



中华人民共和国国家标准

GB/T 25934.3—2010

高纯金化学分析方法 第3部分：乙醚萃取分离-ICP-AES法 测定杂质元素的含量

Methods for chemical analysis of high purity gold—
Part 3: Ethylether extraction separation-inductively
coupled plasma-atomic emission spectrometry—
Determination of impurity elements contents

2010-12-23 发布

2011-09-01 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
高纯金化学分析方法
第 3 部分:乙醚萃取分离-ICP-AES 法
测定杂质元素的含量
GB/T 25934.3—2010

*

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 0.75 字数 17 千字

2011 年 6 月第一版 2011 年 6 月第一次印刷

*

书号: 155066·1-42520 定价 16.00 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

前 言

GB/T 25934《高纯金化学分析方法》分为 3 个部分：

- 第 1 部分：乙酸乙酯萃取分离-ICP-AES 法 测定杂质元素的含量；
- 第 2 部分：ICP-MS-标准加入校正-内标法 测定杂质元素的含量；
- 第 3 部分：乙醚萃取分离-ICP-AES 法 测定杂质元素的含量。

本部分为第 3 部分。

本部分由全国黄金标准化技术委员会(SAC/TC 379)提出并归口。

本部分由河南中原黄金冶炼厂有限责任公司负责起草。

本部分由河南中原黄金冶炼厂有限责任公司、长城金银精炼厂、长春黄金研究院、沈阳造币厂、北京矿冶研究总院、江苏天瑞仪器股份有限公司起草。

本部分主要起草人：刘成祥、张波、张玉明、陈杰、黄蕊、陈菲菲、陈永红、赖茂明、王德雨、李华昌、李万春、于力、郑建明。

高纯金化学分析方法

第 3 部分：乙醚萃取分离-ICP-AES 法

测定杂质元素的含量

1 范围

GB/T 25934 的本部分规定了高纯金中银、铜、铁、铅、铋、钨、钼、钡、镁、锡、铬、镍、锰、铝、铂、铈、铀、铟、铊、镉、硅和砷的测定方法。

本部分适用于高纯金中银、铜、铁、铅、铋、钨、钼、钡、镁、锡、铬、镍、锰、铝、铂、铈、铀、铟、铊、镉、硅和砷的测定。测定范围见表 1。

表 1

元素	质量分数/%	元素	质量分数/%	元素	质量分数/%	元素	质量分数/%
Ag	0.000 02~0.000 47	Ni	0.000 02~0.000 47	Pt	0.000 02~0.000 48	Zn	0.000 02~0.000 44
Cu	0.000 02~0.000 47	Pd	0.000 02~0.000 49	Sn	0.000 03~0.000 32	Cd	0.000 02~0.000 48
Pb	0.000 05~0.000 48	Al	0.000 05~0.000 45	Ti	0.000 02~0.000 49	Ir	0.000 06~0.000 52
Fe	0.000 02~0.000 48	Mn	0.000 02~0.000 47	Cr	0.000 02~0.000 48	Si	0.000 03~0.000 27
Sb	0.000 04~0.000 43	Mg	0.000 02~0.000 46	Rh	0.000 02~0.000 50	As	0.000 05~0.000 46
Bi	0.000 02~0.000 43						

2 方法提要

试料用混合酸分解,在 1 mol/L 盐酸介质中,用乙醚萃取分离金,水相浓缩后制成盐酸介质待测溶液,使用电感耦合等离子体原子发射光谱仪测定银、铜、铁、铅、铋、钨、钼、钡、镁、锡、铬、镍、锰、铝、铂、铈、铀、铟、铊、镉、硅和砷的量。

