

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 $w(\text{Ag})=0.4 \mu\text{g}/\text{mL}$ 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)。



中华人民共和国国家标准

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

GB/T 14353.11—2010

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

GB/T 14353.11—2010

版权专有 侵权必究

*

书号:155066·1-41017

定价: 14.00 元

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

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 $w(\text{Ag})$ 计,数值用 $\mu\text{g/g}$ 表示,按下式计算:

$$w(\text{Ag}) = \frac{(m_1 - m_0)}{m} \dots\dots\dots(1)$$

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。			

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 定价 14.00 元

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

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 $^{\circ}\text{C}$ ~80 $^{\circ}\text{C}$ 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/ ($\mu\text{g/g}$)	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 \times 60 mm 的瓷舟中,铺展成薄层。放入高温炉内,升温至 600 $^{\circ}\text{C}$ 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计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)。

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:铈量测定;
- 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。