



中华人民共和国国家标准

GB/T 11066. 12—202×

金化学分析方法

第 12 部分：银、铜、铁、铅、铋、锑、镁、镍、 锰、钯、铬、铂、铑、钛、锌、砷、锡、硅、 钴、钙、钾、锂、钠、碲、钒、锆、钨、钼、 铼、铝含量的测定

电感耦合等离子体原子发射光谱法

Methods for chemical analysis of gold—Part 12: Determination of silver, copper, Iron, Lead, bismuth, antimony, magnesium, nickel, Manganese, Palladium, chromium, platinum, rhodium, Titanium, zinc, Arsenic, Tin, silicon, cobalt, calcium, potassium, Lithium, Sodium, tellurium, vanadium, Zirconium, cadmium, molybdenum, rhenium, Aluminum—Inductively coupled plasma atomic emission spectrometry

(草案)

202×-××-××发布

202×-××-××实施

国家市场监督管理总局
国家标准化管理委员会

发布

目 次

前 言	III
引 言	IV
1 范围	1
2 规范性引用文件	1
3 术语和定义	2
4 原理	2
5 试剂或材料	2
6 仪器设备	5
7 样品	5
8 试验步骤	5
8.1 空白试验	5
8.2 测定次数	5
8.3 测定	6
9 试验数据处理	7
10 精密度	7
10.1 重复性	7
10.2 再现性	9
11 试验报告	12
附录 A（资料性） 电感耦合等离子体发射光谱仪工作条件参数推荐表	13

前 言

本文件按照 GB/T 1.1—2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

本文件是 GB/T 11066《金化学分析方法》的第12部分。GB/T 11066 已发布了以下部分：

- 第1部分：金量的测定 火试金法；
- 第2部分：银量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第3部分：铁量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第4部分：铜、铅和铋量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第5部分：银、铜、铁、铅、铈和铋量的测定 原子发射光谱法；
- 第6部分：镁、镍、锰和钡量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第7部分：银、铜、铁、铅、铈、铋、钡、镁、锡、镍、锰和铬量的测定 火花原子发射光谱法；
- 第8部分：银、铜、铁、铅、铈、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；
- 第9部分：砷和锡量的测定 氢化物发生-原子荧光光谱法；
- 第10部分：硅量的测定 钼蓝分光光度法；
- 第11部分：镁、铬、锰、铁、镍、铜、钡、银、锡、铈、铅和铋含量的测定 电感耦合等离子体质谱法；
- 第12部分：银、铜、铁、铅、铋、铈、镁、镍、锰、钡、铬、铂、铈、钛、锌、砷、锡、硅、钴、钙、钾、锂、钠、碲、钒、锆、镉、钼、铪、铝含量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由中国有色金属工业协会提出。

本文件由全国有色金属标准化技术委员会（SAC/TC 243）归口。

本文件起草单位：紫金矿业集团股份有限公司、XXX、XXX。

本文件主要起草人：XXX、XXX。

引 言

黄金市场贸易异常活跃，黄金精炼厂、黄金原料提供商、消费者、第三方仲裁机构及中间贸易商对黄金质量把控日益严格，要求金锭检测的杂质元素种类越多越好且检测时效性需满足快速贸易的需求。

本文件为 GB/T11077《金化学分析方法》第 12 部分，采用基体匹配-标准曲线法，使用电感耦合等离子体发射光谱仪测定金中测定金中银、铜、铁、铅、铋、锑、镁、镍、锰、钨、铬、铂、铑、钛、锌、砷、锡、硅、钴、钙、钾、锂、钠、碲、钒、锆、镉、钼、铯、铝含量，样品无需萃取，检测时效性可以大大提高，可以满足 SGEB1《金锭》和 GB/T 4134《金锭》的检测需求，有效降低贸易风险，提高金锭检测质量。

金化学分析方法

第12部分 银、铜、铁、铅、铋、锑、镁、镍、锰、钨、铬、铂、铯、钽、铊、铟、锡、硅、钴、钙、钾、锂、钠、碲、钒、锆、镉、钼、铷、铯、铝含量的测定

电感耦合等离子体原子发射光谱法

警告——使用本文件的人员应有正规实验室工作的实践经验。本文件并未指出所有可能的安全问题。使用者有责任采取适当的的安全和健康措施，并保证符合国家有关法规规定的条件。