3 试剂

除非另有说明,在分析中仅使用确认为优级纯的试剂和二次蒸馏水或相当纯度(电阻率 $\geq 18.2 \text{ M}\Omega/\text{cm}$)的水。

3.1 盐酸($\rho 1.19 \text{ g/mL}$)。

3.2 硝酸($\rho 1.42 \text{ g/mL}$)。

3.3 硫酸($\rho 1.84 \text{ g/mL}$)。

3.4 氢氟酸($\rho 1.15 \text{ g/mL}$)。

3.5 盐酸(1+1)。

3.6 硝酸(1+1)。

3.7 硝酸(1+2)。

3.8 盐酸(1+9)。

3.9 盐酸(1+11)。

3.10 盐酸(1+29)。

3.11 混合酸:以 1 体积硝酸(3.2)、3 体积盐酸(3.1)和 1 体积水混合均匀。

3.12 乙醚:用盐酸溶液(3.9)洗涤 2~3 次后备用。

警告：使用本标准的人员应有正规实验室工作的经验。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法规规定的条件。

3.13 标准贮存溶液

3.13.1 银标准贮存溶液：称取 0.100 0 g 金属银（质量分数 $\geq 99.99\%$ ）于 100 mL 烧杯中，加入 10 mL 硝酸溶液（3.6），低温加热溶解，冷却至室温，移入 100 mL 容量瓶中，加入 25 mL 盐酸（3.1），用水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 1 mg 银。

3.13.2 铝标准贮存溶液：称取 0.100 0 g 金属铝（质量分数 $\geq 99.99\%$ ）于 100 mL 烧杯中，加入 20 mL 盐酸溶液（3.5），低温加热溶解，冷却至室温，用盐酸溶液（3.8）移入 100 mL 容量瓶中并稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 1 mg 铝。

3.13.3 砷标准贮存溶液：称取 0.132 0 g 三氧化二砷（基准试剂，于 100 °C ~ 105 °C 烘 1 h），置于 100 mL 烧杯中，加入 5 mL 氢氧化钠溶液（200 g/L），低温加热至完全溶解，加入 50 mL 水、1 滴酚酞乙醇溶液（1 g/L），用硫酸溶液（1+4）中和至红色刚消失再过量 2 mL，冷却至室温，移入 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 1 mg 砷。

3.13.4 铋标准贮存溶液：称取 0.100 0 g 金属铋（质量分数 $\geq 99.99\%$ ）于 100 mL 烧杯中，加入 20 mL 硝酸溶液（3.6），低温加热溶解，冷却至室温，移入 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 1 mg 铋。

3.13.5 镉标准贮存溶液：称取 0.100 0 g 金属镉（质量分数 $\geq 99.99\%$ ）于 100 mL 烧杯中，加入 20 mL 硝酸溶液（3.6），低温加热溶解，冷却至室温，移入 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 1 mg 镉。

3.13.6 铬标准贮存溶液：称取 0.282 9 重铬酸钾（基准试剂，于 100 °C ~ 105 °C 烘 1 h），置于 100 mL 烧杯中，加入 20 mL 盐酸溶液（3.5），低温加热至完全溶解，冷却至室温，移入 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 1 mg 铬。

3.13.7 铜标准贮存溶液：称取 0.100 0 g 金属铜（质量分数 $\geq 99.99\%$ ）于 100 mL 烧杯中，加入 20 mL 硝酸溶液（3.6），低温加热溶解，冷却至室温，移入 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 1 mg 铜。

3.13.8 铁标准贮存溶液：称取 0.100 0 g 金属铁（质量分数 $\geq 99.99\%$ ）于 100 mL 烧杯中，加入 20 mL 混合酸（3.11），低温加热溶解，冷却至室温，移入 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 1 mg 铁。

3.13.9 铅标准贮存溶液：称取 0.100 00 g 金属铅（质量分数 $\geq 99.99\%$ ）于 100 mL 烧杯中，加入 20 mL 硝酸（3.7），低温加热溶解，冷却至室温，移入 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 1 mg 铅。

3.13.10 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 100 mL 烧杯中，加入 20 mL 盐酸溶液（3.5），低温加热溶解，冷却至室温。将溶液移入 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 1 mg 镁。

