

# 中华人民共和国国家标准

GB/T 25934. 1-2010

# 高纯金化学分析方法 第1部分:乙酸乙酯萃取分离-ICP-AES法 测定杂质元素的含量

Methods for chemical analysis of high purity gold— Part 1:Ethyl acetate 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 发中国国家标准化管理委员会

发布

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1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。

本部分由长春黄金研究院负责起草。

本部分由长春黄金研究院、沈阳造币厂、北京有色金属研究总院、北京矿冶研究总院、长城金银精炼厂、江西铜业股份有限公司、江苏天瑞仪器股份有限责任公司起草。

本部分主要起草人:陈菲菲、黄蕊、陈永红、张雨、王德雨、龙淑杰、刘红、李爱嫦、李万春、于力、陈杰、 张波、梁亚群、郭惠、李鹤。

# 高纯金化学分析方法 第1部分:乙酸乙酯萃取分离-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杂质元素的测定方法。 本部分适用于 99.999%高纯金中杂质元素的测定,测定元素及测定的含量范围见表 1。

元素	含量范围/%	元素	含量范围/%	元素	含量范围/%	元素	含量范围/%
Ag	0.000 02~0.001 00	Al	0.000 02~0.001 00	As	0.000 02~0.000 98	Bi	0.000 02~0.001 00
Cd	0.000 02~0.001 00	Cr	0.000 02~0.000 99	Cu	0.000 02~0.001 00	Fe	0.000 10~0.001 00
Ir	0.000 02~0.001 00	Mg	0.000 10~0.001 00	Mn	0.000 02~0.001 00	Ni	0.000 02~0.000 99
Pb	0.000 02~0.001 00	Pd	0.000 02~0.001 00	Pt	0.000 02~0.000 99	Rh	0.000 02~0.001 00
Sb	0.000 02~0.001 00	Se	0.000 02~0.001 00	Te	0.000 02~0.001 00	Ti	0.000 02~0.000 99
Zn	0.000 10~0.001 00		Contraction of the		Carlon Land		1.1.1

表 1

## 2 方法原理

试料用混合酸溶解,在1 mol/L 的盐酸介质中,用乙酸乙酯萃取分离金,水相浓缩后制成一定酸度的待测试液,用电感耦合等离子体原子发射光谱仪测定各元素的谱线强度。

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 ≥18.2 MΩ/cm)的水。

- 3.1 盐酸(pl.19 g/mL), 优级纯。
- 3.2 硝酸(pl.42 g/mL), 优级纯。
- 3.3 硫酸(pl.84 g/mL), 优级纯。
- 3.4 氢氟酸(p1.15 g/mL), 优级纯。
- 3.5 盐酸(1+1)。
- 3.6 硝酸(1+1)。
- 3.7 盐酸(1+9)。
- 3.8 盐酸(1+11)。

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

3.10 乙酸乙酯:用盐酸溶液(3.8)洗涤 2~3 次后备用。

3.11 标准贮存溶液。

3.11.1 银标准贮存溶液:称取 0.100 0 g 金属银(质量分数≥99,99%)于 100 mL 烧杯中,加入 10 mL 硝酸溶液(3.6),低温加热溶解,挥发氮的氧化物,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,混勾。此溶液 1 mL 含 1 mg 银。

3.11.2 铝标准贮存溶液:称取 0.100 0 g 金属铝(质量分数≥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(3.7)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。

3.11.3 砷标准贮存溶液:称取 0.132 0 g 三氧化二砷(基准试剂,于 100 ℃~105 ℃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。

3.11.4 铋标准贮存溶液:称取 0.100 0 g 金属铋(质量分数≥99.99%)于 100 mL 烧杯中,加入 20 mL 硝酸溶液(3.6),低温加热溶解,挥发氮的氧化物,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 1mL 含 1mg 铋。

3.11.5 镉标准贮存溶液:称取 0.100 0 g 金属镉(质量分数≥99.99%)于 100 mL 烧杯中,加入 20 mL 硝酸溶液(3.6),低温加热溶解,挥发氮的氧化物,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。

3.11.6 铬标准贮存溶液:称取 0.282 9 重铬酸钾(基准试剂,于 100 ℃~105 ℃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。

3.11.7 铜标准贮存溶液:称取 0.100 0 g 金属铜(质量分数≥99.99%)于 100 mL 烧杯中)加人 20 mL 硝酸溶液(3.6),低温加热溶解,挥发氯的氧化物,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。

3.11.8 铁标准贮存溶液:称取 0.100 0g金属铁(质量分数≥99.99%)于 100 mL 烧杯中,加入 20 mL 硝酸溶液(3.6),低温加热溶解,挥发氨的氧化物,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。

