

中华人民共和国地质矿产行业标准

DZ/T 0279.35—202X

区域地球化学样品分析方法  
第 35 部分：金量测定  
泡沫塑料富集-火焰原子荧光光谱法

Analytic methods for regional geochemical samples —Part 35:Determination of gold content by foamed plastic enrichment—flame atomic fluorescent spectrometry

(点击此处添加与国际标准一致性程度的标识)

(报批稿)

在提交反馈意见时，请将您知道的相关专利连同支持性文件一并附上。

XXXX - XX - XX 发布

XXXX - XX - XX 实施

中华人民共和国自然资源部 发布

## 目 次

前 言 .....	II
1 范围 .....	1
2 规范性引用文件 .....	1
3 术语和定义 .....	1
4 原理 .....	1
5 试验条件 .....	1
6 试剂或材料 .....	2
7 仪器设备 .....	2
8 样品 .....	2
9 试验步骤 .....	2
9.1 空白试验 .....	3
9.2 验证试验 .....	3
9.3 样品分解 .....	3
9.4 泡沫塑料富集与解脱 .....	3
9.5 测定 .....	3
10 试验数据处理 .....	3
11 精密度 .....	4
12 正确度 .....	4
13 质量保证和质量控制 .....	5
附 录 A （资料性） 仪器参考工作条件 .....	6
附 录 B （资料性） 泡沫塑料吸附率实验 .....	7
参 考 文 献 .....	8

## 前 言

本文件按照GB/T 1.1—2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》和GB/T 20001.4—2015《标准编写规则 第4部分 试验方法标准》的规定起草。

本文件是DZ/T 0279 的第35部分。DZ/T 0279已经发布了以下部分：

- 第1部分：三氧化二铝等24个分量测定 粉末压片—X射线荧光光谱法；
- 第2部分：氧化钙等27个分量测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法；
- 第3部分：钡、铍、铋等15个元素量测定 电感耦合等离子体质谱法；
- 第4部分：金量测定 泡沫塑料富集—电感耦合等离子体质谱法；
- 第5部分：镉量测定 电感耦合等离子体质谱法；
- 第6部分：铀量测定 电感耦合等离子体质谱法；
- 第7部分：钨量测定 电感耦合等离子体质谱法；
- 第8部分：铊量测定 电感耦合等离子体质谱法；
- 第9部分：铊量测定 泡沫塑料富集—电感耦合等离子体原子发射光谱法；
- 第10部分：氯和溴量测定 粉末压片—X射线荧光光谱法；
- 第11部分：银、硼和锡量测定 交流电弧—发射光谱法；
- 第12部分：铂、钯和金量测定 火试金富集—发射光谱法；
- 第13部分：砷、锑和铋量测定 氢化物发生—原子荧光光谱法；
- 第14部分：硒量测定 氢化物发生—原子荧光光谱法；
- 第15部分：锗量测定 氢化物发生—原子荧光光谱法；
- 第16部分：锗量测定 电感耦合等离子体质谱法；
- 第17部分：汞量测定 蒸气发生—冷原子荧光光谱法；
- 第18部分：镉量测定 石墨炉原子吸收光谱法；
- 第19部分：金量测定 泡沫塑料富集—石墨炉原子吸收光谱法；
- 第20部分：钨和钼量测定 碱熔—催化波极谱法；
- 第21部分：氟量测定 离子选择电极法；
- 第22部分：氯和溴量测定 离子色谱法；
- 第23部分：碘量测定 离子色谱法；
- 第24部分：碘量测定 电感耦合等离子体质谱法；
- 第25部分：碳量测定 燃烧—红外吸收光谱法；
- 第26部分：碳量测定 燃烧—非水滴定法；
- 第27部分：有机碳量测定 重铬酸钾容量法；
- 第28部分：硫量测定 燃烧—碘量法；
- 第29部分：氮量测定 凯氏蒸馏—容量法；
- 第30部分：钨量测定 碱熔—电感耦合等离子体质谱法；
- 第31部分：铂和钯量测定 火试金富集—电感耦合等离子体质谱法；
- 第32部分：镧、铈等15个稀土元素量测定 封闭酸溶—电感耦合等离子体质谱法；
- 第33部分：镧、铈等15个稀土元素量测定 碱熔—离子交换—电感耦合等离子体原子发射光谱法；
- 第34部分：pH值的测定 离子选择电极法；
- 第35部分：金量测定 泡沫塑料富集-火焰原子荧光光谱法。