1 范围

本文件规定了金中银、铜、铁、铅、铋、锑、镁、镍、锰、钨、铬、铂、铯、钽、铊、铟、锡、硅、钴、钙、钾、锂、钠、碲、钒、锆、镉、钼、铷、铯、铝含量的测定方法。

本文件适用于金中银、铜、铁、铅、铋、锑、镁、镍、锰、钨、铬、铂、铯、钽、铊、铟、锡、硅、钴、钙、钾、锂、钠、碲、钒、锆、镉、钼、铷、铯、铝含量的测定，各元素的测定范围见表1。

表1 测定范围

元素	测定范围/%	元素	测定范围/%	元素	测定范围/%	元素	测定范围/%	元素	测定范围/%
Ag	0.0002 ~0.0500	Mg	0.0002 ~0.0500	Rh	0.0002 ~0.0500	Co	0.0002 ~0.0500	V	0.0002 ~0.0500
Cu	0.0002 ~0.0500	Ni	0.0002 ~0.0500	Ti	0.0002 ~0.0500	Ca	0.0002 ~0.0500	Zr	0.0002 ~0.0500
Fe	0.0002 ~0.0500	Mn	0.0002 ~0.0500	Zn	0.0002 ~0.0500	K	0.0002 ~0.0500	Cd	0.0002 ~0.0500
Pb	0.0002 ~0.0500	Pd	0.0002 ~0.0500	As	0.0005 ~0.0500	Li	0.0002 ~0.0500	Mo	0.0002 ~0.0500
Bi	0.0003 ~0.0500	Cr	0.0002 ~0.0500	Sn	0.0004 ~0.0500	Na	0.0002 ~0.0500	Re	0.0002 ~0.0500
Sb	0.0005 ~0.0500	Pt	0.0002 ~0.0500	Si	0.0004 ~0.0500	Te	0.0002 ~0.0500	Al	0.0002 ~0.0500

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本文件。

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

3 术语和定义

3.1

实验室样品 laboratory sample

为送交实验室供检验或测试而制备的样品。

[来源：GB/T 17433—2014，2.3.2.1]

3.2

试样 test sample

由实验室样品进一步制得的，可进行称量的样品。

[来源：GB/T 17433—2014，2.3.2.2]

3.3

试料 test portion

用以进行检验或观测所称取的一定量的试样。

[来源：GB/T 17433—2014，2.3.2.3]

4 原理

试料以盐酸、硝酸混合酸分解，在稀盐酸介质中，采用基体匹配-标准曲线法及多谱线拟合法(MSF)等校正方法，使用电感耦合等离子体发射光谱仪测定金中银、铜、铁、铅、铋、锑、镁、镍、锰、钡、铬、铂、铯、钛、锌、砷、锡、硅、钴、钙、钾、锂、钠、碲、钒、锆、镉、钼、铪、铀、铝含量。

5 试剂或材料

除非另有说明，在分析中应仅使用确认为优级纯或优级纯以上纯度的试剂。

5.1 纯水（电阻率 $\geq 18.2 \text{ M}\Omega \cdot \text{cm}$ ）。

5.2 盐酸（ $\rho = 1.19 \text{ g/mL}$ ）。

5.3 硝酸（ $\rho = 1.42 \text{ g/mL}$ ）。

5.4 盐酸（1+1）。

5.5 盐酸（1+9）。

5.6 硝酸（1+1）。

5.7 混合酸：以1体积硝酸（5.3）、3体积盐酸（5.2）和4体积纯水（5.1）混合均匀。

5.8 乙醇溶液（1+1）。

5.9 纯金（ $\omega_{\text{Au}} \geq 99.999\%$ ，各杂质元素不大于0.0002%）。

5.10 银标准贮存溶液：称取0.1000 g金属银（ $\omega_{\text{Ag}} \geq 99.99\%$ ），置于100 mL聚四氟乙烯烧杯中，加入10 mL硝酸溶液（5.6），低温加热溶解，挥发氮的氧化物，冷却至室温，转移至预先加入25 mL盐酸（5.2）的100 mL塑料容量瓶中，用纯水（5.1）稀释至刻度，混匀。此溶液1 mL含1 mg银。