3.13.11 锰标准贮存溶液：称取 0.100 0 g 金属锰（质量分数 $\geq 99.99\%$ ）于 100 mL 烧杯中，加入 20 mL 硝酸溶液（3.6），低温加热溶解，冷却至室温，移入 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 1 mg 锰。

3.13.12 镍标准贮存溶液：称取 0.100 0 g 金属镍（质量分数 $\geq 99.99\%$ ）于 100 mL 烧杯中，加入 20 mL 硝酸溶液（3.6），低温加热溶解，冷却至室温，移入 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 1 mg 镍。

3.13.13 锌标准贮存溶液：称取 0.100 0 g 金属锌（质量分数 $\geq 99.99\%$ ）于 100 mL 烧杯中，加入 10 mL 水再缓慢加入 20 mL 盐酸溶液（3.5），低温加热溶解，冷却至室温，移入 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 1 mg 锌。

盐酸溶液,用水反复洗涤金片3次,烘干备用。

6 分析步骤

6.1 试料

称取5.0 g高纯金试样(5),精确至0.000 1 g。

独立进行两次测定,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100 mL石英烧杯中,加入30 mL混合酸溶液(3.11),盖上表皿,低温加热使试料完全溶解,继续蒸发至试液颜色呈棕褐色(冷却后不应析出单体金)取下,打开表皿挥发氮的氧化物,加入5 mL盐酸(3.5)加热至试液颜色成棕褐色冷却至室温。

6.3.2 用盐酸溶液(3.9)洗涤表皿并将试液转移至125 mL分液漏斗中,定容至20 mL,加入50 mL乙醚(3.12),振荡20 s,静置分层。水相移入另一分液漏斗中。

6.3.3 有机相用5 mL盐酸(3.9)洗涤,合并两次水相,加入20 mL乙醚(3.12)重复操作一次,将水相放入原烧杯中,此有机相再用5 mL盐酸(3.9)洗涤一次,水相并入原烧杯中。

6.3.4 以5 mL盐酸(3.10)顺序洗涤两个有机相,水相并入原烧杯中(有机相保留回收金)。

6.3.5 加入2 mL混合酸(3.11),低温将烧杯中的水相浓缩至5 mL,取下冷却至室温,用盐酸(3.9)移入25 mL容量瓶中并稀释至刻度,混匀待测。

6.3.6 在电感耦合等离子体原子发射光谱仪上,测量被测元素的谱线强度,扣除空白值,自工作曲线上查出被测元素的质量浓度。

6.4 工作曲线的绘制

6.4.1 移取0.00 mL、0.50 mL、1.00 mL、5.00 mL含有银、铝、砷、铋、镉、铬、铜、铁、镁、锰、镍、铅和锌的混合标准溶液(3.14.1),置于一组50 mL容量瓶中,用盐酸溶液(3.9)定容至刻度,混匀。

6.4.2 移取0.00 mL、0.50 mL、1.00 mL、5.00 mL含有铍、钡、铂、铈、锡、铈的混合标准溶液(3.14.2),置于一组50 mL容量瓶中,用盐酸溶液(3.9)定容至刻度,混匀。

6.4.3 移取0.00 mL、0.50 mL、1.00 mL、5.00 mL含有钛的标准溶液(3.14.3),置于一组50 mL容量瓶中,用盐酸溶液(3.9)定容至刻度,混匀。

6.4.4 移取0.00 mL、0.50 mL、1.00 mL、5.00 mL含有硅的标准溶液(3.14.4),置于一组50 mL聚丙烯容量瓶中,用盐酸溶液(3.9)定容至刻度,混匀。

6.4.5 在与试料溶液测定相同条件下,测量标准溶液中各元素的谱线强度。以各被测元素的质量浓度为横坐标,谱线强度为纵坐标绘制工作曲线。

7 分析结果的计算

按式(1)计算被测元素的量,即质量分数 $w(X)$,数值以%表示:

$$w(X) = \frac{(\rho_x \cdot V_x - \rho_0 \cdot V_0) \times 10^{-6}}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中:

