



中华人民共和国国家标准

GB/T 11066.4—2008
代替 GB/T 11066.4—1989

金化学分析方法 铜、铅和铋量的测定 火焰原子吸收光谱法

Methods for chemical analysis of gold—
Determination of copper, lead and bismuth contents—
Flame atomic absorption spectrometry

2008-06-09 发布

2008-12-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局 发布
中国国家标准化管理委员会

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
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 11066.4—2008

*

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 10 千字
2008年8月第一版 2008年8月第一次印刷

*

书号: 155066·1-32551 定价 10.00 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

前 言

GB/T 11066《金化学分析方法》共分为以下 10 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、铋和铊量的测定 原子发射光谱法；
- GB/T 11066.6 金化学分析方法 铁、镍、锰和钨量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- GB/T 11066.7 金化学分析方法 银、铜、铁、铅、铋、钨、钼、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、铋、钨、钼、镁、镍、锰和铬量的测定 乙酸乙酯萃取-ICP-AES 法；
- GB/T 11066.9 金化学分析方法 砷和锡量的测定 氢化物-原子荧光光谱法；
- GB/T 11066.10 金化学分析方法 硅量的测定 硅钼蓝分光光度法。

本部分为第 4 部分。

本部分代替 GB/T 11066.4—1989《金化学分析方法 火焰原子吸收光谱法测定铜、铅、铋和铊量》。与 GB/T 11066.4—1989 相比，本部分主要有如下变动：

- 删除了铊量测定的有关内容；
- 对仪器的要求，将灵敏度改为特征浓度；
- 将允许差条款改为精密度(重复性和再现性)；
- 增加了质量保证和控制条款。

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。

本部分负责起草单位：成都印钞公司。

本部分起草单位：北京矿冶研究总院、成都印钞公司。

本部分参加起草单位：成都印钞公司、上海造币厂、沈阳造币技术研究所、江西铜业公司、紫金铜业集团、湖北大冶有色金属集团、国家金银及制品质量监督检验中心。

本部分主要起草人：符斌、于力、李华昌、陈杰、王自森、刘烽、邢桂珍、马玉勤。

本部分主要验证人：邓海虹、刘春峰。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

- GB/T 11066.4—1989。

金化学分析方法

铜、铅和铋量的测定

火焰原子吸收光谱法

1 范围

本部分规定了金中铜、铅和铋含量的测定方法。

本部分适用于金中铜、铅和铋含量的同时测定,也适用于其中一个元素的独立测定。测定范围见表1。

表 1

元素	Cu	Pb	Bi
质量分数/%	0.000 5~0.025 0	0.000 5~0.006 0	0.000 5~0.003 0

2 方法提要

试样用王水分解,在 2 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(1+9)待测试液,使用空气-乙炔火焰,于原子吸收光谱仪按表 2 所列波长处,测量各元素的吸光度。

表 2

元素	Cu	Pb	Bi
波长/nm	324.7	217.0	223.1

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(ρ 约 1.19 g/mL),优级纯。
- 3.2 盐酸(1+1)。
- 3.3 盐酸(1+9)。
- 3.4 盐酸($c(\text{HCl})=2$ mol/L)。
- 3.5 硝酸(ρ 约 1.42 g/mL),优级纯。
- 3.6 硝酸(1+1)。
- 3.7 稀王水:以 1 份硝酸与 3 份盐酸和 3 份水混匀。
- 3.8 酒石酸溶液,500 g/L,优级纯。
- 3.9 洗涤液,移取 9 mL 酒石酸溶液(3.8)于 300 mL 盐酸(3.4)中,混匀。
- 3.10 乙酸乙酯。
- 3.11 铜标准贮存溶液:称取 0.500 0 g 金属铜(Cu 质量分数 $\geq 99.95\%$),低温加热溶于 20 mL 硝酸(3.6)中,加入 20 mL 水,煮沸驱除氮的氧化物,冷却至室温,用水移入 1 000 mL 容量瓶中并稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 500 μg 铜。
- 3.12 铅标准贮存溶液:称取 1.000 0 g 金属铅(Pb 质量分数 $\geq 99.95\%$),低温加热溶于 20 mL 硝酸(3.6)中,煮沸驱除氮的氧化物,冷却至室温,用水移入 1 000 mL 容量瓶中并稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 1 mg 铅。
- 3.13 铋标准贮存溶液:称取 1.000 0 g 金属铋(Bi 质量分数 $\geq 99.95\%$),低温加热溶于 100 mL 硝酸

(3.6)中,煮沸驱除氮的氧化物,冷却至室温,用水移入1 000 mL容量瓶中并稀释至刻度,混匀。此溶液1 mL含1 mg 铋。

3.14 铜、铅和铋混合标准溶液:分别移取25.00 mL铜和铅标准贮存溶液(3.11,3.12)及50.00 mL铋标准贮存溶液(3.13)于1 000 mL容量瓶中,用盐酸(3.3)稀释至刻度,混匀。此溶液1 mL分别含12.5 μg铜、25.0 μg铅、50.0 μg铋。

4 仪器

原子吸收光谱仪,附铜、铅和铋空心阴极灯。

在仪器最佳工作条件下,凡能达到下列指标者均可使用。

- 特征质量浓度:在与测量试液的基体相一致的溶液中,铜、铅和铋的特征质量浓度应分别不大于0.048 μg/mL,0.158 μg/mL和0.246 μg/mL。
- 工作曲线线性:将工作曲线按质量浓度等分成五段,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0.85。
- 精密度:用最高质量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%;用最低质量浓度的标准溶液(不是“零”标准溶液)测量10次吸光度,其标准偏差应不超过最高质量浓度标准溶液平均吸光度的0.5%。
- 推荐仪器工作条件:使用P-E1100型原子吸收光谱仪测定铜、铅和铋的参考工作条件如表3。

