



中华人民共和国国家标准

GB/T 29509.2—2013

载金炭化学分析方法 第2部分：银量的测定 火焰原子吸收光谱法

Methods for chemical analysis of gold-loaded carbon—
Part 2: Determination of silver content—
Flame atomic absorption spectrometry

2013-05-09 发布

2014-02-01 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
载金炭化学分析方法
第 2 部分：银量的测定
火焰原子吸收光谱法
GB/T 29509.2—2013

*

中国标准出版社出版发行
北京市朝阳区和平里西街甲 2 号(100013)
北京市西城区三里河北街 16 号(100045)

网址 www.spc.net.cn

总编室:(010)64275323 发行中心:(010)51780235

读者服务部:(010)68523946

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 10 千字
2013 年 7 月第一版 2013 年 7 月第一次印刷

*

书号：155066·1-47273 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)68510107

前 言

GB/T 29509《载金炭化学分析方法》分为两个部分：

——第1部分：金量的测定；

 火试金重量法

 火焰原子吸收光谱法

——第2部分：银量的测定 火焰原子吸收光谱法。

本部分为 GB/T 29509 的第2部分。

本部分按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本部分由全国黄金标准化技术委员会(SAC/TC 379)提出并归口。

本部分起草单位：长春黄金研究院、紫金矿业集团股份有限公司、灵宝黄金股份有限公司、山东国大黄金股份有限公司、潼关中金冶炼有限责任公司、河南中原黄金冶炼厂有限责任公司。

本部分主要起草人：陈菲菲、陈永红、孟宪伟、王菊、兰美娥、刘志强、李雪花、刘鹏飞、朱延胜、孔令强、李铁栓、刘成祥。

载金炭化学分析方法

第2部分:银量的测定

火焰原子吸收光谱法

1 范围

GB/T 29509 的本部分规定了载金炭中银量的测定方法。

本部分适用于载金炭中银量的测定。测定范围:10.0 g/t~2 500.0 g/t。

2 方法提要

试样经灰化后,用盐酸、硝酸溶解,在稀盐酸介质中,使用空气-乙炔火焰,于火焰原子吸收光谱仪波长 328.1 nm 处测定银的吸光度,按标准曲线法计算载金炭中的银量。

扣除背景吸收,载金炭中共存元素不干扰测定。

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($\rho=1.19$ g/mL)。

3.2 硝酸($\rho=1.42$ g/mL)。

3.3 硝酸($\rho=1.42$ g/mL),优级纯。

3.4 盐酸(3+17)。

3.5 饱和氯化钠溶液。

3.6 银标准贮存溶液:称取 0.500 0 g 纯银(质量分数 $\geq 99.99\%$),置于 100 mL 烧杯中,加入 20 mL 硝酸(3.3),加热至完全溶解,煮沸驱除氮的氧化物,取下冷却,用不含氯离子的水移入 1 000 mL 棕色容量瓶中,加入 30 mL 硝酸(3.3),用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 0.5 mg 银。

3.7 银标准溶液:移取 50.00 mL 银标准贮存溶液(3.6)于 500 mL 棕色容量瓶中,加入 10 mL 硝酸(3.3),用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 50 μ g 银。

4 仪器

原子吸收光谱仪,附银空心阴极灯。

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:在与测量溶液基体相一致的溶液中,银的特征浓度应不大于 0.034 μ g/mL。

精密度:用高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 1.0%;用最低浓度的标准溶液(不是“零”浓度标准溶液)测量 10 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 0.8。

5 试样

- 5.1 试样粒度不大于 0.074 mm。
- 5.2 试样应在 100 °C~105 °C 烘干 1 h 后,置于干燥器中冷却至室温。

6 分析步骤

6.1 试料

按表 1 称取试样(第 5 章),精确至 0.000 1 g。

表 1 试样量及定容体积

银质量分数 g/t	试料量 g	容量瓶体积 mL
10.0~100.0	1.0	50
>100.0~500.0	0.50	100
>500.0~1 000.0	0.20	100
>1 000.0~2 500.0	0.20	200

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 30 mL 瓷坩埚中,于马弗炉中 650 °C 灰化完全,取出冷至室温,加入 3~5 滴氯化钠溶液(3.5),加入 3 mL 盐酸(3.1),水浴加热至微沸,加入 1 mL 硝酸(3.2),继续在水浴上蒸至湿盐状,取下。加入少量盐酸(3.1)和水,加热使盐类溶解,取下冷却至室温。

6.3.2 按表 1 所列用盐酸(3.4)分别定容至相应体积的容量瓶中,混匀。

6.3.3 在原子吸收光谱仪波长 328.1 nm 处,使用空气-乙炔火焰,参考附录 A 所推荐的仪器工作参数,以试剂空白调零,测量试料空白溶液和试料溶液的吸光度,扣除背景吸收,自工作曲线上查出相应的银浓度。

6.4 工作曲线的绘制

移取 0.00 mL、0.50 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL、5.00 mL、6.00 mL 银标准溶液(3.7),分别置于一组 100 mL 容量瓶中,用盐酸溶液(3.4)稀释至刻度,混匀。以试剂空白调零,测量吸光度。以银浓度为横坐标,吸光度为纵坐标,绘制工作曲线。

7 结果计算

按式(1)计算银的质量分数 ω_{Ag} ,单位为克每吨(g/t):

$$\omega_{Ag} = \frac{(\rho_1 - \rho_0) \cdot V}{m} \dots\dots\dots (1)$$

式中：

ρ_1 ——以试料溶液的吸光度自工作曲线查得的银浓度，单位为微克每毫升($\mu\text{g/mL}$)；

ρ_0 ——以试料空白溶液的吸光度自工作曲线查得的银浓度，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一位。

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)，超过重复性限(r)的情况不超过5%，重复性限(r)按表2数据采用线性内插法求得。

表2 重复性限

单位为克每吨

银的质量分数	160.7	585.7	1 178.8	2 112.0
重复性限(r)	15.0	25.0	40.0	60.0

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)，超过再现性限(R)的情况不超过5%，再现性限(R)按表3数据采用线性内插法求得。

表3 再现性限

单位为克每吨

银的质量分数	160.7	585.7	1 178.8	2 112.0
再现性限(R)	24.0	40.0	65.0	110.0

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，也可用自制的控制样品代替)，每周或两周验证一次本方法的有效性。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

使用美国热电公司生产的 ICE3300 型火焰原子吸收光谱仪¹⁾,所推荐的仪器工作参数见表 A.1。

表 A.1 仪器工作参数

波长 nm	狭缝 nm	灯电流 mA	灯电流效率	燃气、助燃气	观测高度 mm
328.1	0.5	4.0	75%	1.1 : 4.4	7

- 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 29509.2-2013

版权专有 侵权必究

*

书号:155066·1-47273

定价: 14.00 元