本文件由中华人民共和国自然资源部提出。

本文件由全国自然资源与国土空间规划标准化技术委员会（SAC/TC93）归口。

本文件起草单位：国家地质实验测试中心、河北省地质实验测试中心、北京金索坤技术开发有限公司、河南省岩石矿物测试中心，国土资源部南昌矿产资源监督检测中心，吉林省有色金属地质勘查局研究所，核工业二三〇研究所，中国冶金地质总局山东局（测试中心），华北有色地质勘查局燕郊中心实验室，华北地质勘查局承德514地质大队（承德华勘五一四地矿测试研究有限公司）。

本文件主要起草人：安子怡、肖凡、高树林、许春雪、罗志定、李志华、王苏明、申玉民、马静、王亚平、王焜、王学田、刘向东、岳启建、张玉强、于阗、姚福存。

## 引 言

区域地球化学调查评价样品分析,伴随着调查工作的深入及分析技术和仪器设备的快速发展,已形成76种元素分析方法及配套方案。我国独具特色的原子荧光光谱法极大提高了某些元素分析的灵敏度,其优越性比其他分析方法无可比拟的。

火焰原子荧光光谱仪拥有我国自主知识产权,具有测试速度快、灵敏度高、线性范围宽、谱线干扰少和成本低廉的特点,在区域地球化学调查评价样品中金量测试得到了广泛的应用。为满足实验室需求特制定本泡沫塑料富集-火焰原子荧光光谱法测试金量标准方法。

DZ/T 0279拟由35个部分构成。

- 第1部分:三氧化二铝等24个分量测定 粉末压片—X射线荧光光谱法。目的在于确立粉末压片—X射线荧光光谱法测定区域地球化学样品中三氧化二铝等24个分量的分析方法。
- 第2部分:氧化钙等27个分量测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法。目的在于确立四酸分解、电感耦合等离子体原子发射光谱法测定区域地球化学样品中氧化钙等27个分量的分析方法。
- 第3部分:钡、铍、铋等15个元素量测定 电感耦合等离子体质谱法。目的在于确立硝酸、氢氟酸和高氯酸分解,电感耦合等离子体质谱法测定区域地球化学样品中钡、铍、铋等15个元素量的分析方法。
- 第4部分:金量测定 泡沫塑料富集—电感耦合等离子体质谱法。目的在于确立王水分解,泡沫塑料富集,电感耦合等离子体质谱法测定区域地球化学样品中金量的分析方法。
- 第5部分:镉量测定 电感耦合等离子体质谱法。目的在于确立硝酸、氢氟酸和高氯酸分解,电感耦合等离子体质谱法测定区域地球化学样品中镉量的分析方法。
- 第6部分:铀量测定 电感耦合等离子体质谱法。目的在于确立硝酸、氢氟酸和高氯酸分解,电感耦合等离子体质谱法测定区域地球化学样品中铀量的分析方法。
- 第7部分:钼量测定 电感耦合等离子体质谱法。目的在于确立硝酸、氢氟酸和高氯酸分解,电感耦合等离子体质谱法测定区域地球化学样品中钼量的分析方法。
- 第8部分:铊量测定 电感耦合等离子体质谱法。目的在于确立硝酸、氢氟酸和高氯酸分解,电感耦合等离子体质谱法测定区域地球化学样品中铊量的分析方法。
- 第9部分:铊量测定 泡沫塑料富集—电感耦合等离子体原子发射光谱法。目的在于确立硝酸、硫酸和氢氟酸分解,泡沫塑料富集电感耦合等离子体原子发射光谱法测定区域地球化学样品中铊量的分析方法。
- 第10部分:氯和溴量测定 粉末压片—X射线荧光光谱法。目的在于确立粉末压片—X射线荧光光谱法测定区域地球化学样品中氯和溴量的分析方法。
- 第11部分:银、硼和锡量测定 交流电弧—发射光谱法。目的在于确立交流电弧—发射光谱法测定区域地球化学样品中银、硼和锡量的分析方法。
- 第12部分:铂、钯和金量测定 火试金富集—发射光谱法。目的在于确立火试金富集—发射光谱法测定区域地球化学样品中铂、钯和金量的分析方法。
- 第13部分:砷、锑和铋量测定 氢化物发生—原子荧光光谱法。目的在于确立王水分解,氢化物发生—原子荧光光谱法测定区域地球化学样品中砷、锑和铋量 的分析方法。
- 第14部分:硒量测定 氢化物发生—原子荧光光谱法。目的在于确立混合酸分解,氢化物发生—原子荧光光谱法测定区域地球化学样品中硒量的分析方法。
- 第15部分:锗量测定 氢化物发生—原子荧光光谱法。目的在于确立混合酸分解,氢化物发生—原子荧光光谱法测定区域地球化学样品中锗量的分析方法。

