

中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T 248.7—2007
代替 YS/T 248.9—1994

粗铅化学分析方法 银量的测定 火焰原子吸收光谱法

Methods for chemical analysis of crude lead—
Determination of silver content—
Flame atomic absorption spectrometric method

2007-04-13 发布

2007-10-01 实施

中华人民共和国国家发展和改革委员会 发布



前 言

YS/T 248《粗铅化学分析方法》共分为 10 个部分：

YS/T 248.1	粗铅化学分析方法	铅量的测定	Na ₂ EDTA 滴定法
YS/T 248.2	粗铅化学分析方法	锡量的测定	苯基荧光酮分光光度法和碘酸钾滴定法
YS/T 248.3	粗铅化学分析方法	锑量的测定	火焰原子吸收光谱法
YS/T 248.4	粗铅化学分析方法	砷量的测定	砷锑钼蓝分光光度法和萃取-碘滴定法
YS/T 248.5	粗铅化学分析方法	铜量的测定	火焰原子吸收光谱法
YS/T 248.6	粗铅化学分析方法	金量和银量的测定	火试金法
YS/T 248.7	粗铅化学分析方法	银量的测定	火焰原子吸收光谱法
YS/T 248.8	粗铅化学分析方法	锌量的测定	火焰原子吸收光谱法
YS/T 248.9	粗铅化学分析方法	铋量的测定	火焰原子吸收光谱法
YS/T 248.10	粗铅化学分析方法	铁量的测定	火焰原子吸收光谱法

本部分为第 7 部分。

本部分代替 YS/T 248.9—1994《粗铅化学分析方法 原子吸收分光光度法测定银量》。与 YS/T 248.9—1994 相比,本部分主要有如下变动:

——对文本格式进行了修改;

——补充了精密度与质量保证和控制条款。

本部分由全国有色金属标准化技术委员会提出并归口。

本部分由株洲冶炼集团有限责任公司负责起草。

本部分由湖南冶金研究所、大冶有色金属集团有限公司起草。

本部分由大冶有色金属公司冶炼厂、江西铜业公司参加起草。

本部分主要起草人:梁家安、朱丽娟、胡军凯、刘振东。

本部分主要验证人:焦萍、杨红生。

本部分由全国有色金属标准化技术委员会负责解释。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为:

——YB 739—1970、GB/T 5119.9—1985、YS/T 248.9—1994。

粗铅化学分析方法

银量的测定 火焰原子吸收光谱法

1 范围

本部分规定了粗铅中银含量的测定方法。

本部分适用于粗铅中银含量的测定。测定范围:20 g/t~500 g/t。

2 方法原理

试样用硝酸-酒石酸溶解并除炭,在硝酸-酒石酸-硫脲介质中,于原子吸收光谱仪波长 328.0 nm 处,使用空气-乙炔火焰测定银的吸光度。

3 试剂

3.1 市售试剂

3.1.1 酒石酸。

3.1.2 硝酸(ρ 1.42 g/mL)。

3.2 溶液

3.2.1 硝酸(1+1)。

3.2.2 硝酸(1+3)。

3.2.3 酒石酸溶液(100 g/L)。

3.2.4 硫脲溶液(5%)。

3.3 标准溶液

3.3.1 银标准贮存溶液:称取 1.000 0 g 纯银(银的质量分数 \geq 99.99%),置于 200 mL 烧杯中,用 80 mL 硝酸(3.2.1),加热溶解,煮沸驱除氮的氧化物,取下冷却,移入 1 000 mL 棕色容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 1 mg 银。

3.3.2 银标准溶液:移取 25.00 mL 银标准贮存溶液(3.3.1),置于 500 mL 棕色容量瓶中,加入 30 mL 硝酸(3.2.1),用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 50 μ g 银。

4 仪器

原子吸收光谱仪,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。

特征浓度:在与测量试料溶液的基体相一致的溶液中,银的特征浓度应不大于 0.05 μ g/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”浓度标准溶液)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 0.7。

