



中华人民共和国国家标准

GB/T 11067.1—2006
代替 GB/T 11067.1—1989

银化学分析方法 银量的测定 氯化银沉淀-火焰原子 吸收光谱法

Methods for chemical analysis of silver
—Determination of silver content—Silver chloride precipitation-
flame atomic absorption spectrometric method

2006-09-26 发布

2007-02-01 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

前 言

GB/T 11067《银化学分析方法》分为如下几个部分：

GB/T 11067.1 银化学分析方法 银量的测定 氯化银沉淀-火焰原子吸收光谱法

GB/T 11067.2 银化学分析方法 铜量的测定 火焰原子吸收光谱法

GB/T 11067.3 银化学分析方法 硒和碲量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法

GB/T 11067.4 银化学分析方法 铈量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法

GB/T 11067.5 银化学分析方法 铅和铋量的测定 火焰原子吸收光谱法

GB/T 11067.6 银化学分析方法 铁量的测定 火焰原子吸收光谱法

本标准代替 GB/T 11067.1~11067.7—1984《银化学分析方法》。

本部分为第 1 部分。

本部分代替 GB/T 11067.1—1984《银化学分析方法 氯化银沉淀-火焰原子吸收光谱法测定银量》。与 GB/T 11067.1—1984 相比,主要有如下的变动:

——对文本格式进行了修订,补充了质量保证和控制条款;

——增加了精密度条款。

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。

本部分由大冶有色金属公司负责起草。

本部分由内蒙古乾坤金银精炼股份有限公司起草。

本部分由铜陵有色金属公司、江西铜业公司贵溪冶炼厂参加起草。

本部分主要起草人:马蓉、吕涛、郭树有、宋文代。

本部分主要验证人:汪实富、李琴美、邵从和、杨红生、夏珍珠。

本部分由全国有色金属标准化技术委员会负责解释。

本部分所替代标准的历次发布情况为:

——GB/T 11067.1—1984。

银化学分析方法

银量的测定 氯化银沉淀-火焰原子吸收光谱法

1 范围

本部分规定了银中银含量的测定方法。

本部分适用于银中银含量的测定。测定范围：99.850%~99.980%。

2 方法原理

试料用硝酸溶解，在硝酸介质中，定量加入氯化钠标准溶液，使大部分银生成氯化银沉淀，经振荡澄清后，剩余的银离子，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。

3 试剂

3.1 硝酸(1+1)。

3.2 银标准溶液：称取 1.000 0 g 纯银(≥99.99%)，置于 100 mL 烧杯中，加入 10 mL 硝酸(3.1)，盖上表皿，加热溶解，煮沸驱除氮的氧化物，冷却后，移入 1 000 mL 棕色容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 1 mg 银。

3.3 氯化钠标准溶液：移取 100.0 mL 氯化钠标准溶液(3.4.1)，置于 1 000 mL 容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀。

3.4 氯化钠标准溶液

3.4.1 配制

称取 5.420 g 氯化钠，置于 300 mL 烧杯中，以水溶解后移入 1 000 mL 容量瓶中并稀释至刻度，混匀，静置 4 h。

3.4.2 校正

3.4.2.1 称取 1.000 0 g 纯银，置于三角瓶(4.2)中，加入 10 mL 硝酸(3.1)，加热溶解，冷却后，用加液量管(4.3)加入 100.0 mL 氯化钠标准溶液(3.4.1)，盖上瓶塞，振荡 10 min，静置澄清后，取下瓶塞，加入 0.50 mL 氯化钠标准溶液(3.3)，如试液浑浊，需继续振荡，静置澄清后，再加入 0.50 mL 氯化钠标准溶液(3.3)，直至试液中不再出现浑浊为止。如加入氯化钠标准溶液(3.3)总体积在 1.50 mL~2.00 mL 之间，可不调整氯化钠标准溶液(3.4.1)的浓度，若加入氯化钠标准溶液(3.3)超过 2.00 mL 时，应补加氯化钠量。

补加氯化钠量按式(1)计算：

$$m = \frac{(V-2) \times 5.42V_0}{10^6} \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中：

m ——应补加氯化钠量，单位为克(g)；

V ——滴定消耗氯化钠标准溶液(3.3)的体积，单位为毫升(mL)；

V_0 ——剩余氯化钠标准溶液(3.4.1)的总体积，单位为毫升(mL)。

注：若 $(V-2) < 0$ 时，应将 V 按负数代入式(2) V_2 中计算加水体积。

补加水的体积按式(2)计算:

$$V_1 = \frac{(V_2 + 2) \times V_0}{1\ 000} \dots\dots\dots(2)$$

式中:

