



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 Na₂ 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