5.11 铜标准贮存溶液：称取0.1000 g金属铜（ $\omega_{\text{Cu}} \geq 99.99\%$ ），置于100 mL聚四氟乙烯烧杯中，加入20 mL硝酸溶液（5.6），低温加热溶解，挥发氮的氧化物，冷却至室温，移入100 mL塑料容量瓶中，用纯水（5.1）稀释至刻度，混匀。此溶液1 mL含1 mg铜。

5.12 铁标准贮存溶液：称取0.1000 g金属铁（ $\omega_{\text{Fe}} \geq 99.99\%$ ），置于100 mL聚四氟乙烯烧杯中，加入20 mL硝酸溶液（5.6），低温加热溶解，挥发氮的氧化物，冷却至室温，移入100 mL塑料容量瓶中，用纯水（5.1）稀释至刻度，混匀。此溶液1 mL含1 mg铁。

5.13 铅标准贮存溶液：称取0.1000 g金属铅（ $\omega_{\text{Pb}} \geq 99.99\%$ ），置于100 mL聚四氟乙烯烧杯中，加

入 20 mL 硝酸溶液 (5.6)，低温加热溶解，挥发氮的氧化物，冷却至室温，移入 100 mL 塑料容量瓶中，用纯水 (5.1) 稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 1 mg 铅。

5.14 铋标准贮存溶液：称取 0.1000 g 金属铋 ($\omega_{\text{Bi}} \geq 99.99\%$)，置于 100 mL 聚四氟乙烯烧杯中，加入 20 mL 硝酸溶液 (5.6)，低温加热溶解，挥发氮的氧化物，冷却至室温，移入 100 mL 塑料容量瓶中，用纯水 (5.1) 稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 1 mg 铋。

5.15 镁标准贮存溶液：称取 0.1658 g 氧化镁 ($\omega_{\text{MgO}} \geq 99.95\%$)，置于 100 mL 聚四氟乙烯烧杯中，加入 5 mL 盐酸 (5.4)，盖上表面皿，低温加热溶解完全，移入 100 mL 塑料容量瓶中，用纯水 (5.1) 稀释至刻度。混匀。此溶液 1 mL 含 1 mg 镁。

5.16 镍标准贮存溶液：称取 0.1000 g 金属镍 ($\omega_{\text{Ni}} \geq 99.99\%$)，置于 100 mL 聚四氟乙烯烧杯中，加入 20 mL 硝酸溶液 (5.6)，低温加热溶解，挥发氮的氧化物，冷却至室温，移入 100 mL 塑料容量瓶中，用纯水 (5.1) 稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 1 mg 镍。

5.17 锰标准贮存溶液：称取 0.1000 g 金属锰 ($\omega_{\text{Mn}} \geq 99.99\%$)，置于 100 mL 聚四氟乙烯烧杯中，加入 20 mL 硝酸溶液 (5.6)，低温加热溶解，挥发氮的氧化物，冷却至室温，移入 100 mL 塑料容量瓶中，用纯水 (5.1) 稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 1 mg 锰。

5.18 铬标准贮存溶液：称取 0.1000 g 金属铬 ($\omega_{\text{Cr}} \geq 99.99\%$)，置于 100 mL 聚四氟乙烯烧杯中，加入 5 mL 盐酸 (5.4)，1 mL 硝酸 (5.6)，盖上表面皿，低温加热溶解完全，移入 100 mL 塑料容量瓶中，加入 10 mL 盐酸 (5.4)，用纯水 (5.1) 稀释至刻度。混匀。此溶液 1 mL 含 1 mg 铬。

5.19 锌标准贮存溶液：称取 0.1000 g 金属锌 ($\omega_{\text{Zn}} \geq 99.99\%$)，置于 100 mL 聚四氟乙烯烧杯中，加入 20 mL 硝酸溶液 (5.6)，低温加热溶解，挥发氮的氧化物，冷却至室温，移入 100 mL 塑料容量瓶中，用纯水 (5.1) 稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 1 mg 锌。