ρ_x ——试液中被测元素的质量浓度,单位为微克每毫升($\mu\text{g/mL}$);

V_x ——试液的体积,单位为毫升(mL);

ρ_0 ——空白溶液中被测元素的质量浓度,单位为微克每毫升($\mu\text{g/mL}$);

V_0 ——空白溶液的体积,单位为毫升(mL);

m ——试料质量,单位为克(g)。

分析结果保留至小数点后第五位。

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),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2数据采用线性内插法求得。

表 2

银的质量分数/%	0.000 02	0.000 10	0.000 47
r /%	0.000 01	0.000 02	0.000 05
铝的质量分数/%	0.000 05	0.000 18	0.000 45
r /%	0.000 01	0.000 03	0.000 05
砷的质量分数/%	0.000 05	0.000 19	0.000 46
r /%	0.000 01	0.000 03	0.000 05
铋的质量分数/%	0.000 02	0.000 09	0.000 43
r /%	0.000 01	0.000 02	0.000 05
镉的质量分数/%	0.000 02	0.000 10	0.000 48
r /%	0.000 01	0.000 02	0.000 05
铬的质量分数/%	0.000 02	0.000 10	0.000 48
r /%	0.000 01	0.000 02	0.000 05
铜的质量分数/%	0.000 02	0.000 10	0.000 47
r /%	0.000 01	0.000 02	0.000 05
铁的质量分数/%	0.000 02	0.000 10	0.000 48
r /%	0.000 01	0.000 02	0.000 05
铀的质量分数/%	0.000 06	0.000 22	0.000 52
r /%	0.000 02	0.000 03	0.000 05
镁的质量分数/%	0.000 02	0.000 10	0.000 46
r /%	0.000 01	0.000 02	0.000 05
锰的质量分数/%	0.000 02	0.000 10	0.000 47
r /%	0.000 01	0.000 02	0.000 03
镍的质量分数/%	0.000 02	0.000 10	0.000 47
r /%	0.000 01	0.000 02	0.000 05
铅的质量分数/%	0.000 05	0.000 20	0.000 48
r /%	0.000 01	0.000 03	0.000 05
钯的质量分数/%	0.000 02	0.000 10	0.000 49
r /%	0.000 01	0.000 02	0.000 05
铂的质量分数/%	0.000 02	0.000 10	0.000 48
r /%	0.000 01	0.000 02	0.000 05

表 2 (续)

铈的质量分数/%	0.000 02	0.000 10	0.000 50
$r/\%$	0.000 01	0.000 02	0.000 05
铈的质量分数/%	0.000 04	0.000 18	0.000 43
$r/\%$	0.000 01	0.000 03	0.000 05
铈的质量分数/%	0.000 02	0.000 09	0.000 44
$r/\%$	0.000 01	0.000 02	0.000 06
铈的质量分数/%	0.000 03	0.000 13	0.000 32
$r/\%$	0.000 02	0.000 04	0.000 06
铈的质量分数/%	0.000 02	0.000 10	0.000 49
$r/\%$	0.000 01	0.000 02	0.000 03
铈的质量分数/%	0.000 03	0.000 12	0.000 27
$r/\%$	0.000 01	0.000 04	0.000 07

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再现性限(R),以不大于再现性限(R)的情况不超过 5%为前提,再现性限(R)按表 3 数据采用线性内插法求得。

