ICS 73.060
D 40

中华人民共和国国家标准

GB/T 14353.11—2010
代替 GB/T 14353.11—1993

铜矿石、铅矿石和锌矿石化学分析方法 第11部分:银量测定

Methods for chemical analysis of copper ores, lead ores and zinc ores—Part 11: Determination of silver content

2010-11-10 发布　　2011-02-01 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

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
铜矿石、铅矿石和锌矿石化学分析方法
第 11 部分:银量测定
GB/T 14353.11—2010
*
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.spc.net.cn
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
2010 年 12 月第一版 2010 年 12 月第一次印刷
*
书号:155066·1-41017

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

前　言

GB/T 14353《铜矿石、铅矿石和锌矿石化学分析方法》分为18个部分：

——第1部分：铜量测定；

——第2部分：铅量测定；

——第3部分：锌量测定；

——第4部分：镉量测定；

——第5部分：镍量测定；

——第6部分：钴量测定；

——第7部分：砷量测定；

——第8部分：铋量测定；

——第9部分：钼量测定；

——第10部分：钨量测定；

——第11部分：银量测定；

——第12部分：硫量测定；

——第13部分：镓量、铟量和铊量测定；

——第14部分：锗量测定；

——第15部分：硒量测定；

——第16部分：碲量测定；

——第17部分：铊量测定；

——第18部分：铜量、铅量、锌量、钴量和镍量测定。

本部分为GB/T 14353的第11部分。

本部分代替GB/T 14353.11—1993《铜矿石、铅矿石和锌矿石化学分析方法　火焰原子吸收分光光度法测定银量》。

本部分与GB/T 14353.11—1993相比，主要变化如下：

——增加了警示、警告内容；

——修改了试样干燥温度。

本部分附录A为资料性附录。

本部分由中华人民共和国国土资源部提出。

本部分由全国国土资源标准化技术委员会归口。

本部分负责起草单位：国家地质实验测试中心。

本部分起草单位：陕西省地质矿产实验研究所。

本部分主要起草人：王龙山、李小寒。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

——GB/T 14353.11—1993。

铜矿石、铅矿石和锌矿石化学分析方法 第11部分：银量测定

警示：使用本标准的人员应经过相关专业的技术培训，具有一定的工作经验。本标准并未指出所有可能的安全问题，使用者有责任采取适当的安全和健康措施，并保证符合国家有关法规规定的条件。

1 范围

GB/T 14353的本部分规定了铜矿石、铅矿石和锌矿石中银量的测定方法。

本部分适用于铜矿石、铅矿石和锌矿石中银量的测定。

测定范围：10 μg/g～500 μg/g的银。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过GB/T 14353的本部分的引用而成为本部分的条款，凡是注日期的引用文件，其随后所有的修改单（不包括勘误的内容）或修订版均不适用于本部分，然而，鼓励根据本部分达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件，其最新版本适用于本部分。

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 14505 岩石和矿石化学分析方法 总则及一般规定

3 原理

试料经600 ℃灼烧后，先用氢氟酸、高氯酸分解、蒸干。再用王水溶至糊状，氨水浸取。在20%氨水介质中，使用空气-乙炔火焰，于波长324.7 nm处，用原子吸收分光光度计测量吸光度，计算银量。

4 试剂

本部分除非另有说明，在分析中均使用分析纯试剂和符合GB/T 6682的分析实验室用水。

4.1 高氯酸（ρ1.67 g/mL），**警告：易爆品，小心操作！**

4.2 氢氟酸（ρ1.13 g/mL），**警告：氢氟酸有毒，具有强腐蚀性，操作时应戴手套，防止与皮肤接触！**

4.3 盐酸（ρ1.19 g/mL）。

4.4 王水（HCl+HNO_3=3+1），新鲜配制。

4.5 氨水（1+1）。

4.6 氨水（2+8）。

4.7 银标准溶液配制：

a) 银标准储备溶液[ρ(Ag)=200.0 μg/mL]：称取0.157 5 g硝酸银（优级纯）（在105 ℃～110 ℃下干燥2 h），置于200 mL烧杯中，加入氨水（4.6）溶解完全，并用氨水（4.6）移入500 mL棕色容量瓶中，稀释至刻度，摇匀；

b) 银标准溶液[ρ(Ag)=20.0 μg/mL]：移取20.00 mL银标准储备溶液[4.7a)]，置于200 mL容量瓶中，用氨水（4.6）稀释至刻度，摇匀；