5.20 砷、钠标准贮存溶液：称取 0.1320 g 三氧化二砷 (基准试剂，预先置于浓硫酸干燥器中干燥至恒重)，置于 100 mL 聚四氟乙烯烧杯中，准确加入 5 mL 氢氧化钠溶液 (200 g/L)，低温加热至完全溶解，加入 50 mL 纯水 (5.1)，1 滴酚酞乙醇溶液 (1 g/L)，用硫酸溶液 (1+4) 中和至红色刚消失再过量 2 mL，冷却至室温，移入 100 mL 塑料容量瓶中，用纯水 (5.1) 稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 1 mg 砷和钠。

5.21 钴标准贮存溶液：称取 0.1000 g 金属钴，置于 100 mL 聚四氟乙烯烧杯中，加 10 mL 纯水 (5.1)，20 mL 硝酸 (5.6)，低温加热溶解，冷却至室温，移入 100 mL 塑料容量瓶中，用纯水 (5.1) 稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 1 mg 钴。

5.22 钙标准贮存溶液：称取 0.2497 g 预先在 105℃ 烘 2h 并置于干燥器中冷却至室温的碳酸钙 ($\omega_{\text{CaCO}_3} \geq 99.99\%$)，置于 100 mL 聚四氟乙烯烧杯中，加入 10 mL 纯水 (5.1)，盖上表面皿，从杯嘴慢慢加入 5 毫升盐酸 (5.2)，低温加热溶解，煮沸驱除二氧化碳，冷却至室温，移入 100 mL 塑料容量瓶中，用纯水 (5.1) 稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 1 mg 钙。

5.23 钾标准贮存溶液：称取 0.1907 g 于 500~600 °C 烘至恒重的氯化钾 (优级纯)，置于 100 mL 聚四氟乙烯烧杯中，加入 50 mL 纯水 (5.1)，低温加热溶解，冷却至室温，移入 100 mL 塑料容量瓶中，用纯水 (5.1) 稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 1 mg 钾。

5.24 锂标准贮存溶液：称取 0.5323 g 碳酸锂 ($\omega_{\text{Li}_2\text{CO}_3} \geq 99.99\%$)，置于 100 mL 聚四氟乙烯烧杯中，加入 50 mL 纯水 (5.1)，盖上表面皿，慢慢加入少量盐酸 (5.2)，加热煮沸赶走二氧化碳，冷却至室温，用纯水 (5.1) 洗去表面皿，移入 100 mL 塑料容量瓶中，用纯水 (5.1) 稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 1 mg 锂。

5.25 钒标准贮存溶液：称取 0.230 g 偏钒酸铵 ($\omega_{\text{NH}_4\text{VO}_3} \geq 99.99\%$)，置于 100 mL 聚四氟乙烯烧杯中，加入 50 mL 纯水 (5.1)，低温加热溶解，冷却至室温，移入 100 mL 塑料容量瓶中，用纯水 (5.1) 稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 1 mg 钒。

5.26 镉标准贮存溶液：称取 0.1000 g 金属镉 ($\omega_{\text{Cd}} \geq 99.99\%$)，置于 100 mL 聚四氟乙烯烧杯中，加

入 20 mL 硝酸溶液 (5.6)，低温加热溶解，挥发氮的氧化物，冷却至室温，移入 100 mL 塑料容量瓶中，用纯水 (5.1) 稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 1 mg 镉。

5.27 铈标准贮存溶液：称取 0.1000 g 金属铈 ($\omega_{\text{Re}} \geq 99.99\%$)，置于 100 mL 聚四氟乙烯烧杯中，加入 3 mL 盐酸 (5.2)，1 mL 硝酸 (5.3)，低温加热溶解完全，移入 100 mL 塑料容量瓶中，加入 10 mL 盐酸 (5.2)，用纯水 (5.1) 稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 1 mg 铈。

5.28 铝标准贮存溶液：称取 0.1000 g 金属铝 ($\omega_{\text{Al}} \geq 99.99\%$)，置于 100 mL 聚四氟乙烯烧杯中，加入 20 mL 盐酸溶液 (5.4)，低温加热溶解，冷却至室温，用盐酸溶液 (5.4) 移入 100 mL 塑料容量瓶中并稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 1 mg 铝。