表 3

银的质量分数/%	0.000 02	0.000 10	0.000 47
$R/\%$	0.000 01	0.000 02	0.000 05
铝的质量分数/%	0.000 05	0.000 18	0.000 45
$R/\%$	0.000 02	0.000 04	0.000 08
砷的质量分数/%	0.000 05	0.000 19	0.000 46
$R/\%$	0.000 01	0.000 03	0.000 05
铋的质量分数/%	0.000 02	0.000 09	0.000 43
$R/\%$	0.000 01	0.000 03	0.000 10
镉的质量分数/%	0.000 02	0.000 10	0.000 48
$R/\%$	0.000 01	0.000 03	0.000 06
铬的质量分数/%	0.000 02	0.000 10	0.000 48
$R/\%$	0.000 01	0.000 03	0.000 05
铜的质量分数/%	0.000 02	0.000 10	0.000 47
$R/\%$	0.000 01	0.000 02	0.000 05
铁的质量分数/%	0.000 02	0.000 10	0.000 48
$R/\%$	0.000 01	0.000 03	0.000 05
铀的质量分数/%	0.000 06	0.000 22	0.000 52
$R/\%$	0.000 02	0.000 04	0.000 13

表 3 (续)

镁的质量分数/%	0.000 02	0.000 10	0.000 46
R/%	0.000 01	0.000 03	0.000 05
锰的质量分数/%	0.000 02	0.000 10	0.000 47
R/%	0.000 01	0.000 02	0.000 05
镍的质量分数/%	0.000 02	0.000 10	0.000 47
R/%	0.000 01	0.000 02	0.000 05
铅的质量分数/%	0.000 05	0.000 20	0.000 48
R/%	0.000 01	0.000 03	0.000 06
钡的质量分数/%	0.000 02	0.000 10	0.000 49
R/%	0.000 01	0.000 02	0.000 05
铂的质量分数/%	0.000 02	0.000 10	0.000 48
R/%	0.000 01	0.000 02	0.000 05
铈的质量分数/%	0.000 02	0.000 10	0.000 50
R/%	0.000 01	0.000 02	0.000 05
铈的质量分数/%	0.000 04	0.000 18	0.000 43
R/%	0.000 02	0.000 05	0.000 11
锌的质量分数/%	0.000 02	0.000 09	0.000 44
R/%	0.000 02	0.000 05	0.000 12
锡的质量分数/%	0.000 03	0.000 13	0.000 32
R/%	0.000 02	0.000 04	0.000 10
钛的质量分数/%	0.000 02	0.000 10	0.000 49
R/%	0.000 01	0.000 02	0.000 03
硅的质量分数/%	0.000 03	0.000 12	0.000 27
R/%	0.000 02	0.000 05	0.000 10

9 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,也可用控制样品代替),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,并采取相应的预防措施。

附 录 A
(资料性附录)
仪器工作参数

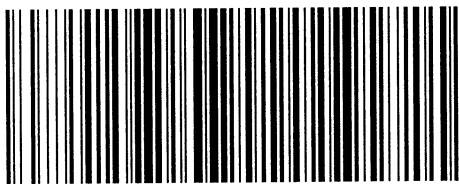
使用美国 PerkinElmer 公司的 4300DV 型电感耦合等离子体原子发射光谱仪¹⁾(轴向观测),其测定银、铝、砷、铋、镉、铬、铜、铁、铀、镁、锰、镍、铅、钡、铂、铯、铊、硅、锡、钛和锌的谱线如表 A. 1。

表 A. 1

元素	分析谱线/nm	元素	分析谱线/nm	元素	分析谱线/nm	元素	分析谱线/nm
Ag	328.068	Ni	231.604	Pt	265.945	Zn	206.2
Cu	213.597	Pd	340.458	Sn	235.485	Cd	228.802
Pb	283.306	Al	396.153	Ti	334.94	Ir	224.268
Fe	234.349	Mn	257.61	Cr	267.716	Si	251.611
Sb	206.836	Mg	285.213	Rh	343.489	As	193.696
Bi	223.061						

注：上述各元素的分析谱线针对美国 PerkinElmer 公司的 4300DV 型电感耦合等离子体原子发射光谱仪,供使用单位选择分析谱线时参考。

¹⁾ 给出这一信息是为了方便本标准的使用者,并不表示对该产品的认可。如果其他等效产品具有相同的效果,则可使用这些等效产品。



GB/T 25934.3-2010

版权专有 侵权必究

*

书号:155066·1-42520

定价: 16.00 元