表 3

元素	波长/ nm	灯电流/ mA	单色器通带/ nm	观测高度/ mm	乙炔流量/ (L/min)	空气流量/ (L/min)
Cu	324.7	4	0.7	8.0	0.9	5.0
Pb	217.0	4	0.7	8.0	0.9	5.0
Bi	223.1	5	0.2	8.0	0.9	5.5

5 分析步骤

5.1 试料

按表4称取试料,精确到0.001 g。

表 4

被测元素的质量分数/ %	试料量/ g	烧杯体积/ mL	稀王水量		萃取水相 体积/ mL	乙酸乙酯量		试液总体积/mL				
			加入 次数	mL		加入 次数	mL	Cu	Pb	Bi		
$w(\text{Cu})$ 、 $w(\text{Pb})$ 、 $w(\text{Bi})$ 各 ≤ 0.0025	10	250	1	35	40	1	25	100	50	25		
			2	20		2	20					
			3	10		3	20					
$w(\text{Cu}) > 0.0025 \sim 0.0100$; $w(\text{Pb}) > 0.0025 \sim 0.0060$; $w(\text{Bi}) > 0.0025 \sim 0.0030$	2.0	100	1	12	30	1	20	100	25	25		
						2	20				2	20
						3	20				3	20
$w(\text{Cu}) > 0.0100 \sim 0.0250$	2.0	100	1	12	30	1	20	200	—	—		
						2	20				2	20
						3	20				3	20

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)按表4置于烧杯中,按表4加入稀王水(3.7),盖上表皿,低温加热使试料完全分解,在水浴上加热蒸发至试液颜色呈棕褐色,取下,打开表皿挥发氮的氧化物,冷却至室温。

5.3.2 边摇动边加入10 mL水,0.9 mL酒石酸溶液(3.8),加热至微沸,取下冷却。

5.3.3 用盐酸(3.4)洗涤表皿并将试液移入125 mL分液漏斗中,按表4稀释体积,加入乙酸乙酯(3.10),振荡20 s,静置分层(保存有机相以回收金)。

注:金量大于2 g有机相在下层。

5.3.4 水相中再按表4加入乙酸乙酯(3.10),振荡20 s,静置分层,水相放入另一分液漏斗中。有机相加入2 mL洗涤液(3.9)轻轻振荡3次~5次,静置分层,水相合并(保存有机相以回收金)。

5.3.5 合并后的水相,按5.3.4重复操作一次,静置分层后的水相均放入原烧杯中。

5.3.6 低温将试液蒸发至约3 mL,冷却至室温,用盐酸(3.3)按表4移入容量瓶中并稀释至刻度,混匀。

5.3.7 使用空气-乙炔火焰,在原子吸收光谱仪按表2所列波长处,以水调零,与系列标准溶液平行测量试液的吸光度,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被测元素质量浓度。

5.4 工作曲线的绘制

5.4.1 移取0 mL,2.00 mL,4.00 mL,6.00 mL,8.00 mL,10.00 mL铜、铅和铋混合标准溶液(3.14),分别置于一组50 mL容量瓶中,用盐酸(3.3)稀释至刻度,混匀。

5.4.2 在与试料测定相同条件下,以水调零,测量系列标准溶液的吸光度,减去“零”质量浓度溶液的吸光度。以被测元素质量浓度为横坐标,吸光度为纵坐标绘制工作曲线。

6 分析结果的计算

按式(1)计算铜、铅、铋的质量分数 $w(X)$,数值以%表示:

$$w(X) = \frac{\rho \cdot V \times 10^{-6}}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中:

X——被测元素(Cu、Pb、Bi);

ρ ——自工作曲线上查得的被测元素质量浓度,单位为微克每毫升($\mu\text{g}/\text{mL}$);

V——试液的总体积,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大于重复性限(r),以大于重复性限(r)的情况不超过5%为前提,重复性限(r)按表5数据采用线性内插法求得。

表5

元素	质量分数/%	r /%
Cu	0.000 5	0.000 1
	0.007 0	0.000 9
	0.021 1	0.001 8

表 5 (续)

元素	质量分数/%	r /%
Pb	0.000 6	0.000 1
	0.002 2	0.000 2
	0.004 3	0.000 4
Bi	0.000 9	0.000 1
	0.002 2	0.000 2
	0.003 0	0.000 3

注：重复性限(r)为 $2.8S_r$, S_r 为重复性标准差。

7.2 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大于再现性限(R),以大于再现性限(R)的情况不超过 5%为前提,再现性限(R)按表 6 数据采用线性内插法求得。

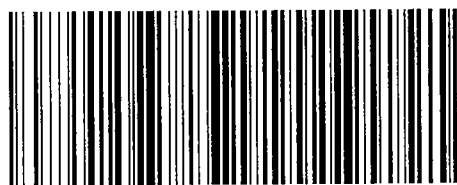
表 6

元素	质量分数/%	R /%
Cu	0.000 5	0.000 2
	0.007 0	0.001 2
	0.021 1	0.003 0
Pb	0.000 6	0.000 3
	0.002 2	0.000 5
	0.004 3	0.000 8
Bi	0.000 9	0.000 2
	0.002 2	0.000 4
	0.003 0	0.000 6

注：再现性限(R)为 $2.8S_R$, S_R 为再现性标准差。

8 质量保证和控制

应用国家级标准样品或行业级标准样品(当两者没有时,也可用控制样替代),每周或每两周验证一次本分析方法标准的有效性。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。



GB/T 11066.4-2008

版权专有 侵权必究

*

书号:155066·1-32551

定价: 10.00 元