

GB/T 8220.4—1998

## 前 言

本标准是对 GB 8220.4—87《铋化学分析方法 原子吸收分光光度法测定银量》的修订。

本标准遵守：

GB/T 1.4—1988 标准化工作导则 化学分析方法标准编写规定

GB/T 1467—1978 冶金产品化学分析方法标准的总则及一般规定

GB/T 7729—1987 冶金产品化学分析 分光光度法通则

本标准是 GB/T 915—1995《铋》的配套标准。

本标准的编写方法符合 GB/T 1.1—1993《标准化工作导则 第1单元：标准的起草与表述规则 第1部分：标准编写的基本规定》的规定。

本标准从实施之日起，同时代替 GB 8220.4—87。

本标准的附录 A 是提示的附录。

本标准由中国有色金属工业总公司提出。

本标准由中国有色金属工业总公司标准计量研究所归口。

本标准起草单位：株洲冶炼厂、上海冶炼厂。

本标准主要起草人：钟鸣、龚国平。

本标准 1966 年首次发布，1976 年 10 月第 1 次修订，1987 年 9 月第 2 次修订。

## 中华人民共和国国家标准

铋化学分析方法  
火焰原子吸收光谱法测定银量

GB/T 8220.4—1998

代替 GB 8220.4—87

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

## 1 范围

本标准规定了铋中银量的测定方法。

本标准适用于铋中银量的测定。测定范围：0.002%~0.030%。

## 2 方法提要

试料用硝酸溶解。于稀盐酸介质中，使用空气-乙炔火焰于原子吸收光谱仪波长 328.1 nm 处，测量银的吸光度。以标准曲线法计算银的含量。

## 3 试剂

3.1 盐酸( $\rho$ 1.19 g/mL)。

3.2 硝酸(1+1)。

3.3 盐酸(1+1)。

3.4 盐酸(5+95)。

3.5 盐酸(1+99)。

3.6 铋溶液：称取 10.00 g 金属铋( $\geq 99.999\%$ )，置于 250 mL 烧杯中，分次加入 40 mL 硝酸(3.2)，待剧烈反应后，加热至完全溶解，低温蒸发至近干，取下，稍冷。加入 20 mL 盐酸(3.1)，低温蒸发至近干，取下，稍冷。加入 40 mL 盐酸(3.3)，加热使盐类溶解，煮沸，取下，冷却。用盐酸(3.4)移入 100 mL 容量瓶中并稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 0.1 g 铋。

3.7 银标准贮存溶液：称取 0.100 0 g 金属银( $\geq 99.95\%$ )，置于 250 mL 烧杯中，加入 20 mL 硝酸(3.2)，盖上表皿，低温加热至完全溶解，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 0.1 mg 银。

3.8 银标准溶液：移取 20.00 mL 银标准贮存溶液(3.7)于 200 mL 棕色容量瓶中，加入 4 mL 硝酸(3.2)，用水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 10  $\mu$ g 银。

## 4 仪器

原子吸收光谱仪，附银空心阴极灯。

凡能达到下列指标的原子吸收光谱仪均可使用。

灵敏度：在与测量样品溶液基体相一致的溶液中，银的特征浓度应不大于 0.027  $\mu$ 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

国家质量技术监督局 1998-08-19 批准

1999-03-01 实施

GB/T 8220.4—1998

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 0.85。

仪器工作条件见附录 A(提示的附录)。

5 分析步骤

5.1 试料

按表 1 称取试样。

表 1

银量, %	试料, g	分取试液体积, mL	铋溶液加入量, mL
0.002~0.006	5.000	10.00	10.0
>0.006~0.015	3.000	5.00	3.0
>0.015~0.03	2.000	5.00	2.0

5.2 空白试验

随同试料做空白试验。

5.3 测定

5.3.1 将试料(5.1)置于 200 mL 烧杯中,加入 20 mL 硝酸(3.2),盖上表皿,待剧烈反应后,加热至试料完全溶解,低温蒸发至近干,取下,稍冷。加入 10 mL 盐酸(3.1),低温蒸发至近干,取下,稍冷。加入 20 mL 盐酸(3.3),加热使盐类溶解,煮沸,取下,冷却。将溶液移入 50 mL 容量瓶中,用盐酸(3.5)稀释至刻度,混匀。

5.3.2 按表 1 分取部分溶液于 50 mL 容量瓶中,加入 10 mL 盐酸(3.3),用盐酸(3.5)稀释至刻度,混匀。

5.3.3 用空气-乙炔火焰于原子吸收光谱仪波长 328.1 nm 处,以盐酸(3.4)调零,测量试液吸光度。所测吸光度减去随同试料的空白溶液的吸光度,从工作曲线上查出相应的银浓度。

5.4 工作曲线的绘制

5.4.1 移取 0、1.50、3.00、4.50、6.00、7.50 mL 银标准溶液(3.8),分别置于一组 50 mL 容量瓶中,加入 10 mL 盐酸(3.3),按表 1 加入相应的铋溶液(3.6),使之与试液(5.3.2)中铋浓度相同,用盐酸(3.5)稀释至刻度,混匀。

5.4.2 与试料测定相同条件下,测量标准溶液吸光度,减去“零”浓度溶液吸光度。以银浓度为横坐标,吸光度为纵坐标绘制工作曲线。

6 分析结果的计算与表述

按下式计算银的百分含量:

$$Ag(\%) = \frac{c \cdot V_2 \cdot V_0 \times 10^{-6}}{m \cdot V_1} \times 100$$

式中:  $c$ ——自工作曲线上查得的银浓度,  $\mu\text{g/mL}$ ;

$V_0$ ——试液的总体积, mL;

$V_1$ ——分取试液的体积, mL;

$V_2$ ——测定溶液的体积, mL;

$m$ ——试料的质量, g。

分析结果应保留 2 位有效数字。

GB/T 8220.4—1998

7 允许差

实验室之间分析结果的差值应不大于表 2 所列允许差。

表 2

%

银 量	允许差
0.002 0~0.005 0	0.000 6
>0.005~0.010	0.001
>0.010~0.030	0.002

GB/T 8220.4-1998

附录 A  
(提示的附录)  
仪器工作条件

3200 型原子吸收光谱仪的参考工作条件如表 A1:

表 A1

波长, nm	灯电流, mA	单色器通带, nm	燃烧器高度, mm	空气流量, L/min	乙炔流量, L/min
328.1	5	2	6	5	1