

ICS 77.040.30
H 15



中华人民共和国国家标准

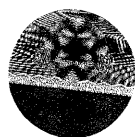
GB/T 11066.6—2009

金化学分析方法 镁、镍、锰和钯量的测定 火焰原子吸收光谱法

Methods for chemical analysis of gold—
Determination of magnesium, nickel, manganese, palladium contents—
Flame atomic absorption 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

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
金化学分析方法
镁、镍、锰和钯量的测定
火焰原子吸收光谱法
GB/T 11066.6—2009

*

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 9 千字

2009年6月第一版 2009年6月第一次印刷

*

书号: 155066·1-37609 定价 14.00 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

金化学分析方法

镁、镍、锰和钯量的测定

火焰原子吸收光谱法

1 范围

GB/T 11066 的本部分规定了金中镁、镍、锰、钯量的测定方法。
本部分适用于金中镁、镍、锰、钯量的测定。测定范围及波长见表 1。

表 1

元素	Mg	Ni	Mn	Pd
质量分数/%	0.000 1~0.020 0	0.000 1~0.020 0	0.000 1~0.020 0	0.000 2~0.050 0
波长/nm	285.2	232.0	279.5	244.8

2 方法提要

试料用混合酸分解,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介质待测试液,使用空气-乙炔火焰,用原子吸收光谱仪于表 1 所列波长处测量其镁、镍、锰、钯的吸光度。

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(1+11),优级纯。

3.2 盐酸(1+9),优级纯。

3.3 混合酸:硝酸+盐酸+水(1+3+3),优级纯。

3.4 乙酸乙酯。

3.5 硝酸镧溶液(100 g/L)。

3.6 镁标准贮存溶液:称取 0.165 8 g 预先经 780 °C 灼烧 1 h 的氧化镁(氧化镁的质量分数 \geq 99.99%),置于 250 mL 烧杯中,加入 20 mL 盐酸(1+1),低温加热溶解,冷却至室温。将溶液移入 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 镁。

3.7 镍标准贮存溶液:称取 1.000 0 g 金属镍(质量分数 \geq 99.95%)于 100 mL 烧杯中,加入 20 mL 硝酸(1+1),低温加热溶解,蒸至近干,冷却,加入 20 mL 盐酸(1+1),加热溶解盐类,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 1 mg 镍。

3.8 锰标准贮存溶液:称取 1.000 0 g 金属锰(质量分数 \geq 99.95%)于 100 mL 烧杯中,加入 20 mL 硝酸(1+1),低温加热溶解,蒸至近干,冷却,加入 20 mL 盐酸(1+1),加热溶解盐类,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 1 mg 锰。

3.9 钯标准贮存溶液:称取 1.000 0 g 金属钯(质量分数 \geq 99.99%)于 100 mL 烧杯中,加入 20 mL 硝酸(1+1),低温加热溶解,蒸至近干,冷却,加入 20 mL 盐酸(1+1),加热溶解盐类,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 1 mg 钯。

3.10 镁、镍、锰、钯混合标准溶液:分别移取 10 mL 镁标准贮存溶液(3.6)、5 mL 镍标准贮存溶液(3.7)、5 mL 锰标准贮存溶液(3.8)、10 mL 钯标准贮存溶液(3.9)于 100 mL 容量瓶中,用盐酸(3.2)稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 10 μ g 镁、50 μ g 镍、50 μ g 锰、100 μ g 钯。

4 仪器

原子吸收光谱仪,附镁、镍、锰、钯空心阴极灯。

在仪器最佳条件下,凡能达到下列指标的原子吸收光谱仪均可使用。

- 特征浓度:在与测量试液的基体相一致的溶液中,镁、镍、锰和钯的特征浓度应分别不大于 0.01 μg/mL、0.06 μg/mL、0.05 μg/mL 和 0.13 μg/mL;
- 精密度:用最高浓度的标准溶液测量 11 次吸光度,其标准偏差应不超过平均吸光度的 1.0%,用最低浓度的标准溶液(不是“零”标准溶液)测量 11 次吸光度,其标准偏差应不超过最高浓度标准溶液平均吸光度的 0.5%;
- 工作曲线线性:将工作曲线按浓度等分成五段,最高段的吸光度差值与最低段的吸光度差值之比应不小于 0.7。

5 分析步骤

5.1 试料

称取 1.00 g 试样,精确至 0.000 1 g。

独立地进行两次测定,取其平均值。

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 混合酸(3.3),盖上表面皿,低温加热,使试料溶解完全,低温蒸至溶液颜色呈棕褐色(约 2 mL)取下,打开表面皿挥发氮的氧化物,加入 4 mL 水,微沸,冷至室温。

5.3.2 用盐酸溶液(3.1)洗表面皿并将试液移入 125 mL 分液漏斗中并稀释至 30 mL。加入 20 mL 乙酸乙酯(3.4),振荡 20 s,静置分层,水相放入另一分液漏斗中。加 2 mL 盐酸溶液(3.1)轻轻振荡数次,洗涤有机相及漏斗,静置分层(贮存有机相以回收金),水相合并。