5.29 铈标准贮存溶液：称取 0.1000 g 金属铈 ($\omega_{\text{Sb}} \geq 99.99\%$)，置于 100 mL 聚四氟乙烯烧杯中，加入 20 mL 混合酸 (5.7)，低温加热溶解，挥发氮的氧化物，冷却至室温，移入 100 mL 塑料容量瓶中，用纯水 (5.1) 稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 1 mg 铈。

5.30 钯标准贮存溶液：称取 0.1000 g 金属钯 ($\omega_{\text{Pd}} \geq 99.99\%$)，置于 100 mL 聚四氟乙烯烧杯中，加入 20 mL 混合酸 (5.7)，低温加热溶解，挥发氮的氧化物，冷却至室温，移入 100 mL 塑料容量瓶中，用纯水 (5.1) 稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 1 mg 钯。

5.31 铂标准贮存溶液：称取 0.1000 g 金属铂 ($\omega_{\text{Pt}} \geq 99.99\%$)，置于 100 mL 聚四氟乙烯烧杯中，加入 20 mL 混合酸 (5.7)，低温加热溶解，挥发氮的氧化物，冷却至室温，移入 100 mL 塑料容量瓶中，用纯水 (5.1) 稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 1 mg 铂。

5.32 铊标准贮存溶液：称取 0.3593 g 氯铊酸铵 ($\omega_{(\text{NH}_4)_3\text{RhCl}_6} \geq 99.99\%$)，置于 100 mL 聚四氟乙烯烧杯中，加入 20 mL 盐酸溶液 (5.4)，低温加热溶解，冷却至室温，移入 100 mL 塑料容量瓶中，用盐酸 (5.5) 稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 1 mg 铊。

5.33 钛标准贮存溶液：称取 0.167 g 二氧化钛 ($\omega_{\text{TiO}_2} \geq 99.95\%$) 置于 100 mL 聚四氟乙烯烧杯中，加 5g 硫酸铵，加 10 mL 硫酸，加热溶解，冷却至室温，移入 100 mL 塑料容量瓶中，用纯水 (5.1) 稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 1 mg 钛。

5.34 锡标准贮存溶液：称取 0.1000 g 金属锡 ($\omega_{\text{Sn}} \geq 99.99\%$)，置于 100 mL 聚四氟乙烯烧杯中，加入 20 mL 混合酸溶液 (5.7)，低温加热溶解，冷却至室温，用盐酸溶液 (5.4) 移入 100 mL 塑料容量瓶中并稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 1 mg 锡。

5.35 硅标准贮存溶液：称取 0.2139 g 二氧化硅 ($\omega_{\text{SiO}_2} \geq 99.99\%$)，加 0.46 g 无水碳酸钠拌均于铂坩埚中，在 1000 °C 高温炉中保持熔融 20 min，冷却，放入聚四氟乙烯烧杯中，用温纯水 (5.1) 浸取。移入 100 mL 塑料容量瓶中并稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 1 mg 硅。

5.36 碲标准贮存溶液：称取 0.1000 g 金属碲 ($\omega_{\text{Te}} \geq 99.99\%$)，置于 100 mL 聚四氟乙烯烧杯中，加入 20 mL 硝酸溶液 (5.6)，低温加热溶解，挥发氮的氧化物，冷却至室温，移入 100 mL 塑料容量瓶中，用纯水 (5.1) 稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 1 mg 碲。

5.37 锆标准贮存溶液：称取 0.353 g 氯化锆酰 ($\omega_{\text{ZrOCl}_2 \cdot 8\text{H}_2\text{O}} \geq 99.99\%$)，加入 30 mL~40 mL 盐酸溶液 (5.5) 溶解，移入 100 mL 塑料容量瓶中，用纯水 (5.1) 稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 1 mg 锆。

5.38 钼标准贮存溶液：称取 0.184 g 钼酸铵 ($\omega_{(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24} \cdot 4\text{H}_2\text{O}} \geq 99.99\%$)，加入 50 mL 纯水 (5.1)，低温加热溶解，冷却至室温，移入 100 mL 塑料容量瓶中，用纯水 (5.1) 稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 1 mg 钼。

5.39 混合标准溶液 A1：在 200 mL 塑料容量瓶中先加 40 mL 盐酸 (5.2) 后，分别移取 5.00 mL (5.10~5.28) 标准贮存溶液，用水稀释至刻度，混匀。

