

ICS 77.040.30
H 15



中华人民共和国国家标准

GB/T 11067.6—2006
部分代替 GB/T 11067.7—1989, 部分代替 GB/T 11067.3—1989

GB/T 11067.6—2006

银化学分析方法 铁量的测定 火焰原子吸收光谱法

Methods for chemical analysis of silver
—Determination of iron contents
—Flame atomic absorption spectrometric method

中华人民共和国
国家标准
银化学分析方法 铁量的测定
火焰原子吸收光谱法
GB/T 11067.6—2006

*

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.bzcs.com

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 7 千字
2007年2月第一版 2007年2月第一次印刷

*

书号:155066·1-28828 定价 8.00 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



GB/T 11067.6—2006

2006-09-26 发布

2007-02-01 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

表 1 (续)

铁的质量分数/%	试料/g	硫酸量(3.3)/mL
>0.001 5~0.003 5	10.000	10
>0.003 5~0.008 0	4.000	5
>0.008 0~0.010	2.000	5

5.2 空白试验

随同试料做空白试验。

5.3 测定

5.3.1 将试料(5.1)置于 250 mL 烧杯中,按表 1 加入硫酸(3.3),盖上表皿,低温加热使其溶解并蒸发至约 1 mL,取下冷却。

5.3.2 洗涤表皿及杯壁,调整试液体积约 50 mL,缓慢地加入氨水(3.1)中和至白色沉淀恰好溶解,再过量 5 mL,加入 5 mL 硝酸镧溶液(3.6),混匀。静置 5 min。

5.3.3 用 $\phi 9$ cm 的中速定量滤纸过滤,用氨水(3.2)将沉淀移入漏斗中,并分别洗涤烧杯及滤纸各三次。

5.3.4 用 5 mL 热硝酸(3.5),将沉淀溶解于原烧杯中,用热水洗涤 3 次~4 次。将试液移入 25 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。

5.3.5 使用空气-乙炔火焰,于原子吸收光谱仪波长 271.9 nm 处,以水调零,与系列标准溶液平行,测量铁的吸光度,减去随同试料空白溶液的吸光度。从工作曲线上查出相应的铁浓度。

5.4 工作曲线的绘制

5.4.1 移取 0 mL,1.00 mL,2.00 mL,3.00 mL,4.00 mL,5.00 mL 铁标准溶液(3.7),分别置于 100 mL 容量瓶中,各加 8 mL 硝酸(3.4),以水稀释至刻度,摇匀。

5.4.2 在与测量试液(5.3.5)相同条件下,以水调零,测量系列标准溶液的吸光度,减去系列标准溶液中“零”浓度溶液的吸光度,以铁浓度为横坐标,吸光度为纵坐标,绘制工作曲线。

6 分析结果的计算

按下式计算铁的质量分数 $w(\text{Fe})$:

$$w(\text{Fe})(\%) = \frac{c \cdot V \times 10^{-6}}{m} \times 100$$

式中:

c ——自工作曲线上查得铁的浓度,单位为微克每毫升($\mu\text{g}/\text{mL}$);

V ——试液总体积,单位为毫升(mL);

m ——试料的质量,单位为克(g)。

7 精密度

7.1 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

铁量/(%)	0.000 93	0.002 8	0.010 9
r /(%)	0.000 16	0.000 3	0.001 1

前 言

GB/T 11067《银化学分析方法》分为如下几个部分:

GB/T 11067.1 银化学分析方法 银量的测定 氯化银沉淀-火焰原子吸收光谱法

GB/T 11067.2 银化学分析方法 铜量的测定 火焰原子吸收光谱法

GB/T 11067.3 银化学分析方法 硒和碲量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法

GB/T 11067.4 银化学分析方法 铈量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法

GB/T 11067.5 银化学分析方法 铅和铋量的测定 火焰原子吸收光谱法

GB/T 11067.6 银化学分析方法 铁量的测定 火焰原子吸收光谱法

本标准代替 GB/T 11067.1~11067.7—1989《银化学分析方法》。

本部分为第 6 部分。

本部分代替 GB/T 11067.3—1989《银化学分析方法 火焰原子吸收光谱法测定铁、铅和铋量》和 GB/T 11067.7—1989《银化学分析方法 发射光谱法测定铜、铋、铁、铅、金和铈量》中铁量的测定。

与 GB/T 11067.3—1989 和 GB/T 11067.7—1989 中铁量的测定相比,本部分主要有如下变动:

——取消了采用发射光谱法测定铁量;

——对 GB/T 11067.3—1989 中铁量的测定方法进行修改,补充了质量保证和控制条款;

——增加了重复性条款。

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。

本部分由大冶有色金属公司负责起草。

本部分由江西铜业公司贵溪冶炼厂、内蒙古乾坤金银精炼股份有限公司、株洲冶炼集团有限责任公司参加起草。

本部分主要起草人:胡军凯、刘振东、潘晓玲、李玉琴、何梅。

本部分主要验证人:杨楨、夏珍珠、马蓉、吕涛、刘传仕。

本部分由全国有色金属标准化技术委员会负责解释。

本部分所替代标准的历次发布情况为:

——GB/T 11067.3—1989;

——GB/T 11067.7—1989。