

附录 A  
(资料性附录)  
仪器测定条件

按仪器使用说明书优化仪器测定条件,参考下列参数设定:

- A.1 高频发生器功率 1.2 kW。
- A.2 氩气流量:冷却气 15 L/min;保护气 0.8 L/min;载气 0.2 L/min。
- A.3 垂直观测高度 15 mm。
- A.4 积分时间 5 s。
- A.5 进样泵流速 1.5 mL/min。

GB/T 15072.14—2008

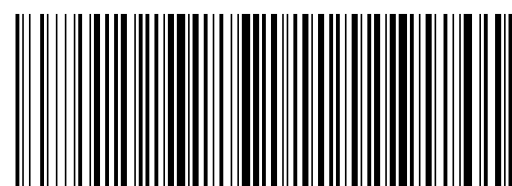


# 中华人民共和国国家标准

GB/T 15072.14—2008  
代替 GB/T 15072.14—1994

## 贵金属合金化学分析方法 银合金中铝和镍量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法

Test method of precious metal alloys—Determination of  
aluminium and nickel contents for silver alloys—  
Inductively coupled plasma atomic emission spectrometry



GB/T 15072.14—2008

版权专有 侵权必究

\*

书号:155066·1-31539

定价: 10.00 元

2008-03-31 发布

2008-09-01 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

$$w_{(x)} = \frac{\rho_x \cdot V}{m_0 \times 10^6} \times 100 \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中：

$\rho_x$ ——自工作曲线上查得的铝或镍的质量浓度，单位为微克每毫升( $\mu\text{g/mL}$ )；

$V$ ——试液总体积，单位为毫升(mL)；

$m_0$ ——试料的质量，单位为克(g)。

分析结果在1%以上保留三位有效数字，在1%以下保留两位有效数字。

9 精密度

9.1 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( $r$ )的情况应不超过5%。重复性限( $r$ )按表3数据采用线性内插法求得：

表 3 %

镍的质量分数	0.10	0.30	2.00
镍的重复性限( $r$ )	0.004	0.01	0.07
铝的质量分数	0.1	1	2
铝的重复性限( $r$ )	0.006	0.04	0.06

9.2 相对允许差

实验室之间分析结果的差值应不大于表4所列允许差。

表 4 %

镍、铝的质量分数	相对允许差
0.10~1.00	6
$\geq 1.00 \sim 2.00$	4

中华人民共和国  
国家标准  
贵金属合金化学分析方法  
银合金中铝和镍量的测定  
电感耦合等离子体原子发射光谱法  
GB/T 15072.14—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6月第一版 2008年6月第一次印刷

\*

书号：155066·1-31539 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

5.4 光谱仪检出限:空白液中铝和镍的检出限均不大于 0.05 mg/L。

6 试样

试样(钻屑或薄片)加工成碎屑,必要时用丙酮去除油污,用水洗净,干燥后混匀。

7 分析步骤

7.1 试料

称取 0.1 g 试样,精确至 0.000 1 g。

独立地进行两次测定,取其平均值。

7.2 空白试验

随同试料做空白试验。

7.3 分析步骤

7.3.1 试料溶液的制备

将试料(7.1)置于 150 mL 烧杯中,加入 2 mL 硝酸(4.3),盖上表面皿,低温加热至溶解完全。加入 20 mL 水稀释,加入 2 mL 盐酸(4.2),搅拌,煮沸 20 min 至银完全沉淀凝结。用中速滤纸过滤氯化银沉淀,用盐酸(4.4)冲洗表面皿、杯壁、沉淀和滤纸四次,滤液用 100 mL 容量瓶接取,以盐酸(4.4)稀释至刻度,混匀。

7.3.2 标准级差溶液

分别移取(可用逐步稀释法)镍和铝标准贮备溶液(4.6、4.7)于一组 100 mL 容量瓶中,用盐酸(4.4)稀释至刻度,混匀。得到表 1 所示的混合标准级差溶液。

表 1 单位为微克每毫升

标样序号	0#	1#	2#	3#	4#
铝质量浓度	0.00	0.50	5.00	10.00	30.00
镍质量浓度	0.00	0.50	5.00	10.00	30.00

7.4 测定

7.4.1 测定条件

参考附录 A 进行条件优化后设定参数。

7.4.2 分析线

推荐使用的分析线波长列于表 2。

表 2

元素	波长/nm
Al	396.153
Ni	231.604

7.4.3 工作曲线的制作

输入混合标准级差溶液(7.3.2),用 ICP-AES 按编好的程序进行测定,以待测元素浓度为横坐标,谱线强度为纵坐标,绘制工作曲线。工作曲线相关系数不小于 0.999 9。

7.4.4 试料溶液的测定

输入试料溶液(7.3.1),用 ICP-AES 按编好的程序进行测定。

8 分析结果的计算

按公式(1)计算铝或镍的质量分数  $w_{(X)}$ ,数值以%表示:

前 言

本标准是对 GB/T 15072—1994《贵金属及其合金化学分析方法》(所有部分)的整合修订,分为 19 个部分:

- GB/T 15072.1—2008 贵金属合金化学分析方法 金、铂、钯合金中金量的测定 硫酸亚铁电位滴定法;
- GB/T 15072.2—2008 贵金属合金化学分析方法 银合金中银量的测定 氯化钠电位滴定法;
- GB/T 15072.3—2008 贵金属合金化学分析方法 金、铂、钯合金中铂量的测定 高锰酸钾电流滴定法;
- GB/T 15072.4—2008 贵金属合金化学分析方法 钯、银合金中钯量的测定 二甲基乙二醛肟重量法;
- GB/T 15072.5—2008 贵金属合金化学分析方法 金、钯合金中银量的测定 碘化钾电位滴定法;
- GB/T 15072.6—2008 贵金属合金化学分析方法 铂、钯合金中铱量的测定 硫酸亚铁电流滴定法;
- GB/T 15072.7—2008 贵金属合金化学分析方法 金合金中铬和铁量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法;
- GB/T 15072.8—2008 贵金属合金化学分析方法 金、钯、银合金中铜量的测定 硫脲析出 EDTA 络合返滴定法;
- GB/T 15072.9—2008 贵金属合金化学分析方法 金合金中钨量的测定 EDTA 络合返滴定法;
- GB/T 15072.10—2008 贵金属合金化学分析方法 金合金中镍量的测定 EDTA 络合返滴定法;
- GB/T 15072.11—2008 贵金属合金化学分析方法 金合金中钌和铑量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法;
- GB/T 15072.12—2008 贵金属合金化学分析方法 银合金中钷量的测定 过氧化氢分光光度法;
- GB/T 15072.13—2008 贵金属合金化学分析方法 银合金中锡、铈和镧量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法;
- GB/T 15072.14—2008 贵金属合金化学分析方法 银合金中铝和镍量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法;
- GB/T 15072.15—2008 贵金属合金化学分析方法 金、银、钯合金中镍、锌和锰量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法;
- GB/T 15072.16—2008 贵金属合金化学分析方法 金合金中铜和锰量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法;
- GB/T 15072.17—2008 贵金属合金化学分析方法 铂合金中钨量的测定 三氧化钨重量法;
- GB/T 15072.18—2008 贵金属合金化学分析方法 金合金中钴和镓量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法;