此溶液 1 mL 含 25 μg 银、铜、铁、铅、铋、镁、镍、锰、铬、锌、砷、钴、钙、钾、锂、钠、钒、镉、铯、铝。

5.40 混合标准溶液 B1：在 200 mL 塑料容量瓶中先加 40 mL 盐酸 (5.2) 后，分别移取 5.00 mL (5.29~

- 5.38) 标准贮存溶液,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 25 μg 铈、钇、钼、铍、钛、锡、硅、碲、锆、钨。
- 5.41 混合标准溶液 A2: 在 200 mL 塑料容量瓶中先加 40 mL 盐酸(5.2)后,分别移取 8.00 mL (5.10~5.28) 标准贮存溶液,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 40 μg 银、铜、铁、铅、铋、镁、镍、锰、铬、锌、砷、钴、钙、钾、锂、钠、钒、镉、铪、铯、铝。
- 5.42 混合标准溶液 B2: 在 200 mL 塑料容量瓶中先加 40 mL 盐酸(5.2)后,分别移取 8.00 mL (5.29~5.38) 标准贮存溶液,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 40 μg 铈、钇、钼、铍、钛、锡、硅、碲、锆、钨。
- 5.43 金基体标准储备液配制: 称取 40.000 g 精确至 0.0001 g 纯金(5.10),置于 500 mL 聚四氟乙烯烧杯中,加入 200 mL 混合酸(5.7),低温加热至溶液清亮,用纯水(5.1)转入 1 L 塑料容量瓶中,补加 200 mL 混合酸(5.7),用纯水(5.1)稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 40 mg 金。
- 5.44 可分取单元素标准溶液储备液(5.10~5.38)配制多元素混合标准溶液,也可使用市售有证标准溶液。
- 5.45 氩气(体积分数 $\geq 99.99\%$)。

6 仪器设备

- 6.1 电感耦合等离子体原子发射光谱仪,在仪器最佳工作条件下,凡能达到下列指标者均可使用:
- 分辨率: 200 nm 时光学分辨率不大于 0.008 nm; 400 nm 时光学分辨率不大于 0.020 nm。
 - 仪器稳定性: 在仪器的最佳工作条件下,用 1.0 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 的铜标准溶液测量 11 次,其发射强度的相对标准偏差不超过 2.0%。
- 推荐的电感耦合等离子体原子发射光谱仪工作条件参数见附录 A。
- 6.2 分析天平: 感量 0.1mg。
- 6.3 电热板。

7 样品

7.1 试样

将试样碾成 1 mm 厚的薄片,用不锈钢剪刀剪成屑状,放入聚四氟乙烯烧杯中,加入 20 mL 乙醇(5.8),于电热板上加热煮沸 5 min 后取下,将乙醇倾去,再用水洗涤金片 3 次。加入 20 mL 盐酸(5.4),加热煮沸 5 min,倾去盐酸,再用水洗涤金屑 3 次。将金屑用无尘纸包裹,于 105 $^{\circ}\text{C}$ 烘干后取出备用。

7.2 试料

称取 1.000 g 试样(7.1),精确到 0.0001 g。

8 试验步骤

8.1 空白试验

应随同试料做双份空白试验。

8.2 测定次数

应独立进行不少于两次的测定,结果取其平均值。

8.3 测定

8.3.1 试料的分解

将试料（7.2）置于 100 mL 聚四氟乙烯烧杯中，加入 20 mL 混合酸（5.7），盖上聚四氟乙烯表面皿，低温加热溶解样品，浓缩至约 5 mL 时取下冷却至室温。用盐酸（5.5）冲洗表面皿和杯壁，移入 50 mL 塑料容量瓶中，用盐酸（5.5）稀释至刻度，混匀。

8.3.2 试液的测定

于电感耦合等离子体原子发射光谱仪上，在选定的仪器工作条件下，测量试液及随同试料空白中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。

