

# 中华人民共和国国家标准

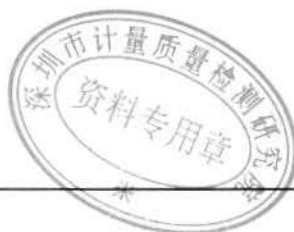
GB/T 15072.11—2008  
代替 GB/T 15072.11—1994

## 贵金属合金化学分析方法 金合金中钆和铍量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法

Test method of precious metal alloys—  
Determination of gadolinium and beryllium contents for gold alloys—  
Inductively coupled plasma atomic emission spectrometry

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



中 华 人 民 共 和 国  
国 家 标 准  
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 15072.11—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](http://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: 155066·1-31536 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

## 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 金合金中铜量的测定 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 银合金中钌量的测定 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;

——GB/T 15072.19—2008 贵金属合金化学分析方法 银合金中钒和镁量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法。

本部分为 GB/T 15072—2008 的第 11 部分。

本部分代替 GB/T 15072.11—1994《贵金属及其合金化学分析方法 金合金中钌量的测定》。

本部分与 GB/T 15072.11—1994 相比,主要有如下变动:

- 名称由《贵金属及其合金化学分析方法 金合金中钌量的测定》变更为《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》;
- 采用电感耦合等离子体原子发射光谱法代替原标准使用的分光光度法;
- 将方法的适用范围由原标准的 AuAgCuGd35-5-0.4、AuAgCuMnGd33.5-3-2.5-0.4 合金扩展到 AuAgCuMnGd、AuAgCuGd、AuNiGd 和 AuBe 系列合金,其中 AuNiGd 和 AuBe 为新增系列;
- 钌的测定范围(质量分数)由 0.3%~0.6%调整为 0.1%~2%;
- 增加了铑量的同时测定,测定范围(质量分数)0.1%~2%;
- 采用重复性和相对允许差替代原标准使用的允许差。

本部分的附录 A 为资料性附录。

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。

本部分由贵研铂业股份有限公司负责起草。

本部分主要起草人:马媛、方卫、李楷中、王应进、罗一江、徐光。

本部分主要验证人:贺与平、单云。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为:

- GB/T 15072.11—1994。



# 贵金属合金化学分析方法

## 金合金中钆和铍量的测定

### 电感耦合等离子体原子发射光谱法

#### 1 范围

本部分规定了金合金中钆和铍量的测定方法。

本部分适用于 AuAgCuMnGd、AuAgCuGd、AuNiGd 和 AuBe 合金中钆和铍量的测定。测定范围(质量分数):0.1%~2%。

#### 2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本部分的引用而成为本部分的条款。凡是注日期的引用文件,其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本部分,然而,鼓励根据本部分达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件,其最新版本适用于本部分。

YS/T 371 贵金属合金化学分析方法总则及一般规定

#### 3 方法提要

试料用盐酸-硝酸混合酸溶解,以盐酸沉淀分离银,亚硫酸还原分离金,电感耦合等离子体原子发射光谱法(以下简称 ICP-AES)测定,计算钆和铍元素的质量分数。

#### 4 试剂和材料

除非另有说明,本部分所用试剂和材料均应符合 YS/T 371 的规定。

4.1 氩气( $w(\text{Ar}) \geq 99.95\%$ )。

4.2 盐酸( $\rho 1.19 \text{ g/mL}$ )。

4.3 硝酸( $\rho 1.42 \text{ g/mL}$ )。

4.4 盐酸-硝酸混合酸(6+1),用时现配。

4.5 盐酸(1+9)。

4.6 亚硫酸(以  $\text{SO}_2$  计,含量不少于 6%)。

4.7 钆标准贮备溶液:称取 0.100 0 g 金属钆( $w(\text{Gd}) \geq 99.99\%$ ),置于 200 mL 烧杯中。加入 10 mL 盐酸(4.5),盖上表面皿,低温加热至溶解完全。冷却至室温,用盐酸(4.5)移入 100 mL 容量瓶中并稀释至刻度。混匀。此溶液 1 mL 含 1 mg 钆。

4.8 铍标准贮备溶液:称取 0.277 6 g 氧化铍( $w(\text{BeO}) \geq 99.95\%$ ),置于 200 mL 烧杯中。加入 10 mL 水,滴加盐酸(4.5),盖上表面皿,低温加热至溶解完全。冷却至室温,用盐酸(4.5)移入 100 mL 容量瓶中并稀释至刻度。混匀。此溶液 1 mL 含 1 mg 铍。

#### 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 1 h 内稳定性(RSD)小于 2.0%。

5.4 光谱仪检出限:空白液中,钆的检出限不大于 0.04 mg/L,铍的检出限不大于 0.02 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 20 mL 混合酸(4.4)。盖上表面皿,低温加热至试料完全溶解(可反复加入酸)并蒸至近干。加入 2 mL 盐酸(4.2),蒸至近干,重复三次。用盐酸(4.5)冲洗表面皿及烧杯壁至体积约 40 mL,加热煮沸沉淀银。冷却至室温,加入 10 mL 亚硫酸(4.6),煮沸约 30 min 至溶液清亮。将清液倾泻于 100 mL 容量瓶中,用盐酸(4.5)冲洗表面皿、沉淀及烧杯壁各 5 次,倾泻液合并入 100 mL 容量瓶中,用盐酸(4.5)稀释至刻度。混匀。

7.3.2 标准级差溶液的制备

分别移取(可用逐步稀释法)钆和铍标准贮备溶液(4.7、4.8)于一组 100 mL 容量瓶中,用盐酸(4.5)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	1#	2#	3#	4#
钆质量浓度	0.50	5.00	10.00	25.00
铍质量浓度	0.50	5.00	10.00	25.00

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
Gd	336.223
Be	265.045

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)计算钆或铍的质量分数  $w(x)$ ，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：

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

$V$ ——试液总体积，单位为毫升( $\text{mL}$ )；

$m_0$ ——试料的质量，单位为克( $\text{g}$ )。

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 %

钆或铍的质量分数	0.10	1.00	2.00
重复性限( $r$ )	0.002	0.02	0.05

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 %

钆或铍的质量分数	相对允许差
0.1~1.00	5
$\geq 1.00 \sim 2.00$	4

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。

S M Q



GB/T 15072.11—2008

版权专有 侵权必究

\*

书号:155066·1-31536

定价: 10.00 元