 盐酸介质中,用乙酸乙酯萃取分离金,水相浓缩后制成盐酸(1+19)待测试液,使用空气-乙炔火焰,于原子吸收光谱仪波长 248.3 nm 处测量铁的吸光度。

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蒸馏水或去离子水或相当纯度的水。

3.1 盐酸(ρ 约 1.19 g/mL),优级纯。

3.2 盐酸(1+1)。

3.3 盐酸(1+19)。

3.4 硝酸(ρ 约 1.42 g/mL),优级纯。

3.5 稀王水:以1份硝酸与3份盐酸和3份水混匀。

3.6 乙酸乙酯。

3.7 铁标准贮存溶液:称取 0.714 9 g 三氧化二铁(优级纯),低温加热溶于 100 mL 盐酸(3.1)中,冷却至室温,用水移入 1 000 mL 容量瓶中并稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 500 μ g 铁。

3.8 铁标准溶液:移取 25.00 mL 铁标准贮存溶液(3.7)于 1 000 mL 容量瓶中,用盐酸(3.3)稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 12.5 μ g 铁。

4 仪器

原子吸收光谱仪,附铁空心阴极灯。

在仪器最佳工作条件下,凡能达到下列指标者均可使用。

——特征质量浓度:在与测量试液的基体相一致的溶液中,铁的特征质量浓度应不大于 0.079 μ g/mL。

——工作曲线线性:将工作曲线按质量浓度等分成五段,最高段吸光度差值与最低段的吸光度差值之比,应不小于 0.85。

——精密性:用最高质量浓度的标准溶液测量 10 次吸光度,其标准偏差应不超过平均吸光度的 1%;用最低质量浓度的标准溶液(不是“零”标准溶液)测量 10 次吸光度,其标准偏差应不超过最高质量浓度标准溶液平均吸光度的 0.5%。

——推荐使用 P-E1100 型原子吸收光谱仪测定铁的参考工作条件如表 1。

表 1

波长/nm	灯电流/mA	单色器通带/nm	观测高度/mm	乙炔流量/(L/min)	空气流量/(L/min)
248.3	10	0.2	8.0	0.9	5.5

5 分析步骤

5.1 试料

称取 1.0 g 试料,精确到 0.001 g。

5.2 空白试验

随同试料做空白试验。

5.3 测定

5.3.1 将试料(5.1)置于 100 mL 烧杯中,加入 6 mL 稀王水(3.5),盖上表皿,低温加热使试料完全分解,低温蒸发至试液颜色呈棕褐色(约 2 mL)取下,打开表皿挥发氮的氧化物,加入 4 mL 水,煮沸,冷却至室温。

5.3.2 用盐酸(3.2)洗涤表皿并将试液移入 125 mL 分液漏斗中,稀释至约 30 mL。

5.3.3 加入 20 mL 乙酸乙酯(3.6),振荡 20 s,静置分层,水相放入另一分液漏斗中。有机相加入 2 mL 盐酸(3.2),轻轻振荡 3 次~5 次,静置分层,水相合并(保存有机相以回收金)。

5.3.4 合并后的水相,按 5.3.3 重复操作一次,静置分层后的水相均放入原烧杯中。

5.3.5 低温将试液蒸发至约 2 mL,冷却至室温,用盐酸(3.3)按表 2 移入容量瓶中并稀释至刻度,混匀。

表 2

铁的质量分数/%	试液总体积/mL
≤0.002 5	10
>0.002 5~0.008 0	50

5.3.6 使用空气-乙炔火焰,在原子吸收光谱仪波长 248.3 nm 处,以水调零,与系列标准溶液平行测量试液的吸光度,减去随同试料空白溶液的吸光度,从工作曲线上查出相应的铁质量浓度。

5.4 工作曲线的绘制

5.4.1 移取 0 mL、2.00 mL、4.00 mL、6.00 mL、8.00 mL、10.00 mL 铁标准溶液(3.8),分别置于一组 50 mL 容量瓶中,用盐酸(3.3)稀释至刻度,混匀。

5.4.2 在与试料测定相同条件下,以水调零,测量系列标准溶液的吸光度,减去“零”质量浓度溶液的吸光度。以铁质量浓度为横坐标,吸光度为纵坐标绘制工作曲线。

6 分析结果的计算

按式(1)计算铁的质量分数 $w(\text{Fe})$,数值以%表示:

$$w(\text{Fe}) = \frac{\rho \cdot V \times 10^{-6}}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中:

ρ ——自工作曲线上查得的铁质量浓度,单位为微克每毫升($\mu\text{g}/\text{mL}$);

V ——试液总体积,单位为毫升(mL);

m ——试料的质量,单位为克(g)。

7 精密度

7.1 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大于重复性限(r),以大于重复性限(r)的情况不超过 5%为前提,重复性限(r)按表 3 数据采用线性内插法求得。

表 3

铁的质量分数/%	r /%
0.000 8	0.000 1
0.003 9	0.000 5
0.006 5	0.000 8
注：重复性限(r)为 $2.8S_r$, S_r 为重复性标准差。	

7.2 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,在以下给出的平均值范围内,这两个测试结果的绝对差值不大于再现性限(R),以大于再现性限(R)的情况不超过 5%为前提,再现性限(R)按表 4 数据采用线性内插法求得。

表 4

铁的质量分数/%	R /%
0.000 8	0.000 3
0.003 9	0.000 8
0.006 5	0.001 0
注：再现性限(R)为 $2.8S_R$, S_R 为再现性标准差。	

8 质量保证和控制

应用国家级标准样品或行业级标准样品(当两者没有时,也可用控制样替代),每周或每两周验证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,并采取相应的预防措施。

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
金化学分析方法
铁量的测定 火焰原子吸收光谱法
GB/T 11066.3—2008

*

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 8 千字
2008年8月第一版 2008年8月第一次印刷

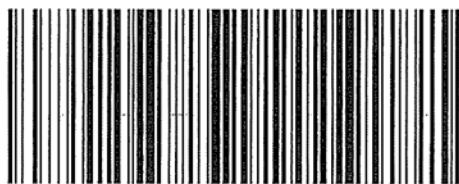
*

书号: 155066·1-32550 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 11066.3—2008