

## 金矿石化学分析方法

### 第2部分：银量的测定

#### 1 范围

本部分规定了金矿石中银量的测定方法。

本部分适用于金矿石中银量的测定。测定范围：2.00 g/t~1 000.0 g/t。

#### 2 方法提要

试料用盐酸、硝酸、氢氟酸和高氯酸分解，在稀盐酸介质中，于原子吸收光谱仪波长 328.1 nm 处，使用空气-乙炔火焰，测量银的吸光度，按标准曲线法计算银量。

#### 3 试剂

3.1 盐酸( $\rho$ 1.19 g/mL)。

3.2 硝酸( $\rho$ 1.42 g/mL)。

3.3 高氯酸( $\rho$ 1.67 g/mL)。

3.4 氢氟酸( $\rho$ 1.13 g/mL)。

3.5 盐酸溶液(3+17)。

3.6 银标准贮存溶液：称取 0.500 0 g 纯银(Ag 的质量分数 $\geq$ 99.99%)，置于 100 mL 烧杯中，加入 20 mL 硝酸(3.2)，加热至完全溶解，煮沸驱除氮的氧化物，取下冷却，用不含氯离子的水移入 1 000 mL 棕色容量瓶中，加入 30 mL 硝酸(3.2)，用不含氯离子的水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 0.500 mg 银。

3.7 银标准溶液：移取 50.00 mL 银标准贮存溶液(3.6)，于 500 mL 棕色容量瓶中，加入 10 mL 硝酸(3.2)，用不含氯离子的水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 50  $\mu$ g 银。

#### 4 仪器

原子吸收光谱仪，附银空心阴极灯。

在仪器最佳条件下，凡能达到下列指标的原子吸收光谱仪均可使用。

灵敏度：在与测量溶液的基体相一致的溶液中，银的特征浓度应不大于 0.034  $\mu$ g/mL。

精密度：用最高浓度的标准溶液测量 11 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”标准溶液)测量 11 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 0.8。

#### 5 试样

5.1 试样粒度不大于 0.074 mm。

5.2 试样应在 100℃~105℃烘 1 h 后，置于干燥器中冷却至室温。

#### 6 分析步骤

##### 6.1 试料

按表 1 称取 0.20 g~1.00 g 试样。精确至 0.000 1 g。

独立地进行两次测定,取其平均值。

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 250 mL 烧杯中,加少量水润湿,加入 10 mL 盐酸(3.1),加热 2 min~3 min,加入 8 mL 硝酸(3.2),加热 3 min~5 min,加入 5 mL 高氯酸(3.3)(试样含硅高时,加入 5 mL 氢氟酸(3.4),用聚四氟乙烯塑料烧杯溶解试料),继续加热至冒浓白烟,蒸至湿盐状,取下冷却。加入少量盐酸(3.1)和水,加热使可溶性盐类溶解,冷却至室温。

6.3.2 按表 1 将试液移入到容量瓶中,用盐酸溶液(3.5)稀释至刻度,混匀。静置澄清。

表 1

银质量分数/(g/t)	试料量/g	容量瓶体积/mL
2.00~50.0	1.000 0	25
>50.0~100	1.000 0	50
>100~500	0.500 0	100
>500~1 000	0.200 0	100

6.3.3 在原子吸收分光光度计波长 328.1 nm 处,使用空气-乙炔火焰,以随同试料的空白调零,测量吸光度,扣除背景吸收,自工作曲线上查出相应的银浓度。

6.4 工作曲线的绘制

移取 0 mL、0.50 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL、5.00 mL 银标准溶液(3.7),分别置于一组 100 mL 容量瓶中,用盐酸溶液(3.5)稀释至刻度,混匀。以试剂空白调零,测量吸光度。以银浓度为横坐标,吸光度为纵坐标,绘制工作曲线。

7 结果计算

按式(1)计算银的质量分数:

$$w(\text{Ag}) = \frac{c \cdot V}{m} \dots\dots\dots (1)$$

式中:

$w(\text{Ag})$ ——银的质量分数,单位为克每吨(g/t);

$c$ ——以试料溶液的吸光度自工作曲线查得的银浓度,单位为微克每毫升( $\mu\text{g/mL}$ );

$V$ ——试料溶液的体积,单位为毫升(mL);

$m$ ——试料的质量,单位为克(g)。

分析结果表示至小数点后第一位。

8 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

单位为克每吨(g/t)

银质量分数	允 许 差
2.0~5.0	1.0
>5.0~10.0	2.0
>10.0~20.0	3.0
>20.0~40.0	4.0

表 2 (续)

单位为克每吨(g/t)

银质量分数	允 许 差
>40.0~60.0	6.0
>60.0~80.0	8.0
>80.0~100.0	10.0
>100.0~200.0	15.0
>200.0~300.0	20.0
>300.0~400.0	30.0
>400.0~500.0	40.0
>500.0~1 000.0	50.0