注：如出现谱线干扰，可采用多谱线拟合（MSF）法处理。

8.4 工作曲线的绘制

8.4.1 标准工作溶液的配制

8.4.1.1 银、铜、铁、铅、铋、镁、镍、锰、铬、锌、砷、钴、钙、钾、锂、钠、钒、镉、铈、镱、铝标准工作溶液的配制

分别于 8 个 100 mL 塑料容量瓶中，加入 2.5 mL 混合酸（5.7），50.00 mL 金基体溶液（5.43），再加入混合标准溶液 A1（5.39）0 mL、0.40 mL、1.00 mL、2.00 mL、8.00 mL、20.00 mL，混合标准溶液 A2（5.41）25.00 mL、35.00 mL，以盐酸（5.5）稀释至刻度，混匀。标准溶液质量浓度见表 2。

8.4.1.2 锑、钨、铂、铪、钛、锡、硅、碲、锆、钼标准工作溶液的配制

分别于 8 个 100 mL 塑料容量瓶中，先加入 2.5 mL 混合酸（5.7），50.00 mL 金基体溶液（5.43），再加入混合标准溶液 B1（5.40）0 mL、0.40 mL、1.00 mL、2.00 mL、8.00 mL、20.00 mL，混合标准溶液 B2（5.42）25.00 mL、35.00 mL，以盐酸（5.5）稀释至刻度，混匀。标准溶液质量浓度见表 2。

表 2 标准工作溶液浓度

序号	元素	STD-1	STD-2	STD-3	STD-4	STD-5	STD-6	STD-7	STD-8
A 组	Ag、Cu、Fe、Pb、Bi、Mg、Ni、Mn、Cr、Zn、As、Co、Ca、K、Li、Na、V、Cd、Re、Al	0	0.10	0.25	0.50	2.00	5.00	10.00	14.00
B 组	Sb、Pd、Pt、Rh、Ti、Sn、Si、Te、Zr、Mo	0	0.10	0.25	0.50	2.00	5.00	10.00	14.00

8.4.2 工作曲线绘制

与试液测定相同条件下，测量系列标准工作溶液中各元素的强度，以被测元素的浓度为横坐标、信号强度为纵坐标，由仪器自动绘制工作曲线。

9 试验数据处理

按式（1）计算被测元素的含量 $w(x)$ ，数值以%表示：

$$w(x) = \frac{(\rho_x - \rho_0) \times V \times 10^{-6}}{m} \times 100 \dots\dots\dots (1)$$

式中：

- x ——待测元素；
 ρ_x ——试料溶液中被测元素的浓度，单位为微克每毫升（ $\mu\text{g/mL}$ ）；
 ρ_0 ——空白溶液中被测元素的浓度，单位为微克每毫升（ $\mu\text{g/mL}$ ）；
 V ——试料溶液的体积，单位为毫升（ mL ）；
 m ——试料质量，单位为克（ g ）；
 计算结果表示至小数点后四位。

10 精密度

10.1 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值不超过重复性限（ r ），超过重复性限（ r ）的情况不超过 5%，重复性限（ r ）按表 3 数据采用线性内插法求得。

表 3 重复性限

$w_{\text{Ag}}/\%$				
$r/\%$				
$w_{\text{Cu}}/\%$				
$r/\%$				
$w_{\text{Fe}}/\%$				
$r/\%$				
$w_{\text{Pb}}/\%$				
$r/\%$				
$w_{\text{Bi}}/\%$				
$r/\%$				
$w_{\text{Sb}}/\%$				
$r/\%$				
$w_{\text{Mg}}/\%$				
$r/\%$				

$\omega_{Ni}/\%$				
$r/\%$				
$\omega_{Mn}/\%$				
$r/\%$				
$\omega_{Pd}/\%$				
$r/\%$				
$\omega_{Cs}/\%$				
$r/\%$				
$\omega_{Pt}/\%$				
$r/\%$				
$\omega_{Rh}/\%$				
$r/\%$				
$\omega_{Ti}/\%$				
$r/\%$				
$\omega_{Zn}/\%$				
$r/\%$				
$\omega_{Ag}/\%$				
$r/\%$				
$\omega_{Sn}/\%$				
$r/\%$				
$\omega_{Si}/\%$				
$r/\%$				
$\omega_{Co}/\%$				
$r/\%$				
$\omega_{Ca}/\%$				
$r/\%$				
$\omega_{K}/\%$				
$r/\%$				

