

表 3 再现性限

%

钙	质量分数	0.056	0.18	0.53	1.05
	再现性限(R)	0.015	0.04	0.06	0.10
镁	质量分数	0.054	0.20	0.58	
	再现性限(R)	0.015	0.04	0.06	

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。

YS

中华人民共和国黄金行业标准

YS/T 3015.3—2013

YS/T 3015.3—2013

载金炭化学分析方法 第 3 部分:钙和镁量的测定 火焰原子吸收光谱法

Methods for chemical analysis of gold-loaded carbon—
Part 3: Determination of calcium and magnesium contents—
Flame atomic absorption spectrometry



YS/T 3015.3-2013

版权专有 侵权必究

*

书号:155066·2-25579

定价: 14.00 元

2013-04-25 发布

2013-09-01 实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布

6.4.4 分别于原子吸收光谱仪波长 422.7 nm 和 285.2 nm 处,使用空气-乙炔火焰,以“零”浓度溶液调零,测量试液及随同试料空白的吸光度,从工作曲线上查出相应的钙或镁的浓度。

6.5 工作曲线绘制

分别移取 0.00 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL、5.00 mL 钙、镁混合标准溶液(3.9)于一组 100 mL 容量瓶中,加入 2.0 mL 氯化锶溶液(3.5)、4.0 mL 氯化镧溶液(3.6)和 10.0 mL 盐酸(3.3),用水稀释至刻度,混匀,贮存于塑料瓶中。在与试料溶液相同测定条件下,以“零”浓度溶液调零,测量系列标准溶液的吸光度。以钙或镁的浓度为横坐标,吸光度为纵坐标绘制工作曲线。

7 结果计算

按式(1)计算钙或镁的质量分数 $w(\text{Ca/Mg})$,数值以%表示:

$$w(\text{Ca/Mg}) = \frac{(\rho_1 - \rho_0) \cdot V_0 \cdot V_2 \times 10^{-6}}{m \cdot V_1} \times 100 \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中:

- ρ_1 ——自工作曲线上查得试液中钙或镁的浓度,单位为微克每毫升($\mu\text{g/mL}$);
- ρ_0 ——自工作曲线上查得空白试液中钙或镁的浓度,单位为微克每毫升($\mu\text{g/mL}$);
- V_0 ——试液的体积,单位为毫升(mL);
- V_1 ——分取试液的体积,单位为毫升(mL);
- V_2 ——分取试液稀释后的体积,单位为毫升(mL);
- m ——试料的质量,单位为克(g)。

计算结果表示至小数点后第二位,钙或镁的质量分数小于 0.10%时,表示至小数点后第三位。

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 %

钙	质量分数	0.056	0.18	0.53	1.05
	重复性限(r)	0.010	0.02	0.03	0.05
镁	质量分数	0.054	0.20	0.58	
	重复性限(r)	0.010	0.02	0.03	

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(R)的情况不超过 5%,再现性(R)按表 3 数据采用线性内插法求得。

中华人民共和国黄金
行业标准
载金炭化学分析方法
第 3 部分:钙和镁量的测定
火焰原子吸收光谱法
YS/T 3015.3—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 6 月第一版 2013 年 6 月第一次印刷
*
书号:155066·2-25579 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

在仪器最佳工作条件下,凡能达到下列指标者均可使用:

- 特征浓度:在与测量溶液的基体相一致的溶液中,钙的特征浓度应不大于 0.085 $\mu\text{g}/\text{mL}$; 镁的特征浓度应不大于 0.010 $\mu\text{g}/\text{mL}$;
- 精密度:用最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 5 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 样品粒度不大于 0.074 mm。
- 5.2 样品应在 100 $^{\circ}\text{C}$ ~105 $^{\circ}\text{C}$ 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 试料量及分取体积

钙或镁的质量分数/ %	试料量/ g	试液分取 体积/mL	稀释体积 mL	氯化锶(3.5) 加入量/mL	氯化钡(3.6)加 入量/mL	盐酸(3.3)补 加量/mL
0.01~0.05	1.0	25.00	50	1.0	2.0	2.5
>0.05~0.2	1.0	25.00	100	2.0	4.0	7.5
>0.2~1.0	0.5	10.00	100	2.0	4.0	9.0
>1.0~2.0	0.2	10.00	100	2.0	4.0	9.0

6.2 测定次数

独立地进行两次测定,取其平均值。

6.3 空白试验

随同试料做空白试验。

6.4 测定

6.4.1 将试料(6.1)置于干燥的 30 mL 石英坩埚中,移入马弗炉中。低温缓慢升温至 550 $^{\circ}\text{C}$,稍开炉门,在有氧条件下于 550 $^{\circ}\text{C}$ 灼烧 1 h~2 h,直至试料(6.1)灰化完全,取出坩埚冷却至室温。

6.4.2 用少量水润湿坩埚中残渣,加入 10 mL 盐酸(3.2),于水浴中加热 5 min,取下稍冷。加入 5 mL 硝酸(3.4),继续蒸至近干,取下稍冷。加入 10 mL 盐酸(3.3),加热使盐类溶解,取下冷却至室温。将溶液移入 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。

6.4.3 按表 1 分取试液于相应的容量瓶中,加入氯化锶溶液(3.5)、氯化钡溶液(3.6)和盐酸(3.3),用水稀释至刻度,混匀。

前 言

YS/T 3015《载金炭化学分析方法》分为 4 个部分:

- 第 1 部分:水分含量的测定 干燥重量法;
- 第 2 部分:铜和铁量的测定 火焰原子吸收光谱法;
- 第 3 部分:钙和镁量的测定 火焰原子吸收光谱法;
- 第 4 部分:铜、铁、钙和镁量的测定 电感耦合等离子体发射光谱法。

本部分为 YS/T 3015 的第 3 部分。

本部分按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本部分由中国黄金协会提出。

本部分由全国黄金标准化技术委员会(SAC/TC 379)归口。

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

本部分主要起草人:夏珍珠、吴银来、蓝美秀、嵇河龙、刘鹏飞、胡赞峰、朱延胜、王菊、刘成祥、孔令强。