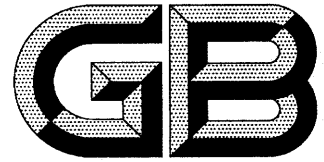


ICS 77.040.30  
H 15



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 11066.7—2009

## 金化学分析方法 银、铜、铁、铅、锑、铋、钯、镁、锡、 镍、锰和铬量的测定 火花原子发射光谱法

Methods for chemical analysis of gold—  
Determination of silver, copper, iron, lead, antimony, bismuth, palladium,  
magnesium, tin, nickel, manganese and chromium contents—  
Spark atomic emission spectrometry

2009-04-15 发布

2010-02-01 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 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、铈和铋量的测定 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、铈、钡、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、铈、钡、镁、镍、锰和铬量的测定 乙酸乙酯萃取-电感耦合等离子体原子发射光谱法；
- GB/T 11066.9 金化学分析方法 砷和锡量的测定 氢化物发生-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 GB/T 11066 的第 7 部分。

本部分的附录 A 为资料性附录。

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、中国有色金属工业标准计量质量研究所。

本部分参加起草单位：沈阳造币厂、紫金矿业集团股份有限公司、上海造币厂、大冶有色设计研究院有限公司、江西铜业股份有限公司贵溪冶炼厂。

本部分主要起草人：陈杰、王自森、王德雨、赖茂明、张勃、常启金、牟华、张波、夏珍珠、蓝美娥、陈丽、胡向阳、刘振东、李晓瑜、梁亚群、朱秀芬、黄敏华。

# 金化学分析方法

## 银、铜、铁、铅、铋、铍、钡、镁、锡、 镍、锰和铬量的测定

### 火花原子发射光谱法

#### 1 范围

GB/T 11066 的本部分规定了金中银、铜、铁、铅、铋、铍、钡、镁、锡、镍、锰和铬含量的测定方法。

本部分适用于金(99.95%~99.99%)中银、铜、铁、铅、铋、铍、钡、镁、锡、镍、锰和铬含量的同时测定。测定范围见表1。

表 1

元素	测定范围/%	元素	测定范围/%
Ag	0.000 3~0.041 0	Pd	0.000 4~0.021 0
Cu	0.000 2~0.040 0	Mg	0.000 3~0.012 0
Fe	0.000 4~0.015 0	Sn	0.000 2~0.010 0
Pb	0.000 4~0.035 0	Ni	0.000 2~0.010 0
Sb	0.000 2~0.015 0	Mn	0.000 2~0.010 0
Bi	0.000 3~0.017 0	Cr	0.000 2~0.010 0

#### 2 方法提要

将试样加工压制成片状,用火花原子发射光谱仪直接测定金中杂质元素的分析线与背景线的强度比,根据绘制的工作曲线计算金中银、铜、铁、铅、铋、铍、钡、镁、锡、镍、锰和铬等12种杂质元素含量。

#### 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 脱脂棉。
- 3.3 标准样品:有证纯金光谱标准样品,其杂质元素含量范围须涵盖或部分涵盖本方法测定范围。
- 3.4 高纯氩气:质量分数不小于99.995%。

#### 4 仪器和辅助设备

- 4.1 火花原子发射光谱仪。
- 4.2 油压机:安全压力 $\geq 50$  t。

#### 5 分析步骤

##### 5.1 试样和样品处理

试样和标准样品(3.3)表面经无水乙醇(3.1)清洗后,用油压机(4.2)压制成片状(压力:50 t;施压时间:8 s)。压制成型后样品的光洁面直径应大于20 mm,最小厚度应大于0.2 mm。

## GB/T 11066.7—2009

## 5.2 分析线对

各测定元素分析线对采用仪器厂商推荐的波长,可参见附录 A。

## 5.3 工作曲线的绘制

在仪器状态和激发气氛稳定时使用标准样品(3.3)在火花原子发射光谱仪上连续激发,测定标样中各杂质元素的谱线强度比,以元素质量分数为横坐标,谱线强度比为纵坐标绘制杂质元素工作曲线。

