



中华人民共和国国家标准

GB/T 11067.3—2006

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

Methods for chemical analysis of silver
—Determination of selenium and tellurium content
—Inductively coupled plasma atomic emission 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 3 部分。

本部分为首次制定的标准。

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。

本部分中硒元素的测定由江西铜业公司贵溪冶炼厂起草。

本部分中硒元素的测定由大冶有色金属公司、内蒙古乾坤金银精炼股份有限公司参加起草。

本部分中硒元素的测定主要起草人：杨红生、夏珍珠、邱继英、梁亚群、卢秋兰。

本部分中硒元素的主要验证人：何梅、余学兵、马蓉、王涛。

本部分中碲元素的测定由大冶有色金属公司起草。

本部分中碲元素的测定由内蒙古乾坤金银精炼股份有限公司、江西铜业公司贵溪冶炼厂参加起草。

本部分中碲元素的测定主要起草人：何梅、余学兵、彭建军、袁功启、王永彬。

本部分中碲元素的主要验证人：邵海青、夏珍珠、马蓉、吕涛。

本部分由全国有色金属标准化技术委员会负责解释。

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

1 范围

本部分规定了银中硒和碲含量的测定方法。

本部分适用于银中硒和碲含量的测定。测定范围：硒：0.000 2%～0.010%；碲：0.000 2%～0.010%。

2 方法原理

试料经硝酸溶解，用盐酸沉淀分离基体银，在盐酸介质中，于电感耦合等离子体原子发射光谱仪上，分别在波长 196.090 nm、214.281 nm 处测定溶液中硒和碲的强度。

3 试剂

3.1 盐酸(ρ 1.19 g/mL)。

3.2 盐酸(1+1)。

3.3 盐酸(2+98)。

3.4 硝酸(ρ 1.42 g/mL)。

3.5 硝酸(1+1)。

3.6 硒标准贮存溶液：称取 0.100 0 g 硒(\geq 99.99%)，置于 100 mL 烧杯中，加入 10 mL 盐酸(3.1)及 3 滴~4 滴硝酸(3.4)，于水浴上加热，使之溶解完全。取下用水洗表皿及杯壁，冷却。移入 1 000 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 0.1 mg 硒。

3.7 碲标准贮存溶液：称取 0.100 0 g 碲(\geq 99.99%)于 300 mL 烧杯中，加入 10 mL 硝酸(3.4)低温加热溶解，并蒸发至小体积，取下冷却，加 100 mL 盐酸(3.2)加热使盐类溶解，取下冷却，移入 1 000 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 0.1 mg 碲。

3.8 硒、碲标样溶液的配制：分别移取 0 mL、1.00 mL、2.00 mL、5.00 mL、10.00 mL、30.00 mL 硒标准贮存溶液(3.6)和碲标准贮存溶液(3.7)，置于同一组 100 mL 容量瓶中，加入 10 mL 盐酸(3.2)，稀释至刻度，混匀。

4 仪器

4.1 电感耦合等离子体原子发射光谱仪。

4.2 光源：等离子体光源，使用功率不小于 0.75 kW。

5 分析步骤

5.1 试料

按表 1 称取 10.000 g 试样，精确至 0.001 g。