



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 11066.5—2008  
代替 GB/T 11066.5—1989

## 金化学分析方法 银、铜、铁、铅、锑和铋量的测定 原子发射光谱法

Methods for chemical analysis of gold—  
Determination of silver, copper, iron, lead, antimony and bismuth contents—  
Atomic emission 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  
中国国家标准化管理委员会 发布

## 前 言

GB/T 11066《金化学分析方法》分为如下 10 个部分：

- 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 镁、镍、锰和钡量的测定 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、钼、钨、钽、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、铈、钨、钽、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 钼蓝分光光度法。

本部分为第 5 部分。

本部分代替 GB/T 11066.5—1989《金化学分析方法 发射光谱法测定银、铜、铁、铅、铋和铊量》。

本部分与 GB/T 11066.5—1989 相比，主要有如下的变动：

- 删除了引用标准，并对方法提要内容进行了修改；
- 将以“lgR-IgC”绘制工作曲线修改为以“lgR-Igw”绘制工作曲线；
- 删除了分析结果中“金含量的确定”；
- 用精密度代替允许差。

本部分中：银质量分数范围 0.000 5%~0.020 0%时仲裁测量推荐采用第 2 部分；铜质量分数范围 0.000 5%~0.020 0%时仲裁测量推荐采用第 4 部分；铅质量分数范围 0.000 5%~0.006 0%时仲裁测量推荐采用第 4 部分；铋质量分数范围 0.000 5%~0.003 0%时仲裁测量推荐采用第 4 部分；铁质量分数范围 0.001 0%~0.008 0%时仲裁测量推荐采用第 3 部分。

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。

本部分由成都印钞公司负责起草。

本部分由成都印钞公司、沈阳造币厂、北京矿冶研究总院起草。

本部分由上海造币厂、国家金银及制品质量监督检验中心(长春)参加起草。

本部分主要起草人：王自森、陈杰、赖茂明、王德雨、张勃、黄蕊、陈菲菲、李华昌、符斌、于力、杨晓东、马玉芹、牟华、张波、常启金、李鸿珍、王俊山。

本部分主要验证人：陈丽、朱秀芬、黄敏华。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

- GB/T 11066.5—1989。

# 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

#### 1 范围

本部分规定了金中银、铜、铁、铅、铋和铊的测定方法。

本部分适用于纯金(质量分数为 99.95%~99.99%)中银、铜、铁、铅、铋和铊的同时测定。测定范围见表 1。

表 1

元素	测定范围/%	元素	测定范围/%
Ag	0.000 5~0.020 0	Pb	0.000 5~0.010 0
Cu	0.000 5~0.020 0	Sb	0.001 0~0.010 0
Fe	0.001 0~0.010 0	Bi	0.000 5~0.010 0

#### 2 方法提要

采用工作曲线法,使用纯金棒状电极,交流电弧激发,对金中的银、铜、铁、铅、铋和铊元素进行光谱测定。

#### 3 试剂和材料

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 无水乙醇。

3.2 显影液 A:2 g 对氨基酚硫酸盐(米吐尔),52 g 无水亚硫酸钠,10 g 对苯二酚,依次溶于 700 mL 水(35℃~45℃)中,冷却后稀释至 1 000 mL 并混匀。

3.3 显影液 B:40 g 无水碳酸钠,12 g 溴化钾,依次溶于 700 mL 水(35℃~45℃)中,冷却后稀释至 1 000 mL 并混匀。

3.4 定影液:240 g 硫代硫酸钠,15 g 无水亚硫酸钠,15 mL 冰乙酸(98%),7.5 g 硼酸,15 g 明矾,依次溶于 700 mL 水(35℃~45℃)中,冷却后稀释至 1 000 mL 并混匀。

##### 3.5 脱脂棉。

##### 3.6 感光板:紫外 II 型。

3.7 标样:有证光谱标准样品,其杂质元素含量范围须涵盖本方法测定范围。

#### 4 仪器和设备

4.1 摄谱仪:中型光栅(或棱镜)摄谱仪。线色散倒数不小于 0.8 nm/mm。

4.2 光源:交流电弧发生器。

4.3 测微光度计。

4.4 电极加工车床。

4.5 锉刀:镀铬平面细纹锉。

GB/T 11066.5—2008

## 5 分析步骤

### 5.1 试样

5.1.1 将试样浇铸成  $\phi 6$  mm,长约 50 mm~60 mm 的金属棒,并将试样铸棒截成与标样(3.7)同等长度。用脱脂棉和酒精将试样擦洗两遍。

