

中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T 536.4—2009
代替 YS/T 536.4—2006

铋化学分析方法 银量的测定 火焰原子吸收光谱法 和电热原子吸收光谱法

Methods for chemical analysis of bismuth—Determination of
silver content—Flame atomic absorption spectrophotometric method
and electrothermal atomic absorption spectrometric method

2009-12-04 发布

2010-06-01 实施

前 言

YS/T 536—2009《铋化学分析方法》分为 13 个部分：

- YS/T 536.1 铋化学分析方法 铜量的测定 双乙醛草酰二脒分光光度法；
- YS/T 536.2 铋化学分析方法 铁量的测定 电热原子吸收光谱法；
- YS/T 536.3 铋化学分析方法 铋量的测定 孔雀绿分光光度法；
- YS/T 536.4 铋化学分析方法 银量的测定 火焰原子吸收光谱法和电热原子吸收光谱法；
- YS/T 536.5 铋化学分析方法 锌量的测定 固液萃取分离-火焰原子吸收光谱法；
- YS/T 536.6 铋化学分析方法 铅量的测定 电热原子吸收光谱法；
- YS/T 536.7 铋化学分析方法 砷量的测定 原子荧光光谱法；
- YS/T 536.8 铋化学分析方法 氯量的测定 硫氰酸汞分光光度法；
- YS/T 536.9 铋化学分析方法 碲量的测定 砷共沉淀-示波极谱法；
- YS/T 536.10 铋化学分析方法 锡量的测定 铍共沉淀-分光光度法；
- YS/T 536.11 铋化学分析方法 汞量的测定 原子荧光光谱法；
- YS/T 536.12 铋化学分析方法 镍量的测定 电热原子吸收光谱法；
- YS/T 536.13 铋化学分析方法 镉量的测定 电热原子吸收光谱法。

本部分为第 4 部分。

本部分代替 YS/T 536.4—2006(原 GB/T 8220.4—1998)《铋化学分析方法 火焰原子吸收光谱法测定银量》和 YS/T 536.13—2006(原 GB/T 8220.13—1998)《铋化学分析方法 电热原子吸收光谱法测定银、镉量》(银量的测定部分)。与 YS/T 536.4—2006 和 YS/T 536.13—2006 相比,本部分主要有如下变动：

- 补充了精密度、质量保证和控制条款；
- 对文本格式进行了修改。

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股份有限公司负责起草。

本部分由广州有色金属研究院起草。

本部分方法 1 由白银有色集团公司西北铅锌冶炼厂、水口山有色金属集团有限公司参加起草。

本部分方法 2 由株洲冶炼集团股份有限公司、湖南省矿产测试利用研究所参加起草。

本部分方法 1 主要起草人：戴凤英、刘天平、林海山。

本部分方法 1 主要验证人：牛艳红、代钧、鲁春艳。

本部分方法 2 主要起草人：林海山、戴凤英、刘天平。

本部分方法 2 主要验证人：叶世源、陈峰、朱丽娟、易晓明。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

- YS/T 536.4—2006、YS/T 536.13—2006。

铋化学分析方法 银量的测定

火焰原子吸收光谱法 和电热原子吸收光谱法

方法 1 火焰原子吸收光谱法

1 范围

本部分规定了铋中银量的测定。

本部分适用于铋中银量的测定。测定范围(质量分数): $>0.002\%$ ~ 0.030% 。

2 方法提要

试料用硝酸溶解,在盐酸介质中,以空气-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。以标准曲线法计算银的含量。

3 试剂

3.1 市售试剂

3.1.1 盐酸($\rho 1.19$ g/mL)。

3.1.2 硝酸($\rho 1.42$ g/mL)。

3.2 溶液

3.2.1 硝酸(1+1)。

3.2.2 盐酸(1+1)。

3.2.3 盐酸(5+95)。

3.2.4 盐酸(1+99)。

3.2.5 铋溶液:称取 10.00 g 铋(铋的质量分数 $\geq 99.999\%$),置于 250 mL 烧杯中,分次加入 40 mL 硝酸(3.2.1),待剧烈反应后,加热至完全溶解,低温蒸发至近干,取下,稍冷。加入 20 mL 盐酸(3.1.1),低温蒸发至近干,取下,稍冷。加入 40 mL 盐酸(3.2.2),加热使盐类溶解,煮沸,取下,冷却。用盐酸(3.2.3)移入 100 mL 容量瓶中并稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 0.1 g 铋。

3.3 标准溶液

3.3.1 银标准贮存溶液:称取 0.100 0 g 金属银(银的质量分数 $\geq 99.99\%$),置于 250 mL 烧杯中,加入 20 mL 硝酸(3.2.1),盖上表皿,低温加热至完全溶解,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 0.1 mg 银。

3.3.2 银标准溶液:移取 10.00 mL 银标准贮存溶液(3.3.1)于 100 mL 棕色容量瓶中,加入 4 mL 硝酸(3.2.1),用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 10 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,凡能达到下述指标者均可使用:

——特征浓度:在与测量试料溶液基体相一致的溶液中,银的特征浓度应不大于 0.027 μ g/mL。

——精密度:用最高浓度的标准溶液测定 10 次吸光度,其标准偏差应不超过平均吸光度的 1.0%;