



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

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

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

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。

银化学分析方法 铁量的测定 火焰原子吸收光谱法

1 范围

本部分规定了银中铁含量的测定方法。

本部分适用于银中铁含量的测定。测定范围:0.000 5%~0.010%。

2 方法原理

试样用硫酸溶解,在氨性溶液中,以氢氧化镧富集铁的氢氧化物与银分离。在硝酸介质中,使用空气-乙炔火焰,于原子吸收光谱仪波长 271.9 nm 处,测量铁的吸光度。

3 试剂

3.1 氨水(ρ 0.90 g/mL)。

3.2 氨水(2+98)。

3.3 硫酸(ρ 1.84 g/mL)。

3.4 硝酸(1+1)。

3.5 硝酸(1+4)。

3.6 硝酸镧溶液(25 g/L)。

3.7 铁标准溶液:称取 0.150 0 g 金属铁(\geq 99.99%),置于 250 mL 烧杯中,加入 20 mL 硝酸(3.4),盖上表皿,加热溶解后取下,冷后移入 500 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 300 μ g 铁。

4 仪器

原子吸收光谱仪,附铁空心阴极灯。

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:在与测量溶液基体相一致的溶液中,铁的特征浓度不大于 0.165 μ g/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 分析步骤

5.1 试料

按表 1 称取试样,精确到 0.001 g。

表 1

铁的质量分数/%	试料/g	硫酸量(3.3)/mL
0.000 5~0.001 5	20.000	20