

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 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

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 11066《金化学分析方法》分为 10 个部分:

- ——GB/T 11066.1 金化学分析方法 金量的测定 火试金法;
- ——GB/T 11066.2 金化学分析方法 银量的测定 火焰原子吸收光谱法;
- ——GB/T 11066.3 金化学分析方法 铁量的测定 火焰原子吸收光谱法;
- ——GB/T 11066.4 金化学分析方法 铜、铅和铋量的测定 火焰原子吸收光谱法;
- ——GB/T 11066.5 金化学分析方法 银、铜、铁、铅、锑和铋量的测定 原子发射光谱法;
- ——GB/T 11066.6 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 11066.7 金化学分析方法 银、铜、铁、铅、锑、铋、钯、镁、锡、镍、锰和铬量的测定 火 花原子发射光谱法;
- ——GB/T 11066.8 金化学分析方法 银、铜、铁、铅、锑、铋、钯、镁、镍、锰和铬量的测定 乙酸乙酯萃取-电感耦合等离子体原子发射光谱法;
- ——GB/T 11066.9 金化学分析方法 砷和锡量的测定 氢化物发生-原子荧光光谱法;
- ——GB/T 11066.10 金化学分析方法 硅量的测定 钼蓝分光光度法。

本部分为 GB/T 11066 的第 6 部分。

本部分由中国有色金属工业协会提出。

本部分由全国有色金属标准化技术委员会归口。

本部分负责起草单位:成都印钞公司和中国有色金属工业标准计量质量研究所。

本部分参加起草单位:长春黄金研究院、上海造币厂、沈阳造币厂、紫金矿业集团股份有限公司、江西铜业公司贵溪冶炼厂、大冶有色设计研究院有限公司。

本部分主要起草人:陈菲菲、黄蕊、陈永红、赵玉娥、王德雨、陈杰、朱秀芬、黄敏华、郭玉柱、蓝美秀、 兰美娥、沈广鑫、李晓瑜、刘艳。

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	0.0001~0.0200	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 $100~\mu g$ 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 1000 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. 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。