V_1 —应补加水的体积,单位为毫升(mL);

V_2 —滴定消耗银标准溶液(3.2)的体积,单位为毫升(mL);

V_0 —剩余氯化钠标准溶液(3.4.1)的总体积,单位为毫升(mL)。

3.4.2.2 经振荡试液澄清后,加入 0.50 mL 氯化钠标准溶液(3.3)后不出现氯化银浑浊时,加入 0.50 mL 银标准溶液(3.2)振荡,试液澄清后,再加入 0.50 mL 银标准溶液(3.2),如出现浑浊继续振荡,澄清,再用银标准溶液(3.2)滴定。直至试液中不再出现浑浊为终点。记录滴定毫升数时要减去最初加入的 0.50 mL 氯化钠标准溶液(3.3)所消耗的 0.50 mL 银标准溶液(3.2)。

4 仪器

4.1 电动振荡机:275 次/min。

4.2 三角瓶:150 mL。

4.3 加液量管:100.0 mL。

4.4 原子吸收光谱仪,附银空心阴极灯。

在仪器最佳工作条件下,凡达到下列指标者均可使用。

——特征浓度:在与测量试液基体相一致的溶液中,银的特征浓度应不大于 0.22 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 。

——精密性: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 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 0.8。

5 分析步骤

5.1 试料

称取 1.000 00 g 试样 3 份,精确到 0.000 01 g。称取 1.000 00 g 银标样 4 份(银含量不小于 99.990%),精确到 0.000 01 g。

5.2 测定

5.2.1 将试料与银标样(5.1)分别置于三角瓶(4.2)中,加入 10 mL 硝酸(3.1),低温加热溶解后取下,冷却。

5.2.2 用加液量管(4.3)加入 100.0 mL 氯化钠标准溶液(3.4.1),盖上瓶塞,放到振荡机(4.1)上,振荡 20 min,取下,轻轻摇动三角瓶,使瓶壁上的氯化银降落于三角瓶底部,静置 10 min。

5.2.3 使用空气-乙炔火焰,于原子吸收光谱仪波长 328.1 nm 处,以水调零,与系列标准溶液平行测量吸光度。从工作曲线上查出相应的银浓度。

注:所测试液吸光度低于工作曲线中第一点的吸光度时,需调整剩余银离子浓度重新测定。

5.3 工作曲线的绘制

5.3.1 移取 0 mL,0.50 mL,1.00 mL,1.50 mL,2.00 mL,2.50 mL 银标准溶液(3.2),分别置于一组 100 mL 容量瓶中,各加入 10 mL 硝酸(3.1),以水稀释至刻度,混匀。

5.3.2 在与测量试液(5.2.3)相同的条件下,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。以银的浓度为横坐标,吸光度为纵坐标绘制工作曲线。

6 分析结果的表述

按式(3)计算银的质量分数 $w(\text{Ag})$ ：

$$w(\text{Ag})(\%) = \frac{m_1 - V \cdot c_1 + V \cdot c_2}{m_c} \times 100 \quad \dots\dots\dots (3)$$

式中：

m_1 ——称取的 4 份银标样的均值含银质量,单位为克(g)；

V ——被测试液的体积,单位为毫升(mL)；

c_1 ——自工作曲线上查得银标样的平均银浓度,单位为克每毫升(g/mL)；

c_2 ——自工作曲线上查得试样的银浓度,单位为克每毫升(g/mL)；

m_c ——试料的质量,单位为克(g)。

7 精密度

7.1 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)情况不超过 5%,重复性限(r)值为 0.014%。

7.2 再现性

在再现性条件下获得的两次独立测试结果的绝对差值不大于再现性限(R),超过再现性限(R)的情况不超过 5%,再现性限(R)值为 0.015%。

注:重复性(r)为 $2.8S_r$, S_r 为重复性标准差。再现性(R)为 $2.8S_R$, S_R 为再现性标准差。

8 质量保证和控制

应用国家级标准样品或行业标准样品(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
国 家 标 准
银化学分析方法
银量的测定 氯化银沉淀-火焰原子
吸收光谱法

GB/T 11067.1—2006

*

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.bzeps.com

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 8 千字
2007年2月第一版 2007年2月第一次印刷

*

书号:155066·1-28823 定价 8.00 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



GB/T 11067.1—2006