



中华人民共和国国家标准

GB/T 1819.16—2017
代替 GB/T 1819.16—2006

锡精矿化学分析方法 第 16 部分：银量的测定 火焰原子吸收光谱法

Methods for chemical analysis of tin concentrats—
Part 16: Determination of silver content—
Flame atomic absorption spectrometry

2017-09-29 发布

2018-04-01 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 1819《锡精矿化学分析方法》分为 21 个部分：

- 第 1 部分：水分的测定 热干燥法；
- 第 2 部分：锡量的测定 碘酸钾滴定法；
- 第 3 部分：铁量的测定 硫酸铈滴定法；
- 第 4 部分：铅量的测定 火焰原子吸收光谱法和 Na_2EDTA 滴定法；
- 第 5 部分：砷量的测定 砷铈钼蓝分光光度法和碘滴定法；
- 第 6 部分：锑量的测定 孔雀绿分光光度法和火焰原子吸收光谱法；
- 第 7 部分：铋量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 8 部分：锌量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 9 部分：三氧化钨量的测定 硫氰酸盐分光光度法；
- 第 10 部分：硫量的测定 高频感应炉燃烧红外吸收法和碘酸钾滴定法；
- 第 11 部分：三氧化二铝量的测定 铬天青 S 分光光度法；
- 第 12 部分：二氧化硅量的测定 硅钼蓝分光光度法和氢氧化钠滴定法；
- 第 13 部分：氧化镁、氧化钙量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 14 部分：铜量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 15 部分：氟量的测定 离子选择电极法；
- 第 16 部分：银量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 17 部分：汞量的测定 原子荧光光谱法；
- 第 18 部分：镍量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 19 部分：钴量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 20 部分：镉量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 21 部分：钙、镁、铜、铅、锌、砷、锑、铋、银量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法。

本部分为 GB/T 1819 的第 16 部分。

本部分按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本部分代替 GB/T 1819.16—2006《锡精矿化学分析方法 银量的测定 火焰原子吸收光谱法》。

本部分与 GB/T 1819.16—2006 相比，主要有如下变动：

- 测定介质由原来的“硫脲-盐酸”修改为“盐酸-硝酸”介质。
- 对精密度部分进行修改；
- 增加试验报告条款。

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(SAC/TC 243)归口。

本部分负责起草单位：云南锡业股份有限公司。

本部分参加起草单位：湖南有色金属研究院、北京矿冶研究总院、广东省工业分析检测中心、中国检验认证集团。

本部分主要起草人：张桂兵、谭勇、杨德利、庞文林、冯振华、王皓莹、麦丽碧、陈晓东、丘兴旺、钟贵远、师云春、许洁瑜、黄葡英。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

- GB/T 1819.16—2006。

锡精矿化学分析方法

第 16 部分：银量的测定

火焰原子吸收光谱法

1 范围

GB/T 1819 的本部分规定了锡精矿中银量的测定方法。

本部分适用于锡精矿中银量的测定。测定范围：0.001 0%~0.100 0%。

2 方法提要

试料用盐酸、硝酸分解，在盐酸-硝酸介质中，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。

3 试剂

除非另有说明，在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和二级水。

3.1 盐酸($\rho=1.19$ g/mL)。

3.2 硝酸($\rho=1.42$ g/mL)。

3.3 混合酸：盐酸+硝酸(3+1)，用时配制。

3.4 硝酸(1+1)。

3.5 氟化铵溶液(500 g/L)。

3.6 银标准贮存溶液：称取 0.500 0 g 金属银($w_{\text{Ag}} \geq 99.99\%$)于 200 mL 烧杯中，加入 20 mL 硝酸(3.4)，盖表面皿，微热至溶解完全，煮沸驱除氮的氧化物，取下，冷却至室温，用水吹表面皿，移入 1 000 mL 棕色容量瓶中，加入 20 mL 硝酸(3.4)，用水稀释至刻度，混匀，此溶液 1 mL 含 500 μg 银。

3.7 银标准溶液：移取 10.00 mL 银标准贮存溶液(3.6)于 250 mL 棕色容量瓶中。加入 10 mL 硝酸(3.4)，用水稀至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 20 μg 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：在与测量溶液的基体相一致的溶液中，银的特征浓度应不大于 0.03 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 。

——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：将标准曲线按浓度等分成 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 0.9。