

表 5 (续)

元素	质量分数/%	r/%
Pb	0.000 6	0.000 1
	0.002 2	0.000 2
	0.004 3	0.000 4
Bi	0.000 9	0.000 1
	0.002 2	0.000 2
	0.003 0	0.000 3

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 6 数据采用线性内插法求得。

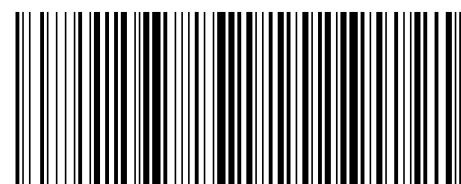
表 6

元素	质量分数/%	R/%
Cu	0.000 5	0.000 2
	0.007 0	0.001 2
	0.021 1	0.003 0
Pb	0.000 6	0.000 3
	0.002 2	0.000 5
	0.004 3	0.000 8
Bi	0.000 9	0.000 2
	0.002 2	0.000 4
	0.003 0	0.000 6

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级标准样品(当两者没有时,也可用控制样替代),每周或每两周验证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,并采取相应的预防措施。



GB/T 11066.4-2008

版权专有 侵权必究

\*

书号:155066·1-32551

定价: 10.00 元



## 中华人民共和国国家标准

GB/T 11066.4—2008  
代替 GB/T 11066.4—1989

GB/T 11066.4—2008

金化学分析方法  
铜、铅和铋量的测定  
火焰原子吸收光谱法Methods for chemical analysis of gold—  
Determination of copper, lead and bismuth contents—  
Flame atomic absorption 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

中华人民共和国  
国家标准  
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 11066.4—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8月第一版 2008年8月第一次印刷  
书号:155066·1-32551 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

5.2 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)按表4置于烧杯中,按表4加入稀王水(3.7),盖上表皿,低温加热使试料完全分解,在水浴上加热蒸发至试液颜色呈棕褐色,取下,打开表皿挥发氮的氧化物,冷却至室温。

5.3.2 边摇动边加入10 mL水,0.9 mL酒石酸溶液(3.8),加热至微沸,取下冷却。

5.3.3 用盐酸(3.4)洗涤表皿并将试液移入125 mL分液漏斗中,按表4稀释体积,加入乙酸乙酯(3.10),振荡20 s,静置分层(保存有机相以回收金)。

注:金量大于2 g有机相在下层。

5.3.4 水相中再按表4加入乙酸乙酯(3.10),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洗涤液(3.9)轻轻振荡3次~5次,静置分层,水相合并(保存有机相以回收金)。

5.3.5 合并后的水相,按5.3.4重复操作一次,静置分层后的水相均放入原烧杯中。

5.3.6 低温将试液蒸发至约3 mL,冷却至室温,用盐酸(3.3)按表4移入容量瓶中并稀释至刻度,混匀。

5.3.7 使用空气-乙炔火焰,在原子吸收光谱仪按表2所列波长处,以水调零,与系列标准溶液平行测量试液的吸光度,减去随同试料空白溶液的吸光度,从工作曲线上查出相应的被测元素质量浓度。

5.4 工作曲线的绘制

5.4.1 移取0 mL,2.00 mL,4.00 mL,6.00 mL,8.00 mL,10.00 mL铜、铅和铋混合标准溶液(3.14),分别置于一组50 mL容量瓶中,用盐酸(3.3)稀释至刻度,混匀。

5.4.2 在与试料测定相同条件下,以水调零,测量系列标准溶液的吸光度,减去“零”质量浓度溶液的吸光度。以被测元素质量浓度为横坐标,吸光度为纵坐标绘制工作曲线。

6 分析结果的计算

按式(1)计算铜、铅、铋的质量分数  $w(X)$ ,数值以%表示:

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

式中:

X——被测元素(Cu、Pb、Bi);

$\rho$ ——自工作曲线上查得的被测元素质量浓度,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5数据采用线性内插法求得。