5.1.2 在车床上用锉刀(4.5)将试样及标样两端加工成半球形的放电面,放电面不应有肉眼可见的裂缝或气孔。

### 5.2 测定条件

5.2.1 激发条件:交流电弧激发,电流 3 A,电极距离 2.5 mm。

5.2.2 曝光条件:光谱级次为 I 级,中心波长 300.00 nm,中间光栏 5 mm,狭缝宽度 10  $\mu$ m,预燃时间 30 s,曝光时间 40 s,滤光器透射率为 4.5%和 100% 两阶。

注:如果无法使用 4.5%和 100% 两阶滤光器,可采用分段曝光方式,预燃 20 s,曝光 10 s,测定银、铜,板移一次继续曝光 40 s,测定铁、铅、镉、铋。

### 5.3 暗室处理

5.3.1 显影:显影液 A(3.2)和显影液 B(3.3)按相同体积混和配制,显影液温度为 20 $^{\circ}$ C,显影 4 min。

5.3.2 定影:将显影后的感光板立即水洗后放入定影液(3.4)中定影至通透,流水冲洗 10 min。用蒸馏水冲洗,干燥。

### 5.4 测量

在测微光度计(4.3)上,用 S 标尺按表 2 所列分析线对黑度进行测定。

表 2

分析元素	分析线/nm	内标元素	内标线/nm
Ag	328.068	Au	330.831
Cu	324.754	Au	330.831
Fe	259.940	Au	269.437
Pb	368.347	Au	330.831
Bi	306.771	Au	330.831
Sb	259.806	Au	269.437

### 5.5 工作曲线的绘制

根据标样的黑度测量数据,分别以  $\lg R$ - $\lg w$  绘制工作曲线。

## 6 分析结果的计算

根据试样的黑度测量数据,分别在工作曲线上求出各元素的质量分数,数值以%表示。

## 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 3 数据采用线性内插法求得。

表 3

银的质量分数/(%)	0.003 5	0.013 3	0.020 0
$r$ /(%)	0.000 5	0.003 1	0.004 6

表 3 (续)

铜的质量分数/(%)	0.001 7	0.004 9	0.018 5
$r$ /(%)	0.000 2	0.000 7	0.003 1
铁的质量分数/(%)	0.001 4	0.002 6	0.005 6
$r$ /(%)	0.000 3	0.000 4	0.001 3
铅的质量分数/(%)	0.000 75	0.002 7	0.006 4
$r$ /(%)	0.000 23	0.000 8	0.002 5
镉的质量分数/(%)	0.001 0	0.003 0	0.006 9
$r$ /(%)	0.000 3	0.000 6	0.001 5
铋的质量分数/(%)	0.000 65	0.002 6	0.006 5
$r$ /(%)	0.000 14	0.000 5	0.001 6
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 4 数据采用线性内插法求得。

表 4

银的质量分数/(%)	0.003 5	0.013 3	0.020 0
$R$ /(%)	0.000 7	0.003 3	0.005 0
铜的质量分数/(%)	0.001 7	0.004 9	0.018 5
$R$ /(%)	0.000 4	0.001 0	0.004 0
铁的质量分数/(%)	0.001 4	0.002 6	0.005 6
$R$ /(%)	0.000 4	0.000 7	0.001 5
铅的质量分数/(%)	0.000 75	0.002 7	0.006 4
$R$ /(%)	0.000 28	0.000 9	0.002 5
镉的质量分数/(%)	0.001 0	0.003 0	0.006 9
$R$ /(%)	0.000 3	0.000 8	0.002 0
铋的质量分数/(%)	0.000 65	0.002 6	0.006 5
$R$ /(%)	0.000 22	0.000 7	0.001 9
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标准样品(当前两者没有时,也可用控制标样替代),每周或两周校核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。