



中华人民共和国国家标准

GB/T 11067.1—2006
代替 GB/T 11067.1—1989

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

Methods for chemical analysis of silver
—Determination of silver content—Silver chloride precipitation-
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—1984《银化学分析方法》。

本部分为第 1 部分。

本部分代替 GB/T 11067.1—1984《银化学分析方法 氯化银沉淀-火焰原子吸收光谱法测定银量》。与 GB/T 11067.1—1984 相比,主要有如下的变动：

——对文本格式进行了修订,补充了质量保证和控制条款；

——增加了精密度条款。

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。

本部分由内蒙古乾坤金银精炼股份有限公司起草。

本部分由铜陵有色金属公司、江西铜业公司贵溪冶炼厂参加起草。

本部分主要起草人：马蓉、吕涛、郭树有、宋文代。

本部分主要验证人：汪实富、李琴美、邵从和、杨红生、夏珍珠。

本部分由全国有色金属标准化技术委员会负责解释。

本部分所替代标准的历次发布情况为：

——GB/T 11067.1—1984。

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

1 范围

本部分规定了银中银含量的测定方法。

本部分适用于银中银含量的测定。测定范围:99.850%~99.980%。

2 方法原理

试料用硝酸溶解,在硝酸介质中,定量加入氯化钠标准溶液,使大部分银生成氯化银沉淀,经振荡澄清后,剩余的银离子,使用空气-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。

3 试剂

3.1 硝酸(1+1)。

3.2 银标准溶液:称取 1.000 0 g 纯银($\geq 99.99\%$),置于 100 mL 烧杯中,加入 10 mL 硝酸(3.1),盖上表皿,加热溶解,煮沸驱除氮的氧化物,冷却后,移入 1 000 mL 棕色容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 1 mg 银。

3.3 氯化钠标准溶液:移取 100.0 mL 氯化钠标准溶液(3.4.1),置于 1 000 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。

3.4 氯化钠标准溶液

3.4.1 配制

称取 5.420 g 氯化钠,置于 300 mL 烧杯中,以水溶解后移入 1 000 mL 容量瓶中并稀释至刻度,混匀,静置 4 h。

3.4.2 校正

3.4.2.1 称取 1.000 0 g 纯银,置于三角瓶(4.2)中,加入 10 mL 硝酸(3.1),加热溶解,冷却后,用加液量管(4.3)加入 100.0 mL 氯化钠标准溶液(3.4.1),盖上瓶塞,振荡 10 min,静置澄清后,取下瓶塞,加入 0.50 mL 氯化钠标准溶液(3.3),如试液浑浊,需继续振荡,静置澄清后,再加入 0.50 mL 氯化钠标准溶液(3.3),直至试液中不再出现浑浊为止。如加入氯化钠标准溶液(3.3)总体积在 1.50 mL~2.00 mL 之间,可不调整氯化钠标准溶液(3.4.1)的浓度,若加入氯化钠标准溶液(3.3)超过 2.00 mL 时,应补加氯化钠量。

补加氯化钠量按式(1)计算:

$$m = \frac{(V-2) \times 5.42V_0}{10^6} \dots\dots\dots(1)$$

式中:

m ——应补加氯化钠量,单位为克(g);

V ——滴定消耗氯化钠标准溶液(3.3)的体积,单位为毫升(mL);

V_0 ——剩余氯化钠标准溶液(3.4.1)的总体积,单位为毫升(mL)。

注:若 $(V-2)<0$ 时,应将 V 按负数代入式(2) V_2 中计算加水体积。