



中华人民共和国国家标准

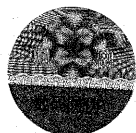
GB/T 11066.8—2009

金化学分析方法 银、铜、铁、铅、锑、铋、 钯、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

Method for chemical analysis of gold—
Determination of silver, copper, iron, lead, antimony, bismuth,
palladium, magnesium, nickel, manganese and chromium content—
Ethyl acetate extration-inductively coupled plasma-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、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、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、铋、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 8 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、成都印钞公司、长春黄金研究院、北京矿冶研究总院、上海造币厂、铜陵有色金属集团控股有限公司。

本部分主要起草人：王德雨、赖茂明、陈杰、王自森、龙淑杰、周阔久、黄蕊、陈菲菲、于力、李琴美、陈慧汶、朱秀芬、黄敏华、朱慕平。

金化学分析方法

银、铜、铁、铅、铋、锑、钼、钯、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

1 范围

GB/T 11066 的本部分规定了金中银、铜、铁、铅、铋、锑、钼、钯、镁、镍、锰和铬量的测定方法。

本部分适用于金(99.95%~99.99%)中银、铜、铁、铅、铋、锑、钼、钯、镁、镍、锰和铬量的测定。测定范围见表 1。

表 1

元 素	质量分数/%	元 素	质量分数/%
Ag	0.000 3~0.050 0	Pd	0.000 5~0.020 0
Cu	0.000 2~0.040 0	Mg	0.000 3~0.010 0
Fe	0.000 5~0.010 0	Ni	0.000 1~0.005 0
Pb	0.000 4~0.030 0	Cr	0.000 1~0.005 0
Bi	0.000 3~0.010 0	Mn	0.000 1~0.005 0
Sb	0.000 2~0.010 0		

2 方法提要

试料用混合酸分解,在 3 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介质待测溶液,使用电感耦合等离子体原子发射光谱仪测定金中的银、铜、铁、铅、铋、锑、钼、钯、镁、镍、锰和铬的量。

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 1.19 g/mL),优级纯。

3.2 硝酸(ρ 1.42 g/mL),优级纯。

3.3 硝酸(1+1)。

3.4 盐酸(1+1)。

3.5 盐酸(1+3)。

3.6 盐酸(1+9)。

3.7 混合酸:以 1 体积硝酸(3.2)、3 体积盐酸(3.1)和 3 体积水混合均匀。

3.8 乙酸乙酯。

3.9 酒石酸溶液(500 g/L)(预先净化):称取 100 g 酒石酸于 500 mL 烧杯中,以适量的水溶解完全,移入 500 mL 分液漏斗中,加入 5 mL 盐酸(3.5)、20 mL 乙酸乙酯(3.8),轻轻振荡 20 s,静置分层。弃去有机相,将水相放入原烧杯中,以水稀释至 200 mL。

GB/T 11066.8—2009

- 3.10 银标准贮存溶液:称取 0.100 0 g 银(质量分数不小于 99.95%)于 100 mL 烧杯中,加 5 mL 硝酸(3.3),加热溶解,移入 100 mL 容量瓶中,加入 60 mL 盐酸(3.1),以水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 1 mg 银。
- 3.11 铈标准贮存溶液:称取 0.100 0 g 金属铈(质量分数不小于 99.95%)于 100 mL 烧杯中,加 20 mL 混合酸(3.7),低温加热溶解,冷却至室温,用盐酸(3.4)移入 100 mL 容量瓶中,并稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 1 mg 铈。
- 3.12 铜标准贮存溶液:称取 1.000 0 g 金属铜(质量分数不小于 99.95%)于 200 mL 烧杯中,加 10 mL 硝酸(3.3),低温加热溶解,移入 500 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 2 mg 铜。
- 3.13 铁标准贮存溶液:称取 1.000 0 g 金属铁(质量分数不小于 99.95%)于 200 mL 烧杯中,先用水湿润,加 20 mL 盐酸(3.4),低温加热溶解,移入 500 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 2 mg 铁。
- 3.14 铅标准贮存溶液:称取 1.000 0 g 金属铅(质量分数不小于 99.95%)于 200 mL 烧杯中,加 20 mL 硝酸(3.3),低温加热溶解,移入 500 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 2 mg 铅。
- 3.15 铋标准贮存溶液:称取 1.000 0 g 金属铋(质量分数不小于 99.95%)于 200 mL 烧杯中,加 20 mL 硝酸(3.3),低温加热溶解,移入 500 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 2 mg 铋。
- 3.16 钡标准贮存溶液:称取 1.000 0 g 海绵钡(质量分数不小于 99.95%)于 200 mL 烧杯中,加 12 mL 混合酸(3.7),低温加热溶解,以盐酸(3.1)驱赶硝酸三次,每次用 2 mL。移入 500 mL 容量瓶中,加 18 mL 盐酸(3.1),以水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 2 mg 钡。
- 3.17 镁标准贮存溶液:称取 1.658 1 g 氧化镁(MgO,质量分数不小于 99.95%)于 200 mL 烧杯中,加 10 mL 盐酸(3.4),低温加热溶解,移入 500 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 2 mg 镁。
- 3.18 镍标准贮存溶液:称取 1.000 0 g 金属镍(质量分数不小于 99.95%)于 200 mL 烧杯中,加 50 mL 盐酸(3.4),低温加热溶解,移入 500 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 2 mg 镍。
- 3.19 铬标准贮存溶液:称取 2.829 0 g 重铬酸钾($K_2Cr_2O_7$,基准,预先在 150 °C 烘干 1 h,于干燥器中冷却至室温),置于 200 mL 烧杯中,加 20 mL 盐酸(3.4),溶解完全后移入 500 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 2 mg 铬。
- 3.20 锰标准贮存溶液:称取 1.000 0 g 金属锰(质量分数不小于 99.95%)于 200 mL 烧杯中,加 20 mL 盐酸(3.4),低温加热溶解,移入 500 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 2 mg 锰。
- 3.21 标准溶液的配制
- 3.21.1 银标准溶液:准确移取银标准贮存溶液(3.10)10.00 mL 于 100 mL 容量瓶中,用盐酸(3.4)稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 100 μ g 银。
- 3.21.2 铈标准溶液:准确移取铈标准贮存溶液(3.11)10.00 mL 于 100 mL 容量瓶中,用盐酸(3.6)稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 100 μ g 铈。
- 3.21.3 铜、铁、铅、铋、钡、镁、镍、铬和锰混合标准溶液:分别移取铜、铁、铅、铋、钡、镁、镍、铬和锰贮存溶液(3.12~3.20)5.00 mL 于 100 mL 容量瓶中,以盐酸(3.6)稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 100 μ g 铜、铁、铅、铋、钡、镁、镍、铬和锰。