c) 银标准工作溶液[ρ(Ag)=5.0 μg/mL]：移取25.00 mL银标准溶液[4.7b)]，置于100 mL容量瓶中，用氨水（4.6）稀至刻度，摇匀。

5 仪器

5.1 原子吸收分光光度计，配银元素空心阴极灯。

5.2 分析天平：三级，感量 0.1 mg。

6 试样

6.1 按照 GB/T 14505 的相关要求，加工试样的粒径应小于 97 μm。

6.2 试样在 60 ℃～80 ℃烘箱中干燥 2 h～4 h，并置于干燥器中冷却至室温备用。

7 分析步骤

7.1 试料

根据试样中银量，按表 1 称取试料量，精确至 0.1 mg。

表 1 试料量

银量/ (μg/g)	试料量/ g
10～200	1.0
＞200～400	0.5
＞400～500	0.2

7.2 空白试验

随同试料进行双份空白试验，所用试剂应取自同一试剂瓶，加入同等的量。

7.3 验证试验

随同试料分析同矿种、含量接近的标准物质。

7.4 试料分解

7.4.1 将试料(7.1)置于 30 mm×60 mm 的瓷舟中，铺展成薄层。放入高温炉内，升温至 600 ℃左右，灼烧 1 h～2 h，取下冷却。转入 100 mL 聚四氟乙烯塑料烧杯中，滴加适量水润湿样品。加入 5 mL～10 mL 氢氟酸(4.2)，1 mL～2 mL 高氯酸(4.1)，将样品摇散，置于中温电热板上，加热分解，直至高氯酸白烟冒尽。取下稍冷，加入 2 mL 王水(4.4)，置于低温电热板上，蒸至糊状(残余约 0.5 mL 酸液)，取下冷却。

7.4.2 用 10 mL 氨水(4.5)分 2 次～3 次浸取酸溶糊状物样品(7.4.1)，转入 25 mL 带塞比色管中，再分次用适量水洗净塑料烧杯，一同转入比色管内，用水稀释至刻度，摇匀，澄清。

注：试液中氨水溶液浓度控制在 10%～20%。

7.5 校准溶液系列配制

移取 0.00 mL、0.50 mL、1.00 mL、2.00 mL 银标准工作溶液[4.7c)]或 0.00 mL、2.50 mL、5.00 mL、10.00 mL 银标准溶液[4.7b)](视试料中银量而定)，分别置于一组 25 mL 带塞比色管内，用氨水(4.6)稀释至刻度，摇匀。

7.6 测定

警告：应按照原子吸收分光光度仪的使用规定点燃或熄灭空气-乙炔火焰，以避免可能引起的爆炸危险。

使用原子吸收分光光度计，按照仪器工作条件，采用塞曼效应或连续光谱灯进行背景校正。分别测量校准系列溶液和试料溶液中银的吸光度值，同时进行空白试验溶液和验证试验溶液的测定(参考附录 A)。

7.7 校准曲线绘制

以银量为横坐标，吸光度为纵坐标，绘制校准曲线，从校准曲线上得到相应的银量。

8 结果计算

银的含量以质量分数 $w(\mathrm{Ag})$ 计，数值用 μg/g 表示，按下式计算：

$$w(\mathrm{Ag})=\frac{(m_1-m_0)}{m} \qquad \cdots\cdots(1)$$

式中：

m_1——从校准曲线上得到的试料溶液中的银量，单位为微克(μg)；

m_0——从校准曲线上得到的空白试验溶液的银量，单位为微克(μg)；

m——试料量，单位为克(g)。

计算结果表示为：X.X、XX.X、XXX。

9 精密度

方法精密度见表 2。

表 2 方法精密度

单位为微克每克

元 素	水平范围 m	重复性限 r	再现性限 R
Ag	10.6～165	$r=0.562\ 8+0.064\ 8m$	$R=0.096\ 7+0.244\ 9m$
注：精密度数据由 4 个实验室对 4 个水平的试样进行试验确定。			

附 录 A
（资料性附录）
仪器工作参考条件及有关说明

A.1 原子吸收分光光度计参考工作条件

原子吸收分光光度计参考工作条件参见表 A.1。

表 A.1 原子吸收分光光度计的参考工作条件

波长/nm	灯电流/mA	单色器通带/nm	燃烧器高度/mm	空气压力/MPa	乙炔压力/MPa
328.1	7.5	2.6	7.5	0.16	0.03

A.2 有关说明

A.2.1 样品经过酸溶、氨水浸提，在银浓度 $w(Ag)=0.4\ \mu g/mL$ 的试液中，下列含量的共存离子未发现明显的干扰：Cu(2 mg/mL)，Pb(6.4 mg/mL)，Zn(20 mg/mL)，Ca(16 mg/mL)，Fe(16 mg/mL)，Cd(0.8 mg/mL)，Ni(0.6 mg/mL)。

GB/T 14353.11-2010

版权专有 侵权必究

*
书号：155066・1-41017