

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 0.3 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 15072.13—2008

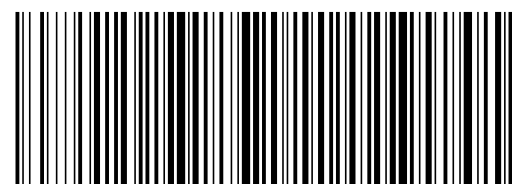


中华人民共和国国家标准

GB/T 15072.13—2008
代替 GB/T 15072.13—1994

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

Test method of precious metal alloys—Determination of
tin, cerium and lanthanum contents for silver alloys—
Inductively coupled plasma atomic emission spectrometry



GB/T 15072.13—2008

版权专有 侵权必究

*

书号:155066·1-31538

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

表 2

元素	波长/nm
Ce	418.660
La	379.478
Sn	283.998

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,以待测元素质量浓度为横坐标,谱线强度为纵坐标,制作工作曲线。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(7.3.1.1、7.3.1.2),用 ICP-AES 仪按编好的程序进行测定。

8 分析结果的计算

按公式(1)计算被测元素的质量分数 $w(X)$,数值以%表示:

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

式中:

ρ_x ——自工作曲线上查得待测元素(锡、铈或镧)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 %

质量分数	0.20	0.71	2.00
铈的重复性限 r	0.01	0.019	0.027
镧的重复性限 r	0.01	0.020	0.030
锡的重复性限 r	0.08	0.023	0.034

9.2 允许差

表 4 %

锡、铈、镧的质量分数	相对允许差
$\geq 0.20 \sim 0.50$	5.0
$\geq 0.50 \sim 1.00$	4.0
$\geq 1.00 \sim 2.00$	3.0

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 15072.13—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: 155066·1-31538 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 仪器

ICP-AES 仪。在仪器最佳工作条件下,凡能达到下列指标者均可使用:

- 5.1 光源:氩等离子体光源,发生器最大输出功率不小于 1.3 kW。
- 5.2 分辨率:200 nm 左右时的光学分辨率不大于 0.010 nm;400 nm 左右时的光学分辨率不大于 0.020 nm。
- 5.3 仪器稳定性:仪器 1h 内稳定性(RSD)小于 2.0%。
- 5.4 光谱仪检出限:空白液中,铈、镧和锡元素的检出限均不大于 0.05 mg/L。

6 试样

试样(钻屑或薄片)加工成碎屑,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

7.3.1.1 不含锡合金试料测定溶液的制备

将试料(7.1)置于 50 mL 烧杯中,加入 3 mL 硝酸(4.2),盖上表面皿,低温加热至试料完全溶解,加入 10 mL 盐酸(4.7),煮沸 20 min 至银完全沉淀凝结。将沉淀和溶液转入 100 mL 容量瓶中,用盐酸(4.7)稀释至刻度。混匀。静置 30 min 以上,待试液澄清后即可进行测定。

7.3.1.2 含锡合金试料溶液的制备

将试料(7.1)置于 50 mL 烧杯中,加入 1 mL 硫酸(4.4)及 3 mL 硝酸(4.2),盖上表面皿,低温加热至试料完全溶解,取下,用少量水冲洗表面皿及杯壁,加入 10 mL 盐酸(4.7),煮沸 20 min 至银完全沉淀凝结。将沉淀和溶液转入 100 mL 容量瓶中,用盐酸(4.7)稀释至刻度。混匀。静置 30 min 以上,待试液澄清后即可进行测定。

7.3.2 铈、镧和锡混合标准级差溶液的制备

移取(可用逐步稀释法)铈、镧和锡标准贮备溶液(4.8~4.10)于一组 100 mL 容量瓶中,用盐酸(4.7)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#
锡质量浓度	0.00	0.50	5.00	10.00	25.00
铈质量浓度	0.00	0.50	5.00	10.00	25.00
镧质量浓度	0.00	0.50	5.00	10.00	25.00

7.4 测定

7.4.1 测定条件见附录 A。

7.4.2 分析线

推荐使用的分析线波长列于表 2。

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;