$\omega_{Li}/\%$				
$r/\%$				
$\omega_{Na}/\%$				
$r/\%$				
$\omega_{Te}/\%$				
$r/\%$				
$\omega_{V}/\%$				
$r/\%$				
$\omega_{Zr}/\%$				
$r/\%$				
$\omega_{Ca}/\%$				
$r/\%$				
$\omega_{Mo}/\%$				
$r/\%$				
$\omega_{Re}/\%$				
$r/\%$				
$\omega_{Al}/\%$				
$r/\%$				

10.2 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值不超过再现性限（ R ），超过再现性限（ R ）的情况不超过 5%，再现性限（ R ）按表 4 数据采用线性内插法求得。

表 4 再现性限

$\omega_{Ag}/\%$				
$R/\%$				
$\omega_{Cu}/\%$				
$R/\%$				
$\omega_{Fe}/\%$				

$R/\%$				
$\omega_{Pb}/\%$				
$R/\%$				
$\omega_{Bi}/\%$				
$R/\%$				
$\omega_{Sb}/\%$				
$R/\%$				
$\omega_{Mg}/\%$				
$R/\%$				
$\omega_{Ni}/\%$				
$R/\%$				
$\omega_{Mn}/\%$				
$R/\%$				
$\omega_{Pd}/\%$				
$R/\%$				
$\omega_{Cr}/\%$				
$R/\%$				
$\omega_{Pt}/\%$				
$R/\%$				
$\omega_{Rh}/\%$				
$R/\%$				
$\omega_{Ti}/\%$				
$R/\%$				
$\omega_{Zn}/\%$				
$R/\%$				
$\omega_{Ag}/\%$				
$R/\%$				

$\omega_{\text{Sn}}/\%$				
$R/\%$				
$\omega_{\text{Si}}/\%$				
$R/\%$				
$\omega_{\text{Co}}/\%$				
$R/\%$				
$\omega_{\text{Ca}}/\%$				
$R/\%$				
$\omega_{\text{K}}/\%$				
$R/\%$				
$\omega_{\text{Li}}/\%$				
$R/\%$				
$\omega_{\text{Na}}/\%$				
$R/\%$				
$\omega_{\text{Te}}/\%$				
$R/\%$				
$\omega_{\text{V}}/\%$				
$R/\%$				
$\omega_{\text{Zr}}/\%$				
$R/\%$				
$\omega_{\text{Cd}}/\%$				
$R/\%$				
$\omega_{\text{Mo}}/\%$				
$R/\%$				
$\omega_{\text{Re}}/\%$				
$R/\%$				
$\omega_{\text{Al}}/\%$				

R/%				
-----	--	--	--	--

11 试验报告

试验报告至少应给出以下内容：

- 试样，
- 使用的文件GB/T 11066.12—202X，
- 试验结果及其表示，
- 与基本试验步骤的差异，
- 试验中观察到的异常现象，
- 试验日期。

附录 A

(资料性)

电感耦合等离子体发射光谱仪工作条件参数推荐表

推荐的电感耦合等离子体原子发射光谱仪工作条件参数见表 A.1、A.2。适宜时，可使用其他波长，应注意光学干扰。

表 A.1 电感耦合等离子体原子发射光谱仪工作条件参数推荐表

功率 (W)	雾化室气流 (L/min)	观测高度 (mm)	泵流量 (L/min)	等离子体流量 (L/min)	辅助体流量 (L/min)	时间 (s)	观测 方式
1500	0.70	15	0.70	15	0.2	5	轴向

表 A.2 电感耦合等离子体原子发射光谱仪分析谱线推荐表及干扰元素

元素	波长/nm	干扰元素	元素	波长/nm	干扰元素	元素	波长 /nm	干扰元素
Ag	328.068		Cr	267.716		K	766.490	
Cu	324.752		Pt	265.945	V	Li	670.784	
Fe	259.939		Rh	343.489		Na	589.592	
Pb	220.353		Ti	336.121		Te	214.281	
Bi	190.171		Zn	213.857		V	292.402	
Sb	217.582		As	188.979	Pd	Zr	343.823	
Mg	285.213		Co	228.616		Cd	226.502	
Ni	231.604		Ca	317.933		Mo	202.031	Pt
Mn	259.372		Sn	189.927		Re	197.248	
Pd	340.458	Zr	Si	251.611	Zr	Al	394.401	