3.11.9 铱标准贮存溶液;称取 0.229 4 g 氯铱酸铵(光谱纯)于 100 mL 烧杯中,加入 20 mL 盐酸溶液 (3.7),低温加热溶解,冷却至室温,移入 100 mL 容量瓶中,用盐酸溶液(3.7)稀释至刻度,混勾。此溶 液1 mL 含1 mg 铱。

3.11.10 镁标准贮存整液,称取 0.165 8 g 预先经 780 ℃ 灼烧 1 h 的氧化镁(氧化镁的质量分数 ≥99.99%),置于 100 mD 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。

3.11.11 锰标准贮存溶液:称取 0.100 0 g 金属锰(质量分数≥99.99%)于 100 mL 烧杯中,加入 20 mL 硝酸溶液(3.6),低温加热溶解,挥发氮的氧化物,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。

3.11.12 镍标准贮存溶液:称取 0.100 0 g 金属镍(质量分数≥99.99%)于 100 mL 烧杯中,加入 20 mL 硝酸溶液(3.6),低温加热溶解,挥发氮的氧化物,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。

3.11.13 铅标准贮存溶液:称取 0.100 00 g 金属铅(质量分数≥99.99%)于 100 mL 烧杯中,加入 20 mL 硝酸溶液(3.6),低温加热溶解,挥发氨的氧化物,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。

3.11.14 钯标准贮存溶液:称取 0.100 0 g金属钯(质量分数≥99.99%)于 100 mL 烧杯中,加入 20 mL 混合酸(3.9),低温加热溶解,挥发氮的氧化物,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 钯。

3.11.15 铂标准贮存溶液:称取 0.100 0 g 金属铂(质量分数≥99.99%)于 100 mL 烧杯中,加入 20 mL 混合酸(3.9),低温加热溶解,挥发氮的氧化物,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 铂。

3.11.16 铑标准贮存溶液:称取 0.359 3 g 氯铑酸铵[光谱纯,分子式:(NH<sub>4</sub>)<sub>3</sub>RhCl<sub>4</sub>],加入20 mL 盐 酸溶液(3.7),低温加热溶解,冷却至室温,移入 100 mL 容量瓶中,用盐酸溶液(3.7)稀释至刻度,混匀。 此溶液 1 mL 含 1 mg 铑。

3.11.17 锑标准贮存溶液:称取 0.100 0 g 金属锑(质量分数≥99.99%)于 100 mL 烧杯中,加入 20 mL 混合酸(3.9),低温加热溶解,挥发氮的氧化物,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 锑。

3.11.18 硒标准贮存溶液:称取 0.100 0 g金属硒(质量分数≥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,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 硒。

3.11.19 碲标准贮存溶液:称取 0.100 0 g金属碲(质量分数≥99.99%)于 100 mL 烧杯中,加入 20 mL 硝酸溶液(3.6),低温加热溶解,挥发氮的氧化物,冷却至金温,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 碲。

3.11.20 钛标准贮存溶液:称取 0.100 0 g金属钛(质量分数≥99.99%)于铂皿中,加人 1 mL 氢氟酸 (3.4)、5 mL 硫酸(3.3),加蒸溶解并蒸发至冒三氧化硫白烟使氟除尽,冷却,加入 20 mL 水和 2 mL 硫 酸(3.3),加热溶解盐类,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 钛。

3.11.21 锌标准贮存溶液,称取 0.100 0 g 金属锌(质量分数≥99,99%)于 100 mL 烧杯中,加入 20 mL 硝酸溶液(3.6),低温加热溶解,挥发氨的氧化物,冷却至室温,移人 100 mL 容量瓶中,用水稀释 至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 1 mg 锌,

3.12 混合标准溶液:分别移取1 mL标准贮存溶液(3.11,1~3,11,21)于 100 mL容量瓶中,加入 20 mL混合酸(3.9),用水稀释至刻度,混匀。此溶液1 mL含 10 μg 镜、铝、砷、铋、镉、铬、铜、铁、铱、 镁、锰、镍、铝、钯、铂、铑、锑、硒、磷、铅和锌。

4 仪器

电感耦合等离子体原子发射光谱仪。

银、铝、砷、W、镉、铬、铜、铁、铱、镁、锰、镍、铝、钯、铂、铑、锑、硒、碲、钛和锌的分析谱线参见附录 A。

#### 5 试样

将试样碾成1 mm 厚的薄片,用不锈钢剪刀剪成小碎片,放入烧杯中,加入 20 mL 乙醇溶液(1+ 1),于电热板上加热煮沸5 min 取下,粘乙醇溶液倾去,用水反复洗涤金片 3 次,继续加入 20 mL 盐酸 溶液(3.5),加热煮沸5 min,倾去盐酸溶液,用水反复洗涤金片 3 次,将金片用无尘纸包裹起来放入烘 箱在 105 ℃烘干,取出备用。

