



中华人民共和国国家标准

GB/T 11067.5—2006

代替 GB/T 11067.3—1989,部分代替 GB/T 11067.7—1989

银化学分析方法 铅和铋量的测定 火焰原子吸收光谱法

Methods for chemical analysis of silver
—Determination of lead and bismuth contents
—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—1989《银化学分析方法》。

本部分为第 5 部分。

本部分代替 GB/T 11067.3—1989《银化学分析方法 火焰原子吸收光谱法测定铁、铅和铋量》和 GB/T 11067.7—1989《银化学分析方法 发射光谱法测定铜、铋、铁、铅、金和铈量》中铅和铋量的测定。

本部分与 GB/T 11067.3—1989 和 GB/T 11067.7—1989 中铅、铋量的测定相比，主要有如下变动：

——废止了 GB/T 11067.7—1989 发射光谱法测定铅和铋量；采用火焰原子吸收光谱法测定铅和铋量；

——对 GB/T 11067.3—1988 的方法过程进行了修改，补充了质量保证和控制条款；

——增加了重复性条款。

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。

本部分由江西铜业公司贵溪冶炼厂、内蒙古乾坤金银精炼股份有限公司参加起草。

本部分主要起草人：李玉琴、潘晓玲、刘振东、胡军凯、余学兵。

本部分主要验证人：曾宁、卢秋兰、马蓉、王涛。

本部分所替代标准的历次发布情况为：

——GB/T 11067.3—1989；

——GB/T 11067.7—1989。

银化学分析方法 铅和铋量的测定

火焰原子吸收光谱法

1 范围

本部分规定了银中铅和铋含量的测定方法。

本部分适用于银中铅和铋含量的测定。测定范围：Pb：0.000 5%～0.050%；Bi：0.000 5%～0.008 0%。

2 方法原理

试样用硝酸溶解，在氨性溶液中，以氢氧化镧富集铅和铋的氢氧化物与银分离。在硝酸介质中，使用空气-乙炔火焰，于原子吸收光谱仪上，在波长 223.1 nm 处测量铋的吸光度，在波长 283.3 nm 处测量铅的吸光度。

3 试剂

3.1 氨水(ρ 0.90 g/mL)。

3.2 氨水(2+98)。

3.3 硝酸(1+1)。

3.4 硝酸(1+4)。

3.5 硝酸镧溶液(25 g/L)。

3.6 混合标准溶液：分别称取 0.200 0 g 金属铅($\geq 99.99\%$)和 0.200 0 g 金属铋($\geq 99.99\%$)，置于 250 mL 烧杯中，加入 20 mL 硝酸(3.3)，盖上表皿，加热溶解后，取下，冷却移入 500 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 400 μ g 铅、400 μ g 铋。

4 仪器

原子吸收光谱仪，附铅和铋空心阴极灯。

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：在与测量溶液基体相一致的溶液中，铅和铋的特征浓度分别不大于 0.217 μ g/mL 和 0.191 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 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

按表 1 称取试样，精确到 0.001 g。