4 仪器

电感耦合等离子体原子发射光谱仪。

银、铈、铜、铁、铅、铋、钡、镁、镍、铬和锰的分析谱线参见附录 A。

5 分析步骤

5.1 试料

按表 2 称取试料,精确到 0.000 1 g。

表 2

元 素	质量分数/%	试料/g	混合酸体积/mL	稀释总体积/mL
Ag	0.000 3~0.000 5	2.000	15	10
Cu	0.000 2~0.000 5			
Pb	0.000 4~0.000 5			
Bi	0.000 3~0.000 5			
Sb	0.000 2~0.000 5			
Mg	0.000 3~0.000 5			
Ni	0.000 1~0.000 5			
Cr	0.000 1~0.000 5			
Mn	0.000 1~0.000 5			
Ag	>0.000 5~0.050 0	1.000	7	25
Cu	>0.000 5~0.040 0			
Fe	≥0.000 5~0.010 0			
Pb	>0.000 5~0.030 0			
Bi	>0.000 5~0.010 0			
Sb	>0.000 5~0.010 0			
Pd	≥0.000 5~0.020 0			
Mg	>0.000 5~0.010 0			
Ni	>0.000 5~0.005 0			
Cr	>0.000 5~0.005 0			
Mn	>0.000 5~0.005 0			

5.2 测定次数

独立地进行二次测定,取其平均值。

5.3 空白试验

随同试料做空白试验。

5.4 测定

5.4.1 按表 2 称取试料置于 100 mL 烧杯中。

5.4.2 按表 2 加入混合酸(3.7),盖上表皿,低温加热使试料完全分解,低温蒸发至试液颜色呈棕褐色(冷却后不能析出单体金),打开表皿挥发氮的氧化物,冷却至室温。

5.4.3 边摇动边加入 10 mL 水,1 mL 酒石酸溶液(3.9),加热至微沸,取下冷却。

5.4.4 用盐酸(3.5)洗涤表皿并将试液移入 125 mL 分液漏斗中,并用盐酸(3.5)稀释体积至 30 mL。

5.4.5 加入 20 mL 乙酸乙酯(3.8),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 盐酸(3.5),轻轻振荡数次,静置分层,水相合并(保存有机相以回收金)。

5.4.6 合并后的水相,按 5.4.5 重复操作一次,静置分层后的水相均放入原烧杯中制成试液。

5.4.7 低温将试液(5.4.6)蒸发至约 3 mL,冷却至室温,用盐酸(3.6)按表 2 移入容量瓶中并稀释至刻度,混匀。

5.4.8 在电感耦合等离子体原子发射光谱仪上,测量被测元素的谱线强度,扣除空白值,从工作曲线上确定被测元素的质量浓度。

GB/T 11066.8—2009

5.5 工作曲线的绘制

5.5.1 分别移取 0 mL、1.00 mL、5.00 mL、10.00 mL 银、铈标准溶液(3.21.1~3.21.2)和铜、铁、铅、铋、钡、镁、镍、铬和锰混合标准溶液(3.21.3)于一组 100 mL 容量瓶中,以盐酸(3.6)稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 分别含 0 $\mu\text{g/mL}$ 、1 $\mu\text{g/mL}$ 、5 $\mu\text{g/mL}$ 、10 $\mu\text{g/mL}$ 的银、铜、铁、铅、铋、铈、钡、镁、镍、锰和铬。