原子吸收光谱仪参考工作条件:波长 328.0 nm;灯电流 1.0 mA;贫燃火焰,在原子化区测定。

5 试样

将试样加工成最大边长不超过 3 mm 的样屑,用 450 μ m 筛过筛,样品分筛上、筛下分别装袋。加工

时应防止过热氧化。

6 分析步骤

6.1 试料

采用四分法按筛上、筛下的比例称取 10.0 g 试样,精确至 0.000 1 g。

6.2 空白试验

随同试料做空白试验。

6.3 测定

6.3.1 将试料(6.1)置于 300 mL 烧杯中,加入 4 g 酒石酸(3.1.1)、60 mL 硝酸(3.2.2)加热溶解,蒸发至约 10 mL,稍冷。加入 20 mL 硝酸(3.1.2),加热至无灰黑悬浮物。加入 90 mL~100 mL 热水,煮沸 10 min,取下,冷却至室温。将溶液移入 250 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。

6.3.2 按表 1 移取溶液,置于 100 mL 容量瓶中,按表 1 补加硝酸(3.2.1),加水至 70 mL~80 mL,加入 2 mL 硫脲(3.2.4),用水稀释至刻度,混匀。

表 1

银的质量分数/(g/t)	分取试液体积/mL	补加硝酸的量/mL
20~100	50.00	4
>100~200	25.00	6
>200~500	10.00	10

6.3.3 使用空气-乙炔火焰,于原子吸收光谱仪波长 328.0 nm 处,以水调零,测量银的吸光度(减去试料空白溶液的吸光度),从工作曲线上查得银的浓度。

6.4 工作曲线的绘制

6.4.1 移取 0 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL、5.00 mL 银标准溶液(3.3.2)分别置于一组 100 mL 容量瓶中,加入 12 mL 硝酸(3.2.2),用水稀释至 70 mL~80 mL,加入 5 mL 酒石酸溶液(3.2.3)、2 mL 硫脲溶液(3.2.4),用水稀释至刻度,混匀。

6.4.2 使用空气-乙炔火焰,于原子吸收光谱仪波长 328.0 nm 处,以水调零,测量系列标准溶液的吸光度(减去系列标准溶液中“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。

7 分析结果的计算

按(1)式计算银的质量分数 w_{Ag} ,数值以(g/t)表示:

$$w_{Ag}(g/t) = \frac{c \cdot V_0 \cdot V_2}{m_0 \cdot V_1} \dots\dots\dots(1)$$

式中:

c ——自工作曲线上查得的银浓度,单位为微克每毫升($\mu\text{g/mL}$);

V_0 ——试液总体积,单位为毫升(mL);

V_1 ——分取试液的体积,单位为毫升(mL);

V_2 ——测定试液的体积,单位为毫升(mL);

m_0 ——试料的质量,单位为克(g)。

所得结果表示至整数。

8 精密度

8.1 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)的情况不超过5%,重复性限(r)按表2数据采用线性内插法求得:

表 2

$w_{Ag}/(g/t)$	22	249	499
$r/(g/t)$	3	15	20

注:重复性(r)为 $2.8 S_r$, S_r 为重复性标准差。

8.2 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3数据采用线性内插法求得:

表 3

$w_{Ag}/(g/t)$	22	249	499
$R/(g/t)$	5	20	30

注:再现性(R)为 $2.8 S_R$, S_R 为再现性标准差。

9 质量保证和控制

应用国家级标准样品或行业级标准样品(当前两者没有时,也可用控制标样替代),每周或每两周校核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。

中华人民共和国有色金属
行业标准
粗铅化学分析方法
银量的测定 火焰原子吸收光谱法
YS/T 248.7—2007

*

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 7 千字
2007年7月第一版 2007年7月第一次印刷

*

书号:155066·2-17948 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



YS/T 248.7—2007