- 第 16 部分：锆量测定 电感耦合等离子体质谱法。目的在于确立电感耦合等离子体质谱法测定区域地球化学样品中锆量的分析方法。
- 第 17 部分：汞量测定 蒸气发生—冷原子荧光光谱法。目的在于确立王水分解，蒸气发生—冷原子荧光光谱法测定区域地球化学样品中汞量 的分析方法。
- 第 18 部分：镉量测定 石墨炉原子吸收光谱法。目的在于确立混合酸分解，石墨炉原子吸收光谱法测定区域地球化学样品中镉量 的分析方法。
- 第 19 部分：金量测定 泡沫塑料富集—石墨炉原子吸收光谱法。目的在于确立王水分解，泡沫塑料富集、石墨炉原子吸收光谱法测定区域地球化学样品中金量的分析方法。
- 第 20 部分：钨和钼量测定 碱熔—催化波极谱法。目的在于确立碱熔分解、催化波极谱法测定区域地球化学样品中钨和钼量的分析方法。
- 第 21 部分：氟量测定 离子选择电极法。目的在于确立离子选择电极法测定区域地球化学样品中氟量的分析方法。
- 第 22 部分：氯和溴量测定 离子色谱法。目的在于确立离子色谱法测定区域地球化学样品中氯和溴量的分析方法。
- 第 23 部分：碘量测定 离子色谱法。目的在于确立离子色谱法测定区域地球化学样品中碘量的分析方法。
- 第 24 部分：碘量测定 电感耦合等离子体质谱法。目的在于确立电感耦合等离子体质谱法测定区域地球化学样品中碘量的分析方法。
- 第 25 部分：碳量测定 燃烧—红外吸收光谱法。目的在于确立燃烧—红外吸收光谱法测定区域地球化学样品中碳量的分析方法。
- 第 26 部分：碳量测定 燃烧—非水滴定法。目的在于确立燃烧—非水滴定法测定区域地球化学样品中碳量 的分析方法。
- 第 27 部分：有机碳量测定 重铬酸钾容量法。目的在于确立重铬酸钾容量法测定区域地球化学样品中有机碳量的分析方法。
- 第 28 部分：硫量测定 燃烧—碘量法。目的在于确立燃烧—碘量法测定区域地球化学样品中硫量的分析方法。
- 第 29 部分：氮量测定 凯氏蒸馏—容量法。目的在于确立凯氏蒸馏—容量法测定区域地球化学样品中氮量 的分析方法。
- 第 30 部分：钨量测定 碱熔—电感耦合等离子体质谱法。目的在于确立碱熔—电感耦合等离子体质谱法测定区域地球化学样品中钨量的分析方法。
- 第 31 部分：铂和钯量测定 火试金富集—电感耦合等离子体质谱法。目的在于确立火试金富集—电感耦合等离子体质谱法测定区域地球化学样品中铂和钯量的分析方法。
- 第 32 部分：镧、铈等 15 个稀土元素量测定 封闭酸溶—电感耦合等离子体质谱法。目的在于确立封闭酸溶，电感耦合等离子体质谱法测定区域地球化学样品中镧、铈等 15 个稀土元素量的分析方法。
- 第 33 部分：镧、铈等 15 个稀土元素量测定 碱熔—离子交换—电感耦合等离子体原子发射光谱法。目的在于确立碱熔—离子交换—电感耦合等离子体原子发射光谱法测定区域地球化学样品中镧、铈等 15 个稀土元素量的分析方法。
- 第 34 部分：pH 值的测定 离子选择电极法。目的在于确立离子选择电极法测定区域地球化学样品中 pH 值的分析方法。
- 第 35 部分：金量测定 泡沫塑料富集-火焰原子荧光光谱法。目的在于确立王水分解，泡沫塑料富集-火焰原子荧光光谱法测定区域地球化学样品中金量的分析方法。

