

粗铅化学分析方法
原子吸收分光光度法测定金量

UDC 669.4.015.3
:543.422:546
.59
GB 5119.8—85

Methods for chemical analysis of crude lead
The atomic absorption spectrophotometric
method for the determination of gold content

本标准适用于粗铅中金量的测定。测定范围：0.50~5.00g/L。
本标准遵守GB 1467—78《冶金产品化学分析方法标准的总则及一般规定》。

1 方法提要

试样用硝酸和酒石酸溶解后，以活性炭吸附金，分离杂质。在盐酸介质中，于原子吸收分光光度计波长242.8nm处，以空气—乙炔火焰测量金的吸光度。

2 试剂

2.1 酒石酸。

2.2 活性炭（200目）。在氟化氢铵（2.9）溶液中浸泡三天，抽滤，用水洗至中性，于105℃烘干备用。

2.3 盐酸（比重1.19）。

2.4 盐酸（1+19）。

2.5 硝酸（比重1.42），优级纯。

2.6 硝酸（1+3）。

2.7 硝酸（1+19）。

2.8 王水：硝酸（比重1.42）和盐酸（比重1.19）按（1+3）混合。用时现配。

2.9 氟化氢铵（2%）。

2.10 金标准贮存溶液：称取0.1000g纯金（99.99%以上），置于100ml烧杯中，加10ml王水（2.8），于水浴上加热至溶解完全，蒸至近干。加10ml盐酸（2.3）溶解残渣，移入100ml容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液1ml含1.00mg金。

2.11 金标准溶液：移取10.00ml金标准贮存溶液（2.10），置于1000ml容量瓶中，加入10ml盐酸（2.3），以水稀释至刻度，混匀。此溶液1ml含10μg金。

3 仪器

原子吸收分光光度计，配备金空心阴极灯。所用原子吸收分光光度计应达到下列指标：

- a. 最低灵敏度：工作曲线中所用等差浓度标准溶液的最高浓度标准溶液的吸光度应不低于0.25。
- b. 工作曲线线性：等差浓度标准溶液中，最高与次高浓度标准溶液的吸光度之差，应不小于最低与零浓度标准溶液吸光度差值的0.8倍。
- c. 最低稳定性：工作曲线中所用最高浓度标准溶液与零浓度溶液多次测量所得到的吸光度，相对于最高浓度标准溶液吸光度平均值的变异系数，应分别不大于1.5%和0.5%。最低稳定性中变异系数的计算见附录A（补充件）。

GGX-1型原子吸收分光光度计的工作条件参数见附录B(参考件)。

4 分析步骤

4.1 测定数量

称取二份试样进行测定,取其平均值。

4.2 试样量

称取10.00g试样。

4.3 空白试验

随同试样做空白。

4.4 测定

4.4.1 将试样(4.2)置于400ml烧杯中。

4.4.2 加入半张滤纸、2g酒石酸(2.1)和80ml硝酸(2.6),加热溶解至清亮,取下,冷却至室温。

4.4.3 加入0.2g活性炭(2.2),搅拌3~5次,放置20min,用慢速定量滤纸过滤。

4.4.4 以温热硝酸(2.7)洗净杯壁、洗滤纸和活性炭5次。用温热水洗5次,再以2ml盐酸(2.3)分二次淋洗,用温热盐酸(2.4)洗5次,最后以水洗至中性,滤干。

4.4.5 将载金炭包好,放入预先盛有半张滤纸的30ml瓷坩埚中,置于高温炉中,稍开炉门,低温除炭,在空气流通的条件下灼烧至750~800℃,保温10min,取出,冷却。

4.4.6 加入5ml王水(2.8),加热溶解,在电热板上蒸至1~2ml,移至水浴上蒸干,加入10.00ml热盐酸(2.4),取下,冷却。

4.4.7 在原子吸收分光光度计上,于波长242.8nm处,用空气-乙炔火焰,以水调零,测量其吸光度。

4.4.8 从工作曲线上查出相应的金浓度。

4.5 工作曲线的绘制

移取0.00、1.00、2.00、3.00、4.00、5.00ml金标准溶液(2.11),分别置于一组30ml瓷坩埚中,置于水浴上蒸干,各加入10.00ml热盐酸(2.4),取下,冷却。以下按4.4.7款进行。以金浓度为横坐标,吸光度为纵坐标绘制工作曲线。

5 分析结果的计算

按下式计算金的含量

$$\text{Au (g/t)} = \frac{(C_2 - C_1) \cdot V}{m}$$

式中: C_2 ——从工作曲线上查得的试样溶液的金浓度, $\mu\text{g/ml}$;

C_1 ——从工作曲线上查得的随同试样空白溶液的金浓度, $\mu\text{g/ml}$;

V ——被测溶液的体积, ml;

m ——试样量, g。

6 允许差

实验室之间分析结果的差值应不大于下表所列允许差。

		g/t
金 量	允 许 差	
0.50~2.00	0.30	
2.00~5.00	0.60	

附录 A
最低稳定性中变异系数的计算
(补充件)

A.1 最高浓度标准溶液与零浓度溶液吸光度的变异系数计算公式如下:

$$S_c = \frac{100}{\bar{C}} \sqrt{\frac{\sum (C - \bar{C})^2}{n-1}} \dots\dots\dots (A1)$$

$$S_o = \frac{100}{\bar{O}} \sqrt{\frac{\sum (O - \bar{O})^2}{n-1}} \dots\dots\dots (A2)$$

式中: S_c ——最高浓度标准溶液吸光度的百分变异系数;
 S_o ——零浓度溶液吸光度的百分变异系数;
 \bar{C} ——最高浓度标准溶液吸光度的平均值;
 C ——最高浓度标准溶液吸光度;
 \bar{O} ——零浓度溶液吸光度的平均值;
 O ——零浓度溶液吸光度;
 n ——测量次数。

附录 B
仪器工作条件
(参考件)

B.1 GGX—1型原子吸收分光光度计的工作条件参数。

工作 条件 元素	项目 参数	光源	波长 nm	灯电流 mA	增益	空气		乙炔		火焰状态	燃烧器 高度 mm	噪声 A
						L/min	kgf/cm ²	L/min	kgf/cm ²			
金		金空心 阴极灯	242.8	2	4	8	2	1.1	0.05	贫燃焰	6	2

附加说明:

本标准由中国有色金属工业总公司提出。

本标准由湖南冶金研究所负责起草。

本标准由湖南冶金研究所起草。

本标准主要起草人杜勤文。

自本标准实施之日起,原冶金工业部部标准YB 739—70《粗铅化学分析方法》作废。