5.3.3 再加入 20 mL 乙酸乙酯(3.4),重复操作一次,分层后水相均放入原烧杯中。

5.3.4 将试液(5.3.3)低温蒸至约 2 mL~3 mL(切勿蒸干),冷至室温,用盐酸溶液(3.2)按表 2 移入到相应的容量瓶中,按表 2 加入硝酸镧溶液(3.5),稀释至刻度,混匀。

表 2

元素	质量分数/%	试液体积/mL	硝酸镧溶液/mL
Mg	0.000 1~0.001 0	25	1
Ni	0.000 1~0.005 0		
Mn	0.000 1~0.005 0		
Pd	0.000 2~0.010 0		
Mg	>0.001 0~0.005 0	50	2
Ni	>0.005 0~0.020 0		
Mn	>0.005 0~0.020 0		
Pd	>0.010 0~0.030 0		
Mg	>0.005 0~0.010 0	100	4
Pd	>0.030 0~0.050 0		
Mg	>0.010 0~0.020 0	200	8

5.3.5 使用空气-乙炔火焰,以随同试料的空白调零,按表 1 测定相应元素的吸光度,自工作曲线上查出镁、镍、锰和钯相应的质量浓度。

5.4 工作曲线的绘制

移取 0 mL、2.00 mL、4.00 mL、6.00 mL、8.00 mL、10.00 mL 镁、镍、锰、钯混合标准溶液(3.10),分别置于一组 100 mL 容量瓶中,加入 4 mL 硝酸镧溶液(3.5),用盐酸溶液(3.2)稀释至刻度,混匀。

在与试料溶液测定相同条件下,以水调零,测量标准溶液的吸光度,减去“零”浓度溶液的吸光度,以被测元素的质量浓度为横坐标,吸光度为纵坐标绘制工作曲线。

6 分析结果的计算

按式(1)计算镁、镍、锰、钯的质量分数 $w(X)$,数值以%表示:

$$w(X) = \frac{\rho_x \cdot V \times 10^{-6}}{m} \times 100 \dots\dots\dots(1)$$

式中:

ρ_x ——以试料溶液的吸光度自工作曲线上查得的镁、镍、锰、钯的浓度,单位为微克每毫升($\mu\text{g/mL}$);

V ——试料溶液的体积,单位为毫升(mL);

m ——试料的质量,单位为克(g)。

分析结果表示至小数点后第 4 位。

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绝对差值不大于重复性限(r),大于重复性限(r)的情况以不超过 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 %

Mg 的质量分数	0.000 6	0.008 0	0.020 0
Mg 的重复性限(r)	0.000 1	0.000 6	0.001 2
Ni 的质量分数	0.000 6	0.008 0	0.020 0
Ni 的重复性限(r)	0.000 1	0.000 4	0.001 4
Mn 的质量分数	0.000 6	0.008 0	0.020 0
Mn 的重复性限(r)	0.000 1	0.000 4	0.000 9
Pd 的质量分数	0.001 5	0.020 0	0.050 0
Pd 的重复性限(r)	0.000 2	0.000 7	0.003 7
注: 镁、镍和锰的质量分数为 0.000 1%~0.000 6%的重复性限采用 0.000 1%,钯的质量分数为 0.000 2%~0.001 5%的重复性限采用 0.000 2%。			

7.2 再现性

在再现性条件下,获得的两次独立测试结果的绝对差值不大于再现性限(R),大于再现性限(R)的情况以不超过 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 %

Mg 的质量分数	0.000 6	0.008 0	0.020 0
Mg 的再现性限(R)	0.000 1	0.001 0	0.001 2
Ni 的质量分数	0.000 6	0.008 0	0.020 0
Ni 的再现性限(R)	0.000 1	0.000 7	0.001 5

GB/T 11066.6—2009

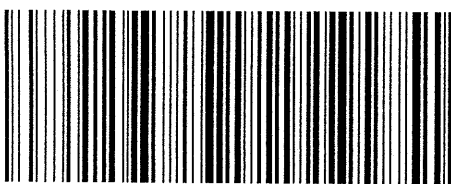
表 4 (续)

%

Mn 的质量分数	0.000 6	0.008 0	0.020 0
Mn 的再现性限(R)	0.000 1	0.000 7	0.001 1
Pd 的质量分数	0.001 5	0.020 0	0.050 0
Pd 的再现性限(R)	0.000 2	0.003 0	0.005 8
注: 镁、镍和锰的质量分数为 0.000 1%~0.000 6% 的再现性限采用 0.000 1%, 钯的质量分数为 0.000 2%~0.001 5% 的再现性限采用 0.000 2%。			

8 质量控制和保证

应用国家级或行业级标准样品(当两者没有时,也可用自制的控制样品代替),每周或两周验证一次本标准的有效性。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。



GB/T 11066.6-2009

版权专有 侵权必究

*

书号:155066·1-37609

定价: 14.00 元

打印日期: 2009年10月14日