DZ/T 0279.1~DZ/T 0279.34 已于 2016 年发布实施,本次发布的 DZ/T 0279.35 确定了包括王水分解, 泡沫塑料富集火焰原子荧光光谱法测定区域地球化学样品中的金量的方法检出限、测定范围、精密度、正确度等技术指标和检验参数, 旨在进一步完善《区域地球化学样品分析方法》体系, 为区域地球化学样品分析提供技术依据。

# 区域地球化学样品分析方法

## 第 35 部分：金量测定

### 泡沫塑料富集-火焰原子荧光光谱法

警示——使用本文件的人员应有正规实验室工作的实践经验。本文件并未指出所有可能的安全问题。使用者有责任采取适当的安全和健康措施，并保证符合国家有关法规规定的条件。

#### 1 范围

本文件规定了泡沫塑料富集火焰原子荧光光谱法测定区域地球化学样品中的金量。  
本文件适用于火焰原子荧光光谱法测定-岩石、水系沉积物和土壤-中的金量。  
方法检出限：0.08 ng/g。

#### 2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本文件。

GB/T 6379.2 测量方法与结果的准确度（正确度与精密度）第2部分：确定标准测量方法重复性与再现性的基本方法。

GB/T 6379.4 测量方法与结果的准确度（正确度与精密度）第4部分：确定标准测量方法正确度的基本方法。

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法。

GB/T 14505 岩石和矿石化学分析方法 总则及一般规定。

#### 3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

#### 4 原理

将样品焙烧、王水溶液水浴溶解后，经泡沫塑料吸附富集，用硫脲溶液解脱吸附（以下简称“解脱”）制备成样品溶液。样品溶液以气动雾化方式直接引入传输室，经阵列火焰汇聚式原子化器原子化后，在金高强度特征锐线光源激发下，使金原子实现能级跃迁，在返回基态的过程中释放原子荧光，金原子荧光信号强度与其浓度成正比。通过测量荧光信号强度计算样品溶液中金元素浓度。

