



中华人民共和国国家标准

GB/T 11067.4—2006
代替 GB/T 11067.4—1989

银化学分析方法 锑量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法

Methods for chemical analysis of silver
—Determination of antimony content
—The inductively coupled plasma atomic emission spectrometric method

2006-09-26 发布

2007-02-01 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 11067《银化学分析方法》分为如下几个部分：

- GB/T 11067.1 银化学分析方法 银量的测定 氯化银沉淀-火焰原子吸收光谱法
- GB/T 11067.2 银化学分析方法 铜量的测定 火焰原子吸收光谱法
- GB/T 11067.3 银化学分析方法 硒和碲量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法
- GB/T 11067.4 银化学分析方法 铈量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法
- GB/T 11067.5 银化学分析方法 铅和铋量的测定 火焰原子吸收光谱法
- GB/T 11067.6 银化学分析方法 铁量的测定 火焰原子吸收光谱法

本标准代替 GB/T 11067.1~11067.7—1989《银化学分析方法》。

本部分为第4部分。

本部分代替 GB/T 11067.4—1989《银化学分析方法-2-(5-溴-2-吡啶偶氮)-5-二乙氨基苯酚分光光度法测定铈量》。与 GB/T 11067.4—1989 相比，本部分主要有如下变动：

- 采用电感耦合等离子体原子发射光谱法测定铈量；
- 补充了质量保证和控制条款；增加了重复性条款。

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。

本部分由大冶有色金属公司负责起草。

本部分由内蒙古乾坤金银精炼股份有限公司起草。

本部分由江西铜业公司贵溪冶炼厂、株洲冶炼集团有限责任公司参加起草。

本部分主要起草人：马蓉、王涛、吕涛、郭树有、宋文代。

本部分主要验证人：占光仙、夏珍珠、刘传仕、刘新玲。

本部分由全国有色金属标准化技术委员会负责解释。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

- GB/T 11067.4—1989。

银化学分析方法 铈量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法

1 范围

本部分规定了银中铈含量的测定方法。

本部分适用于银中铈含量的测定,测定范围:0.000 4%~0.020%。

2 方法原理

试料用硫酸溶解,用盐酸沉淀分离基体银,在硝酸介质中,于电感耦合等离子体原子发射光谱仪上,在波长 217.581 nm 处测定铈的强度。

3 试剂

3.1 酒石酸。

3.2 酒石酸溶液(50 g/L)。

3.3 硫酸(ρ 1.84 g/mL)。

3.4 硝酸(ρ 1.42 g/mL)。

3.5 硝酸(1+1)。

3.6 硝酸(1+4)。

3.7 硝酸(1+19)。

3.8 盐酸(1+1)。

3.9 盐酸(2+98)。

3.10 铈标准贮存溶液:称取 0.100 0 g 金属铈($\geq 99.99\%$)置于 150 mL 烧杯中,加入 1 g 酒石酸、20 mL 硝酸(3.5),加热溶解后,取下冷却,用硝酸(3.7)移入 1 000 mL 容量瓶中,稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 100 μ g 铈。

3.11 铈标样溶液的配制:移取 0 mL,1.00 mL,3.00 mL,5.00 mL,7.00 mL,10.00 mL 铈标准贮存溶液(3.10),分别置于一组 100 mL 容量瓶中,用硝酸(3.7)稀释至刻度,混匀。

4 仪器

4.1 电感耦合等离子体原子发射光谱仪。

4.2 光源:等离子体光源,使用功率不小于 0.75 kW。

5 分析步骤

5.1 试料

按表 1 称取试样,精确到 0.001 g。

表 1

铈的质量分数/%	试料/g	硫酸(3.3)/mL	盐酸(3.8)/mL	容量瓶体积/mL
0.000 4~0.002 0	10.000	10	20	25
>0.002 0~0.005 0	5.000	5	10	25

表 1 (续)

锑的质量分数/%	试料/g	硫酸(3.3)/mL	盐酸(3.8)/mL	容量瓶体积/mL
>0.005 0~0.012 0	2.000	3	5	25
>0.012 0~0.020	2.000	3	5	50

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)置于 100 mL 烧杯中,按表 1 加入硫酸(3.3),盖上表皿,加热溶解完全,取下冷却。
- 5.3.2 用水吹洗表皿及杯壁使体积约为 20 mL,按表 1 加入盐酸(3.8),搅拌,加热煮沸使沉淀凝聚,于低温电热板上放置 30 min。
- 5.3.3 用慢速定量滤纸过滤于 150 mL 烧杯中,用热盐酸(3.9)洗涤杯壁及沉淀 6 次~7 次,滤液加入 2 mL 硝酸(3.4),加热蒸发至干,取下冷却。
- 5.3.4 加入 5 mL 硝酸(3.6),0.2 mL 酒石酸溶液(3.2),放置 30 min,低温蒸至约 0.5 mL 取下,冷却后用硝酸(3.7)按表 1 移入相应容量瓶中,稀释至刻度,混匀。
- 5.3.5 至波长 217.581 nm 处,以水调零,与系列标样溶液(3.11)同时在电感耦合等离子体原子发射光谱仪上测定。

6 分析结果的计算

将标样溶液(3.11)的浓度直接输入计算机,根据标样溶液和分析试液的强度值,由计算机计算,并输出分析试液中锑的浓度。按下式计算锑的质量分数 $w(\text{Sb})$:

$$w(\text{Sb})(\%) = \frac{c \cdot V \times 10^{-6}}{m} \times 100$$

式中:

- c ——计算机输出的分析试液中锑的浓度,单位为微克每毫升($\mu\text{g/mL}$);
- 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超过重复性限(r),超过重复性限(r)情况不超过 5%,重复性限(r)按表 2 数据采用线性内插法求得:

表 2

锑量/(%)	0.000 42	0.003 9	0.015 8
r /(%)	0.000 05	0.000 6	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绝对差值不大于再现性限(R),超过再现性限(R)的情况不超过 5%,再现性限(R)按表 3 数据采用线性内插法求得:

注:重复性(r)为 $2.8S_r$, S_r 为重复性标准差。再现性(R)为 $2.8S_R$, S_R 为再现性标准差。

表 3

铈量/(%)	0.000 42	0.003 9	0.015 8
R/(%)	0.000 08	0.000 7	0.001 4

8 质量保证和控制

应用国家级标准样品或行业标准标品(当前两者没有时,也可用控制标样替代),每周或每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。

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
银化学分析方法 铈量的测定
电感耦合等离子体原子发射光谱法
GB/T 11067.4—2006

*

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.bzcbs.com

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

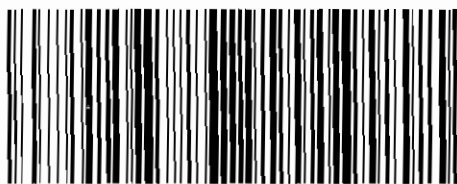
*

开本 880×1230 1/16 印张 0.5 字数 7 千字
2007年2月第一版 2007年2月第一次印刷

*

书号: 155066 · 1-28826 定价 8.00 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 11067.4—2006