



中华人民共和国国家标准

GB 8152.9~8152.10—89

铅精矿化学分析方法 火试金法测定金量和银量 火焰原子吸收分光光度法测定银量

Methods for chemical analysis of lead concentrates—
The fire-assaying methods for the determination of
gold and silver content—
Determination of silver content—
Flame atomic absorption spectrophotometric method

1989-03-31发布

1990-03-01实施

国家技术监督局 发布

中华人民共和国国家标准

铅精矿化学分析方法 火焰原子吸收分光光度法测定银量

GB 8152.10—89

Methods for chemical analysis of lead concentrates—
Determination of silver content—
Flame atomic absorption spectrophotometric method

1 主题内容与适用范围

本标准规定了铅精矿中银含量的测定方法。

本标准适用于铅精矿中银含量的测定。测定范围：20~100 g/t。

2 引用标准

GB 1.4 标准化工作导则 化学分析方法标准编写规定

GB 1467 冶金产品化学分析方法标准的总则及一般规定

GB 7728 冶金产品化学分析 火焰原子吸收光谱法通则

3 方法原理

试料用硝酸、溴水以及王水分解，然后在15%盐酸介质中，使用空气-乙炔火焰，于原子吸收分光光度计波长328.1 nm处测量银的吸光度。

4 试剂

4.1 硝酸(ρ 1.42 g/mL)，优级纯。

4.2 硝酸(1+1)。

4.3 盐酸(ρ 1.19 g/mL)，优级纯。

4.4 盐酸(1+1)。

4.5 溴水：将溴(>99.5%)用水饱和。

4.6 混合酸：150 mL 盐酸(4.3)和50 mL 硝酸(4.1)混合均匀。

4.7 高氯酸(ρ 1.67 g/mL)，优级纯。

4.8 银标准贮存溶液：称取0.500 0 g 金属银(99.99%)于100 mL 烧杯中，加入20 mL 硝酸(4.2)，微热溶解完全，煮沸驱除氮的氧化物，取下冷至室温，移入1 000 mL 容量瓶中，加入20 mL 硝酸(4.2)，用不含氯离子水稀释至刻度，混匀。此溶液1 mL 含0.5 mg 银。

4.9 银标准溶液：移取10.00 mL 银标准贮存溶液(4.8)于200 mL 容量瓶中，加入8 mL 硝酸(4.2)，用不含氯离子水稀释至刻度，混匀。此溶液1 mL 含25 μ g 银。

5 试样

5.1 试样粒度小于0.100 mm。

5.2 试样在100~105℃烘1 h,置于干燥器中冷至室温。

6 仪器

原子吸收分光光度计,附银空心阴极灯。

在仪器最佳工作条件下,凡能达到下列指标者均可使用。

灵敏度:在与测量样品溶液的基体相一致的溶液中,银的特征浓度应不大于0.06 μg/mL。

精密度:用最高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浓度标准溶液平均吸光度的0.5%。

工作曲线线性:将工作曲线按浓度等分成5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0.7。

仪器工作条件见附录A(参考件)。

7 分析步骤

7.1 试料

称取1 g 试料,精确至0.000 1 g。

7.2 空白试验

随同试料做空白试验。

7.3 测定

7.3.1 将试料(7.1)置于250 mL 烧杯中,加入20 mL 硝酸(4.1)和3 mL 溴水(4.5),盖上表皿在电热板低温处放置30 min,然后将试料加热并蒸发至近干,冷却。

7.3.2 加入20 mL 混合酸(4.6)盖上表皿,加热溶解并蒸发至近干[如试料含有碳,加4~5 mL 高氯酸(4.7),加热至冒浓烟时,加3~4 mL 硝酸(4.1)继续加热冒浓烟,再加3~4 mL 硝酸(4.1),直至碳完全氧化,并蒸发至近干]。冷却。

7.3.3 用水吹洗表皿及杯壁,加15 mL 盐酸(4.3)、40~50 mL 水,加热煮沸2~3 min,取下冷至室温,溶液连同沉淀一起移入100 mL 容量瓶中,用水洗净烧杯及表皿,洗液并入容量瓶中,再用水稀释至刻度,混匀。澄清或干过滤。

7.3.4 使用空气-乙炔火焰,于原子吸收分光光度计波长328.1 nm 处,与标准溶液系列同时,以水调零测量试液的吸光度,减去试料空白的吸光度,从工作曲线上查出相应的银浓度。

7.4 工作曲线的绘制

7.4.1 移取0,0.80,2.00,2.80,4.00,6.00 mL 银标准溶液(4.9)于一组100 mL 容量瓶中,加入30 mL 盐酸(4.4),用水稀释至刻度,混匀。

7.4.2 在与试料测定相同条件下测量标准溶液的吸光度,减去标准系列中零浓度溶液的吸光度。以银浓度为横坐标,吸光度为纵坐标绘制工作曲线。

8 分析结果的计算

按下式计算银含量:

$$\text{Ag(g/t)} = \frac{c \cdot V \times 10^{-6}}{m \times 10^{-6}} = \frac{c \cdot V}{m}$$

式中: c ——自工作曲线上查得的银浓度,μg/mL;

V ——试液体积,mL;

m ——试料量,g。

9 允许差

实验室之间分析结果的差值应不大于下表所列允许差。

g/t	
银 量	允 许 差
20~50	8
>50~100	12

附 录 A
仪器工作条件
(参考件)

使用 P-E 3030型原子吸收分光光度计测量银的参考工作条件如下表：

波长 nm	灯电流 mA	单色器通带 nm	燃烧器高度 mm	空气流量:乙炔流量
328.1	5	0.7	8	36:16

附加说明：

本标准由中国有色金属工业总公司标准计量研究所提出。
本标准由北京矿冶研究总院技术归口。
本标准由株洲冶炼厂负责起草。
本标准由北京矿冶研究总院起草。
本标准主要起草人李贤伟、周以华。
自本标准实施之日起,原冶金工业部部标准 YB 495—75《铅精矿化学分析方法》作废。