表5

元素	质量分数/%	$r$ /%
Cu	0.000 5	0.000 1
	0.007 0	0.000 9
	0.021 1	0.001 8

(3.6)中,煮沸驱除氮的氧化物,冷却至室温,用水移入1 000 mL容量瓶中并稀释至刻度,混匀。此溶液1 mL含1 mg铋。

3.14 铜、铅和铋混合标准溶液:分别移取25.00 mL铜和铅标准贮存溶液(3.11,3.12)及50.00 mL铋标准贮存溶液(3.13)于1 000 mL容量瓶中,用盐酸(3.3)稀释至刻度,混匀。此溶液1 mL分别含12.5 μg铜、25.0 μg铅、50.0 μg铋。

#### 4 仪器

原子吸收光谱仪,附铜、铅和铋空心阴极灯。

在仪器最佳工作条件下,凡能达到下列指标者均可使用。

——特征质量浓度:在与测量试液的基体相一致的溶液中,铜、铅和铋的特征质量浓度应分别不大于0.048 μg/mL,0.158 μg/mL和0.246 μg/mL。

——工作曲线线性:将工作曲线按质量浓度等分成五段,最高段的吸光度差值与最低段的吸光度差值之比,应不小于0.85。

——精密度:用最高质量浓度的标准溶液测量10次吸光度,其标准偏差应不超过平均吸光度的1.0%;用最低质量浓度的标准溶液(不是“零”标准溶液)测量10次吸光度,其标准偏差应不超过最高质量浓度标准溶液平均吸光度的0.5%。

——推荐仪器工作条件:使用P-E1100型原子吸收光谱仪测定铜、铅和铋的参考工作条件如表3。

表 3

元素	波长/ nm	灯电流/ mA	单色器通带/ nm	观测高度/ mm	乙炔流量/ (L/min)	空气流量/ (L/min)
Cu	324.7	4	0.7	8.0	0.9	5.0
Pb	217.0	4	0.7	8.0	0.9	5.0
Bi	223.1	5	0.2	8.0	0.9	5.5

#### 5 分析步骤

##### 5.1 试料

按表4称取试料,精确到0.001 g。

表 4

被测元素的质量分数/ %	试料量/ g	烧杯体积/ mL	稀王水量		萃取水相 体积/ mL	乙酸乙酯量		试液总体积/mL				
			加入 次数	mL		加入 次数	mL	Cu	Pb	Bi		
$w(\text{Cu})、w(\text{Pb})、w(\text{Bi})$ 各 $\leq 0.0025$	10	250	1	35	40	1	25	100	50	25		
			2	20		2	20					
			3	10		3	20					
$w(\text{Cu}) > 0.0025 \sim 0.0100$ ; $w(\text{Pb}) > 0.0025 \sim 0.0060$ ; $w(\text{Bi}) > 0.0025 \sim 0.0030$	2.0	100	1	12	30	1	20	100	25	25		
						2	20				2	20
						3	20				3	20
$w(\text{Cu}) > 0.0100 \sim 0.0250$	2.0	100	1	12	30	1	20	200	—	—		
						2	20				2	20
						3	20				3	20

## 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 铁、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-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 硅钼蓝分光光度法。

本部分为第4部分。

本部分代替GB/T 11066.4—1989《金化学分析方法 火焰原子吸收光谱法测定铜、铅、铋和铊量》。与GB/T 11066.4—1989相比,本部分主要有如下变动:

- 删除了铊量测定的有关内容;
- 对仪器的要求,将灵敏度改为特征浓度;
- 将允许差条款改为精密度(重复性和再现性);
- 增加了质量保证和控制条款。

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。

本部分负责起草单位:成都印钞公司。

本部分起草单位:北京矿冶研究总院、成都印钞公司。

本部分参加起草单位:成都印钞公司、上海造币厂、沈阳造币技术研究所、江西铜业公司、紫金铜业集团、湖北大冶有色金属集团、国家金银及制品质量监督检验中心。

本部分主要起草人:符斌、于力、李华昌、陈杰、王自森、刘烽、邢桂珍、马玉勤。

本部分主要验证人:邓海虹、刘春峰。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为:

- GB/T 11066.4—1989。