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)分别置于 250 mL 烧杯中,加入 30 mL 混合酸溶液(3.9),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,冷却至室温。

6.3.2 用盐酸溶液(3.8)洗涤表皿并将试液转移至125 mL分液漏斗中定容至40 mL, 加人25 mL乙

3

酸乙酯(3.10),振荡 20 s,静置分层。有机相放入另一分液漏斗中,加入 2 mL 盐酸溶液(3.8)轻轻振荡 数次,洗涤有机相和漏斗,静置分层,水相合并(有机相保留回收金)。

6.3.3 水相中加入 20 mL 乙酸乙酯(3.10),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 盐酸溶液(3.8)轻轻振荡数次,静置分层,水相合并(有机相保留回收金)。

6.3.4 合并后的水相按 6.3.3 重复操作一次,静置分层后水相均放入原烧杯中。

6.3.5 将试液(6.3.4)低温蒸发至2 mL~3 mL(切勿蒸干),取下冷却至室温,用盐酸溶液(3.7)按表2 转移至相应的容量瓶中,稀释至刻度,混匀。

The second s					
元素	质量分数/%	试液体积/mL			
Ag,Al,As,Bi,Cd,Cr,Cu,Ir,Mn,Ni,Pb,Pd,Pt,Rh,Sb, Se,Te,Ti	0.000 02~0.000 10	10			
Fe,Mg,Zn	0.000 10~0.000 20				
Ag,Al,As,Bi,Cd,Cr,Cu,Ir,Mn,Ni,Pb,Pd,Pt,Rh,Sb, Se,Te,Ti	>0.000 10~0.001 00	25			
Fe, Mg, Zn	>0.000 20~0.00 100				

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 查出相应被测元素的质量浓度。

6.4 工作曲线的绘制

6.4.1 分别移取 0.00 mL、1.00 mL、5.00 mL、10.00 mL 含有银、铝、砷、铋、镉、铬、铜、铁、铱、镁、锰、镍、铅、钯、铂、铑、锑、硒、碲、钛和锌的混合标准溶液(3.12),置于一组 50 mL 容量瓶中,用盐酸溶液 (3.7)定容至刻度,混匀。

6.4.2 在与试料溶液测定相同的条件下,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)计算被测杂质元素的质量分数 w(X),数值以%表示:

式中:

ρx---试料溶液中被测元素的质量浓度,单位为微克每毫升(μg/mL);

Vx---试料溶液的体积,单位为毫升(mL);

ρ--空白溶液中被测元素的质量浓度,单位为微克每毫升(μg/mL);

V。——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),超过重复性限(r)的情况不超过5%,重复性限(r)按表3数据采用线性 内插法求得。

-	=	2	
ス	ŧ	- 3	

	7天 3		
银的质量分数/%	0.000 02	0.000 10	0.001 00
r/%	0.000 01	0.000 02	0.000 15
铝的质量分数/%	0.000 02	0.000 10	0.001 05
r/%	0.000 01	0.000 02	0.000 18
砷的质量分数/%	0.000 02	0.000 10	0.000 98
r/%	0.000 01	0.000 02	0.000 15
铋的质量分数/%	0.000 02	0.000 10	0.001 00
r/%	0.000 01	0.000 02	0.000 10
镉的质量分数/%	0.000 02	0.000 10	0.001 01
r/%	0.000 01	0.000 02	0.000 10
铬的质量分数/%	0.000 02	0.000 10	0.000 99
r/%	0.000 01	0.000 02	0.000 15
铜的质量分数/%	0.000 02	0.000 10	0.001 01
r/%	0.000 01	0.000 02	0.000 10
铁的质量分数/%	0.000 10	0.000 21	0.001 01
r/%	0.000 03	0.000 05	0.000 15
铱的质量分数/%	0.000 02	0.000 10	0.001 00
r/%	0,000 01	0.000 02	0.000 15
镁的质量分数/%	0.000 10	0.000 20	0.001 01
r/%	0.000 03	0.000 05	0.000 15
锰的质量分数/%	0.000 02	0.000 10	0.001 01
r/%	0.000 01	0,000 02	0.000 10
镍的质量分数/%	0,000 02	0,000 10	0.000 99
r/%	0.000 01	0.000 02	0.000 15
铅的质量分数/%	0.000 02	0.000 10	0.001 01
r/%	0.000 01	0.000 02	0.000 15
钯的质量分数/%	0,000 02	0.000 10	0.001 00
r/%	0.000 01	0.000 02	0.000 15
铂的质量分数/%	0.000 02	0.000 10	0,000 99
r/%	0,000 01	0.000 02	0.000 10
铑的质量分数/%	0,000 02	0.000 10	0,001 00
r/%	0.000 01	0.000 02	0.000 15
锑的质量分数/%	0.000 02	0,000 10	0.001 00
r/1/2	0.000 01	0,000 02	0.000 15
硒的质量分数/%	0.000 02	0.000 10	0.001 02
r/%	0.000 01	0.000 02	0.000 15