5.5.2 在与试料测定相同条件下,测量标准溶液中各元素的强度。以各被测元素的质量浓度为横坐标,谱线强度为纵坐标绘制工作曲线。

6 分析结果计算

按公式(1)计算被测元素的量,即质量分数 $w(X)$,数值以%表示:

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

式中:

ρ ——试液中杂质元素的质量浓度,单位为微克每毫升($\mu\text{g/mL}$);

V ——试液总体积,单位为毫升(mL);

m ——试样的质量,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 3 数据采用线性内插法求得。

表 3

银的质量分数/%	0.001 6	0.007 5	0.040 9
r /%	0.000 3	0.001 0	0.003 3
铜的质量分数/%	0.001 1	0.006 7	0.038 4
r /%	0.000 3	0.001 1	0.002 0
铁的质量分数/%	0.001 3	0.003 9	0.014 3
r /%	0.000 4	0.000 6	0.002 1
铅的质量分数/%	0.001 3	0.007 8	0.033 4
r /%	0.000 2	0.001 0	0.002 1
铋的质量分数/%	0.001 0	0.004 2	0.016 5
r /%	0.000 4	0.000 8	0.002 4
铈的质量分数/%	0.000 7	0.003 4	0.015 1
r /%	0.000 3	0.000 6	0.002 2
钡的质量分数/%	0.001 2	0.005 0	0.020 2
r /%	0.000 3	0.000 8	0.002 6
镁的质量分数/%	0.000 8	0.002 6	0.009 0
r /%	0.000 3	0.000 7	0.001 5
铬的质量分数/%	0.000 3	0.000 9	0.004 0

表 3 (续)

$r/\%$	0.000 2	0.000 3	0.000 8
镍的质量分数/%	0.000 3	0.001 2	0.004 7
$r/\%$	0.000 1	0.000 3	0.000 8
锰的质量分数/%	0.000 3	0.000 9	0.003 9
$r/\%$	0.000 1	0.000 3	0.000 6

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/%	0.001 6	0.007 5	0.040 9
$R/\%$	0.000 3	0.001 2	0.004 0
铜的质量分数/%	0.001 1	0.006 7	0.038 4
$R/\%$	0.000 1	0.001 5	0.002 5
铁的质量分数/%	0.001 3	0.003 9	0.014 3
$R/\%$	0.000 4	0.001 0	0.002 5
铅的质量分数/%	0.001 3	0.007 8	0.033 4
$R/\%$	0.000 3	0.001 5	0.006 5
铋的质量分数/%	0.001 0	0.004 2	0.016 5
$R/\%$	0.000 5	0.001 0	0.004 1
铈的质量分数/%	0.000 7	0.003 4	0.015 1
$R/\%$	0.000 3	0.000 7	0.004 0
钇的质量分数/%	0.001 2	0.005 0	0.020 2
$R/\%$	0.000 4	0.001 0	0.004 8
镁的质量分数/%	0.000 8	0.002 6	0.009 0
$R/\%$	0.000 3	0.000 7	0.001 7
铬的质量分数/%	0.000 3	0.000 9	0.004 0
$R/\%$	0.000 2	0.000 4	0.001 0
镍的质量分数/%	0.000 3	0.001 2	0.004 7
$R/\%$	0.000 1	0.000 3	0.001 0
锰的质量分数/%	0.000 3	0.000 9	0.003 9
$R/\%$	0.000 1	0.000 3	0.001 2

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)
仪器工作参数

使用美国 Thermo 公司的 IRIS Intrepid II XSP 型电感耦合等离子体原子发射光谱仪¹⁾,其测定银、锑、铜、铁、铅、铋、钨、钼、镁、镍、铬和锰的谱线如表 A.1。

注:上述各元素的分析谱线针对美国 Thermo 公司的 IRIS Intrepid II XSP 型电感耦合等离子体原子发射光谱仪,供使用单位选择分析谱线时参考。

表 A.1

元 素	Ag	Cu	Fe	Pb	Sb	Bi
分析谱线/nm	328.06	324.75	259.94	216.99	217.58	223.06
元 素	Pd	Cr	Ni	Mn	Mg	
分析谱线/nm	231.60	267.71	324.27	257.61	285.21	

-
- 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、镉、铋、
钼、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 11066.8—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

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

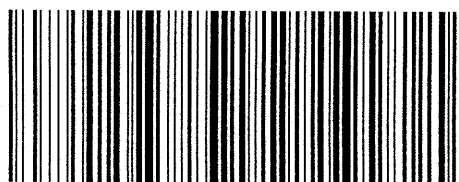
*

开本 880×1230 1/16 印张 0.75 字数 13 千字
2009年7月第一版 2009年7月第一次印刷

*

书号: 155066 · 1-37611 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 11066.8-2009

打印日期: 2009年10月14日