#### 5 试验条件

5.1 环境温度：15℃～30℃。

5.2 相对湿度：≤80%。

5.3 电源：电压 220 V±22 V，频率 50 Hz±0.5 Hz，并具有良好的接地。



- 5.4 仪器工作环境应明亮、整洁、无尘、无腐蚀性气体、通风良好。
- 5.5 仪器应安放在平稳无振动的工作台上，仪器上方应有排风系统，附近应无强电磁场干扰。

## 6 试剂或材料

**警示——丙烷属于易燃性气体，需远离火源。**

除非另有说明，在分析中仅使用确认为分析纯的试剂。

- 6.1 水，GB/T 6682，三级。
- 6.2 盐酸 ( $\rho=1.19\text{ g/mL}$ )。
- 6.3 硝酸 ( $\rho=1.42\text{ g/mL}$ )。
- 6.4 三氯化铁溶液 [ $\rho(\text{Fe})=1.00\text{ mg/mL}$ ]：称取 4.85 g 六水合三氯化铁 ( $\text{FeCl}_3\cdot 6\text{H}_2\text{O}$ ) 于 400 mL 烧杯中，加入 200 mL 水，加热溶解后，用水稀释至 1000 mL。
- 6.5 王水：用 3 份盐酸 (6.2) 和 1 份硝酸 (6.3) 混合，现用现配。
- 6.6 王水溶液 (1+1)。
- 6.7 硫脲解脱液 [ $\rho(\text{H}_2\text{NCSNH}_2)=1.0\text{ g/L}$ ]：称取 1.0 g 硫脲，加入 10 mL 盐酸 (6.2)，用水稀释至 1000 mL，混匀。
- 6.8 金标准溶液配制：
- 6.8.1 金标准储备液 [ $\rho(\text{Au})=1.000\text{ mg/mL}$ ]：准确称取 1.000 0 g 高纯金丝 (纯度为 99.99%) 置于 200 mL 烧杯中，加入 20 mL 王水溶液 (6.6)，在热水浴加热溶解后，移到 1000 mL 容量瓶中，用水稀释到刻度，摇匀。也可使用市售有证金标准溶液。
- 6.8.2 金标准工作溶液 [ $\rho(\text{Au})=10.0\text{ }\mu\text{g/mL}$ ]：移取 1.00 mL 金标准储备液 (6.8.1) 于 100 mL 容量瓶中，加入 10 mL 王水溶液 (6.6)，用水稀释至刻度，摇匀。
- 6.8.3 金标准工作溶液： [ $\rho(\text{Au})=1.00\text{ }\mu\text{g/mL}$ ]。移取 10.0 mL 金标准工作溶液 (6.8.2) 于 100 mL 容量瓶中，加入 10 mL 王水溶液 (6.6)，用水稀释至刻度，摇匀。
- 6.9 泡沫塑料：将市售聚氨酯型泡沫塑料剪成长方体，体积分别为 40 mm×10 mm×10 mm 和 40 mm×20 mm×20 mm 两种规格。样品含量小于 50 ng/g 时，泡沫尺寸不小于 40 mm×10 mm×10 mm；样品含量大于 50 ng/g 时，泡沫尺寸不小于 40 mm×20 mm×20 mm。
- 6.10 丙烷气体： $\varphi(\text{C}_3\text{H}_8)\geq 99\%$ 。

## 7 仪器设备

- 7.1 火焰原子荧光光谱仪，仪器测量重复性 $<1.0\%$ ，附金双阴极空心阴极灯。
- 7.2 分析天平：感量 0.1 mg 和 10 mg。
- 7.3 马弗炉：最高温度不低于 700 ℃，控温精度 $\pm 10\text{ }\square$ 。
- 7.4 往复式振荡器：频率为 180 次/分~240 次/分，幅度为 20 mm~30 mm。

## 8 样品

- 8.1 按照 GB/T 14505 的相关规定，样品粒径应小于 0.074 mm。
- 8.2 称取 10.0 g 样品，精确至 0.1 g，此为试验用样品。

## 9 试验步骤

### 9.1 空白试验

随同样品进行双份空白试验，所用试剂应取自同一试剂瓶，加入同等的量。

### 9.2 验证试验

随同样品分析同类型、含量相近的标准物质。

### 9.3 样品分解

将样品（8.2）置于30 mL~50 mL的瓷坩埚中，送入马弗炉（7.3）中，升温至650℃~700℃后，保温1 h。取出，放置至室温，将焙烧后的样品移至250 mL溶样瓶中，加入王水溶液（6.6）20 mL摇匀，在沸水浴上溶解1 h。

### 9.4 泡沫塑料富集与解脱

待瓶中溶液冷却至室温后，再加入80 mL水，加入1块泡沫塑料（6.9），在振荡器（7.4）上振荡40 min。取出泡沫塑料用自来水洗净泡沫上的泥渣，然后再用去离子水冲洗两次挤干，放入预先移入10.0 mL硫脲解脱液（6.7）的比色管中，在大于90℃的近沸腾的水浴中解脱20 min，趁热取出泡沫塑料，解脱溶液冷却、静置、澄清后为样品测定溶液。泡沫塑料在溶样瓶中振荡时，注意选择振荡器频率及振幅，使其达到翻滚效果。

### 9.5 测定

#### 9.5.1 设置工作条件

按仪器操作说明书规定条件启动仪器并调节各项参数至最佳工作状态。火焰原子荧光光谱仪工作条件参见附录A。

#### 9.5.2 校准曲线1的绘制（适合金含量小于50 ng/g的样品）

吸取金标准工作溶液（6.8.3）0 mL、0.10 mL、0.50 mL、1.00 mL、2.00 mL、5.00 mL于100 mL容量瓶中，加入0.5 mL三氯化铁溶液（6.4），用硫脲解脱液（6.7）稀释到刻度，摇匀。此系列金质量浓度分别为0.00 ng/mL，1.00 ng/mL，5.00 ng/mL，10.0 ng/mL，20.0 ng/mL，50.0 ng/mL。以金的浓度为横坐标，荧光强度为纵坐标，绘制校准曲线。