表3(续)

碲的质量分数/%	0,000 02	0.000 10	0.001 02
r/%	0.000 01	0.000 02	0.000 10
钛的质量分数/%	0.000 02	0.000 10	0.000 99
r/%	0.000 01	0,000 03	0.000 15
锌的质量分数/%	0.000 10	0,000 20	0.001 01
r/%	0.000 04	0.000 06	0.000 18

### 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4数据采用线 性内插法求得。

表 4

银的质量分数/%	0.000 02	0.000 10	0.001 00
R/%	0.000 01	0.000 02	0.000 15
铝的质量分数/%	0.000 02	0.000 10	0.001 05
R/%	0.000 01	0,000 02	0,000 21
砷的质量分数/%	0.000 02	0,000 10	0,000 98
R/%	0.000 01	0.000 02	0.000 20
铋的质量分数/%·	0.000 02	0.000 10	0.001 00
R/%	0.000 01	0.000 02	0.000 10
镉的质量分数/%	0.000 02	0.000 10	0.001 01
R/%	0.000 01	0.000 02	0.000 10
铬的质量分数/%	0,000 02	0,000 10	0,000 99
R/%	0,000 01	0,000 02	0,000 15
铜的质量分数/%	0.000 02	0,000 10	0.001 01
R/%	0.000 01	0,000 02	0,000 15
铁的质量分数/%	0.000 10	0.000 21	0.001 01
R/1/2	0.000 06	0.000 10	0.000 20
铱的质量分数/%	0.000 02	0.000 10	0.001 00
R/%	0.000 01	0,000 02	0.000 15
镁的质量分数/%	0.000 10	0.000 20	0.001 01
R/%	0,000 05	0.000 08	0.000 15
锰的质量分数/%	0,000 02	0,000 10	0,001 01
R/%	0.000 01	0,000 02	0.000 10
镍的质量分数/%	0.000 02	0,000 10	0.000 99
R/%	0.000 01	0.000 02	0.000 15

.

铅的质量分数/%	0.000 02	0.000 10	0.001 01
R/%	0.000 01	0.000 02	0.000 18
钯的质量分数/%	0.000 02	0.000 10	0.001 00
R/%	0.000 01	0.000 02	0.000 15
铂的质量分数/%	0.000 02	0.000 10	0.000 99
R/%	0.000 01	0.000 02	0.000 15
铑的质量分数/%	0.000 02	0.000 10	0.001 00
R/%	0.000 01	0.000 02	0.000 15
锑的质量分数/%	0.000 02	0.000 10	0.001 00
R/%	0.000 01	0,000 03	0.000 15
硒的质量分数/%	0.000 02	0.000 10	0.001 02
R/%	0.000 01	0,000 02	0.000 18
碲的质量分数/%	0.000 02	0.000 10	0.001 02
R/%	0.000 01	0.000 02	0.000 15
钛质量分数/%	0.000 02	0.000 10	0.000 99
R/%	0.000 01	0.000 03	0.000 15
锌质量分数/%	0.000 10	0.000 20	0.001 01
R/%	0.000 05	0.000 08	0.000 20

表4(续)

#### 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 Themo 公司的 IRIS Intrepid II XSP 型电感耦合等离子体原子发射光谱仪<sup>1)</sup>,其测定银、 铝、砷、铋、镉、铬、铜、铁、铱、镁、锰、镍、铅、钯、铂、铑、锑、硒、碲、钛和锌的谱线如表 A.1。

表 A.1

元素	波长/nm	元素	波长/nm	元素	波长/nm	元素	波长/nm
Ag	328, 068	Al	308. 215	As	189.042	Bi	223.061
Cd	228, 802	Cr	283. 563	Cu	324.754	Fe	259.940
Ir	224, 268	Mg	279. 553	Mn	257.610	Ni	221.647
Pb	220, 353	Pd	324. 270	Pt	214. 423	Rh	343.489
Sb	206, 833	Se	196,090	Te	214. 281	Ti	334.941
Zn	213, 856						

注:上述各元素的分析谱线针对美国 Themo 公司的 IRIS Intrepid Ⅱ XSP 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。

 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。



版权专有 侵权必究

书号:155066 · 1-42518 定价: 16.00 元