注:可使用仪器内部固化的工作曲线。

## 5.4 仪器标准化

由于受外界环境条件等因素的影响,仪器在使用中会产生不同程度的漂移。在每次测定样品前须使用低含量和高含量标准样品对光谱仪进行标准化。

## 5.5 标准化确认

测定低含量、高含量标准样品或控制样品,如果所得测试结果与目标值的绝对差值超出 7.2 中所列的再现性限( $R$ ),重复仪器标准化过程。

## 5.6 测定

将试样光洁面置于仪器激发台上进行测定。每个样品应变换不同位置进行多点激发(三个点以上),取其平均值。

## 6 分析结果的计算

根据测得的试样中杂质元素谱线强度比,分别于工作曲线上求出各元素的质量分数。

所得结果表示至小数点后第 4 位。

## 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 2 数据采用线性内插法求得。

表 2

银量/%	0.001 5	0.007 6	0.040 4
$r$ /%	0.000 3	0.000 4	0.001 8
铜量/%	0.001 2	0.006 7	0.039 3
$r$ /%	0.000 2	0.000 2	0.001 9
铁量/%	0.001 1	0.003 6	0.014 3
$r$ /%	0.000 4	0.000 4	0.000 7
铅量/%	0.001 4	0.008 2	0.034 4
$r$ /%	0.000 3	0.000 6	0.002 6
铈量/%	0.000 7	0.003 4	0.014 7
$r$ /%	0.000 1	0.000 2	0.001 4
铋量/%	0.001 0	0.004 3	0.016 6
$r$ /%	0.000 3	0.000 3	0.001 1

表 2 (续)

钨量/%	0.001 1	0.005 1	0.020 1
r/%	0.000 2	0.000 6	0.001 4
镍量/%	0.000 3	0.001 2	0.004 7
r/%	0.000 1	0.000 1	0.000 2
铬量/%	0.000 3	0.000 9	0.004 0
r/%	0.000 1	0.000 1	0.000 3
锰量/%	0.000 3	0.000 9	0.003 9
r/%	0.000 1	0.000 2	0.000 2
镁量/%	0.000 7	0.002 4	0.009 0
r/%	0.000 1	0.000 2	0.000 6
锡量/%	0.000 6	0.002 0	0.008 6
r/%	0.000 2	0.000 2	0.000 9

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 3 数据采用线性内插法求得。

表 3

银量/%	0.001 5	0.007 6	0.040 4
R/%	0.000 3	0.001 0	0.004 5
铜量/%	0.001 2	0.006 7	0.039 3
R/%	0.000 2	0.000 9	0.005 0
铁量/%	0.001 1	0.003 6	0.014 3
R/%	0.000 4	0.000 6	0.001 4
铅量/%	0.001 4	0.008 2	0.034 4
R/%	0.000 5	0.001 5	0.005 9
铋量/%	0.000 7	0.003 4	0.014 7
R/%	0.000 2	0.000 5	0.002 5
铊量/%	0.001 0	0.004 3	0.016 6
R/%	0.000 3	0.000 6	0.003 1
钼量/%	0.001 1	0.005 1	0.020 1
R/%	0.000 3	0.001 0	0.003 0
镍量/%	0.000 3	0.001 2	0.004 7
R/%	0.000 1	0.000 3	0.000 6
铬量/%	0.000 3	0.000 9	0.004 0
R/%	0.000 1	0.000 3	0.000 8

表 3 (续)

锰量/%	0.000 3	0.000 9	0.003 9
R/%	0.000 1	0.000 3	0.000 6
镁量/%	0.000 7	0.002 4	0.009 0
R/%	0.000 2	0.000 7	0.001 1
锡量/%	0.000 6	0.002 0	0.008 6
R/%	0.000 2	0.000 5	0.001 7

## 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。

附 录 A  
(资料性附录)  
分析线对

使用 SPECTROLAB S 型火花原子发射光谱仪<sup>1)</sup>测定金中银、铜、铁、铅、铋、铍、钡、镁、锡、镍、锰和铬含量时选取的分析线对见表 A.1。

表 A.1

元素	分析线/nm	背景线/nm
Ag	338.289	310.500
Cu	324.754	310.500
Fe	371.994	310.500
Pb	405.782	310.500
Bi	306.772	310.500
Sb	206.838	200.860
Pd	340.458	310.500
Mg	285.213	310.500
Sn	317.502	310.500
Cr	425.435	310.500
Ni	361.939	310.500
Mn	403.449	310.500

- 1) 给出这一信息是为了方便本标准的使用者,并不表示对该产品的认可。如果其他等效产品具有相同的效果,则可使用这些等效产品。

中 华 人 民 共 和 国  
国 家 标 准  
金化学分析方法  
银、铜、铁、铅、铋、铊、钨、镁、锡、  
镍、锰和铬量的测定  
火花原子发射光谱法  
GB/T 11066.7—2009

\*

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](http://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 0.75 字数 11 千字

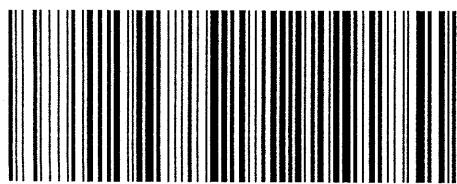
2009年7月第一版 2009年7月第一次印刷

\*

书号: 155066·1-37610 定价 16.00 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



GB/T 11066.7—2009

打印日期: 2009年10月14日