#### 9.5.3 校准曲线2的绘制（适合金含量大于50 ng/g的样品）

吸取金标准工作溶液（6.8.2）0 mL、0.50 mL、1.00 mL、3.00 mL、5.00 mL、10.0 mL于100 mL容量瓶中，同9.5.2配制金校准溶液。此系列金质量浓度分别为0 ng/mL，50.0 ng/mL，100.0 ng/mL，300.0 ng/mL，500.0 ng/mL，1000.0 ng/mL。同9.5.2绘制校准曲线。

#### 9.5.4 样品测定

按工作条件测定空白试验溶液（9.1）、验证试验溶液（9.2）样品测定溶液（9.4）的荧光强度，从校准曲线上查得样品测定溶液金的质量浓度。

## 10 试验数据处理

样品中金含量以质量分数 $w(\text{Au})$ 计，数值以纳克每克（ng/g）表示，按式（1）计算

$$w(\text{Au}) = \frac{(\rho - \rho_0) V}{m} \dots\dots\dots (1)$$

样品中金含量以质量分数  $w(\text{Au})$  计，数值以微克每克 ( $\mu\text{g/g}$ ) 表示，按式 (2) 计算

$$w(\text{Au}) = \frac{(\rho - \rho_0) V}{m} \times 10^{-3} \dots\dots\dots (2)$$

式中：

$\rho$ ——由校准曲线查得样品测定溶液 (9.4) 金质量浓度的数值，单位为纳克每毫升 ( $\text{ng/mL}$ )；

$\rho_0$ ——空白试验溶液 (9.1) 中金质量浓度的数值，单位为纳克每毫升 ( $\text{ng/mL}$ )；

$V$ ——样品测定溶液体积 (9.4) 的数值，单位为毫升 ( $\text{mL}$ )；

$m$ ——试验用样品 (8.2) 质量的数值，单位为克 ( $\text{g}$ )；

计算结果按GB/T 14505表示为：0.XXX ng/g、X.XX ng/g、XX.X ng/g、XXX ng/g、X.XX  $\mu\text{g/g}$ 、0.XXX  $\mu\text{g/g}$ 。

## 11 精密度

11.1 按 GB/T 6379.2 规定的方法，得到泡沫塑料富集-火焰原子荧光光谱测定金量的重复性和再现性即方法精密度数据统计结果见表 1 和表 2 相关部分。

11.2 在重复性条件下获得的两次独立测试结果，在表 1 给出的水平范围内，其绝对差值超过重复性限 ( $r$ ) 的情况不超过 5%，重复性限 ( $r$ ) 按表 1 所列方程式计算。

11.3 在再现性条件下获得的两次独立测试结果，在表 1 给出的水平范围内，其绝对差值超过再现性限 ( $R$ ) 的情况不超过 5%，再现性限 ( $R$ ) 按表 1 所列方程式计算。

表1 方法精密度

单位为纳克每克

元素	水平范围 $m$	重复性限 $r$	再现性限 $R$
金	0.87~2500	$r = 0.24 + 0.147 m$	$R = 0.23 + 0.183 m$
注：精密度数据是依据GB/T 6379.2，由10家实验室对7个含量水平样品，分别在重复性条件下测定5次，对数据统计剔除离群值后计算得到。			

## 12 正确度

按GB/T 6379.2和GB/T 6379.4规定的方法，泡沫塑料富集-火焰原子荧光光谱测定金量的方法重复性限与再现性限以及分析方法的偏倚，统计结果见表2。

表2 方法正确度

单位为纳克每克

统计参数	水平						
	GBW07805b	G Au-9b	GBW07245	GBW07247	GBW07248	GBW(E) 070067 <sup>b</sup>	GBW07804 <sup>b</sup>
参加实验室数 ( $P$ )	9	10	10	10	10	10	10
可接受结果的实验室数 ( $p$ )	9	10	10	10	10	10	10
总平均值 ( $\bar{y}$ ) / ( $\text{ng/g}$ )	0.890	1.522	10.837	49.846	99.434	0.639	2.447

表 2 (续)

统计参数	水平						
	GBW07805b	G Au-9b	GBW07245	GBW07247	GBW07248	GBW(E) 070067 <sup>b</sup>	GBW07804 <sup>b</sup>
标准值 ( $\mu$ ) / (ng/g)	0.87	1.5	11.4	50	100	0.64	2.5
重复性标准差 ( $Sr$ ) / (ng/g)	0.127	0.153	1.028	1.543	4.312	0.039	0.125
重复性变异系数/%	14.6	10.2	9.0	3.1	4.3	6.1	5.0
重复性限 ( $r$ ) / (ng/g)	0.359	0.433	2.907	4.363	12.196	0.111	0.353
再现性标准差 ( $S_R$ ) / (ng/g)	0.150	0.154	1.074	2.034	6.457	0.047	0.162
再现性变异系数/%	17.2	10.3	9.4	4.1	6.5	7.3	6.5
再现性限 ( $R$ ) / (ng/g)	0.424	0.436	3.037	5.752	18.262	0.133	0.458
测量方法偏倚 ( $\delta$ ) / (ng/g)	0.020	0.022	-0.563	-0.154	-0.566	-0.001	-0.053
$\delta - AS_R^a$ / (ng/g)	-0.076	-0.078	-1.258	-1.451	-4.656	-0.032	-0.156
$\delta + AS_R^a$ / (ng/g)	0.116	0.123	0.132	1.142	3.524	0.029	0.051
相对误差 (RE) /%	2.30	1.47	-4.94	-0.31	-0.57	-0.16	-2.12
<sup>a</sup> $AS_R$ 为测量方法偏倚的 95% 置信区间。 <sup>b</sup> 该样品相关量的质量分数的单位为 $\mu\text{g/g}$ 。							

### 13 质量保证和质量控制

13.1 每批泡沫塑料 (6.9) 使用前应进行金的空白检查和吸附回收率 (以下简称“吸附率”) 试验, 吸附率试验步骤可参考附录 B。

13.2 空白试验 (9.1) 结果应小于  $0.1 \text{ ng/g}$ , 否则应查找器皿或环境污染等原因, 如是干扰离子引起的偏高, 宜选择仪器扣背景方式测试。

13.3 如金含量较高, 可适当增加泡沫塑料数量。金的吸附率应大于 95%; 一次吸附率低于 95% 时, 建议采用二次吸附。

13.4 泡沫塑料吸附前, 需洗净并用去离子水润湿。

13.5 校准工作曲线的相关系数  $r \geq 0.999$ 。

附 录 A  
(资料性)  
仪器参考工作条件

以某火焰原子荧光为例，仪器参考工作条件见表A.1。

表A.1 火焰原子荧光参考工作条件

仪器参数	设定值	仪器参数	设定值
丙烷气流量/ (mL/min)	180~200	负高压/V	-300~-420
空气1流量/ (mL/min)	5900~6100	采样延时/s	2~5
空气2流量/ (mL/min)	1100~1300	积分时间/s	2~5
原子化器高度/mm	10~12	测量方式	单道增强
灯电流/mA	40~80	工作方式	浓度直读

## 附录 B

(资料性)

## 泡沫塑料吸附回收率实验

B.1 根据样品测定溶液金的浓度吸取 1.00 mg/L 金标准工作溶液 (6.8.3) (也可选取标准曲线 9.5.2 或 9.5.3 中其他浓度校准溶液) 1 mL 至溶样瓶中, 加入 20 mL 王水溶液 (6.6), 加热至 90℃ 以上, 溶解 20 min, 冷却后加入 80 mL 水, 加入与测试样品时所用体积大小相同的泡沫塑料 (6.9) 按照试验步骤 9.4 富集解脱后待测。

B.2 金的吸附率 (%) = 解脱液 (B.1) 测定结果换算成金总量 / 吸取的标准溶液金的总量 × 100。

### 参 考 文 献

- [1] 岩石矿物分析编委会. 岩石矿物分析[M].第三分册, 第四版.北京:地质出版社, 2011.2。
  - [2] DZ/T 0130.3—2006 地质矿产实验室测试质量管理规范 第3部分: 岩石矿物样品化学成分分析。
-