

# 中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T 958—2014

---

## 银化学分析方法 铜、铋、铁、铅、锑、钯、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 copper, bismuth, iron, lead, antimony,  
palladium, selenium and tellurium contents—  
Inductively coupled plasma-atomic emission spectrometry

2014-10-14 发布

2015-04-01 实施

---

中华人民共和国工业和信息化部 发布

## 前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准由全国有色金属标准化技术委员会(SAC/TC 243)归口。

本标准负责起草单位：紫金矿业集团股份有限公司。

本标准参加起草单位：国家有色金属及电子材料分析测试中心、西北有色金属研究院、铜陵有色稀贵金属分公司、中钞长城贵金属有限公司、厦门紫金矿冶技术有限公司、中国有色桂林矿产地质研究院有限公司、上海贺利氏工业技术材料有限公司、江西铜业股份有限公司。

本标准主要起草人：夏珍珠、罗荣根、邱清良、邱盛香、李娜、冀燕、禄妮、刘雷雷、龚昌合、杜培勇、张园、施意华、程翔、郭慧。

# 银化学分析方法

## 铜、铋、铁、铅、锑、钯、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

本标准规定了银中杂质元素的测定方法。

本标准适用于银中杂质元素的测定。测定范围见表 1。

表 1

元素	测定范围 $w/\%$	元素	测定范围 $w/\%$
Cu	0.000 3~0.050 0	Sb	0.000 3~0.005 0
Bi	0.000 3~0.010 0	Pd	0.000 3~0.010 0
Fe	0.000 3~0.005 0	Se	0.000 3~0.010 0
Pb	0.000 3~0.010 0	Te	0.000 3~0.010 0

#### 2 方法提要

试料经硝酸-过氧化氢混合溶液分解,用抗坏血酸溶液还原,还原的银再次用硝酸-过氧化氢混合溶液分解,用盐酸沉淀分离基体银,收集两次滤液,低温浓缩后,在盐酸介质中,使用电感耦合等离子体原子发射光谱仪测定各元素的量。

#### 3 试剂和材料

除非另有说明,在分析中仅使用确认为优级纯的试剂和蒸馏水或去离子水或相当纯度的水。

3.1 盐酸( $\rho=1.19$  g/mL)。

3.2 盐酸(1+1)。

3.3 盐酸(1+9)。

3.4 盐酸(1+19)。

3.5 硝酸( $\rho=1.42$  g/mL)。

3.6 硝酸(1+1)。

3.7 混合酸:以 1 体积硝酸(3.5)、3 体积盐酸(3.1)和 3 体积水混合均匀。

3.8 30%过氧化氢。

3.9 抗坏血酸溶液(0.11 g/mL):准确称取 11.00 g 抗坏血酸,用水溶解,定容至 100 mL 容量瓶,用时配制。

3.10 硝酸-过氧化氢混合溶液:以 1 体积硝酸(3.5)和 1 体积 30%过氧化氢(3.8)混合均匀,用时配制。



3.11 酒石酸溶液(100 g/L)。

3.12 铜标准贮存溶液:称取 1.000 0 g 金属铜(质量分数 $\geq 99.99\%$ ),置于 100 mL 烧杯中,加入 20 mL 硝酸(3.6),于电热板上低温加热至完全溶解,驱赶氮的氧化物。取下,用水冲洗表面皿和烧杯壁,冷却至室温,移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 1 000  $\mu\text{g}$  铜。

3.13 铋标准贮存溶液:称取 0.100 0 g 金属铋(质量分数 $\geq 99.99\%$ )于 100 mL 烧杯中,加入 20 mL 硝酸(3.6),低温加热溶解,驱赶氮的氧化物,冷却至室温,移入 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 1 000  $\mu\text{g}$  铋。

3.14 铁标准贮存溶液:称取 1.429 7 g 三氧化二铁(质量分数 $\geq 99.99\%$ ),置于 250 mL 烧杯中,盖上表面皿,沿杯嘴加入 50 mL 盐酸(3.2),于电热板上低温加热至完全溶解。取下,用水冲洗表面皿和烧杯壁,冷却至室温,移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 1 000  $\mu\text{g}$  铁。

3.15 铅标准贮存溶液:称取 0.100 0 g 金属铅(质量分数 $\geq 99.99\%$ )于 100 mL 烧杯中,加入 20 mL 混合酸(3.7),低温加热溶解,驱赶氮的氧化物,冷却至室温,移入 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 1 000  $\mu\text{g}$  铅。

3.16 锑标准贮存溶液:称取 0.100 0 g 金属锑(质量分数 $\geq 99.99\%$ )于 100 mL 烧杯中,加入 20 mL 混合酸(3.7),低温加热溶解,驱赶氮的氧化物,冷却至室温,移入 100 mL 容量瓶中,用盐酸(3.2)稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 1 000  $\mu\text{g}$  锑。

3.17 钡标准贮存溶液:称取 0.100 0 g 金属钡(质量分数 $\geq 99.99\%$ )于 100 mL 烧杯中,加入 20 mL 混合酸(3.7),低温加热溶解,驱赶氮的氧化物,冷却至室温,移入 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 1 000  $\mu\text{g}$  钡。

3.18 硒标准贮存溶液:称取 0.100 0 g 金属硒(质量分数 $\geq 99.99\%$ )于 100 mL 烧杯中,加入 20 mL 盐酸(3.2),低温加热溶解,冷却至室温,移入 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 1 000  $\mu\text{g}$  硒。

3.19 碲标准贮存溶液:称取 0.100 0 g 金属碲(质量分数 $\geq 99.99\%$ )于 100 mL 烧杯中,加入 20 mL 硝酸(3.6),低温加热溶解,驱赶氮的氧化物,冷却至室温,移入 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 1 000  $\mu\text{g}$  碲。

3.20 铜、铁、铅、钡、硒、碲、铋、锑混合标准溶液:分别准确移取 10.00 mL 铜标准贮存溶液(3.12)、铋标准贮存溶液(3.13)、铁标准贮存溶液(3.14)、铅标准贮存溶液(3.15)、锑标准贮存溶液(3.16)、钡标准贮存溶液(3.17)、硒标准贮存溶液(3.18)、碲标准贮存溶液(3.19)至 200 mL 容量瓶中,补加 10 mL 硝酸(3.5),用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 分别含 50  $\mu\text{g}$  铜、铋、铁、铅、锑、钡、硒和碲。

3.21 氩气( $\phi_{\text{Ar}} \geq 99.99\%$ )。

## 4 仪器

电感耦合等离子体原子发射光谱仪。推荐仪器工作条件和元素谱线参见附录 A。

光源:等离子体光源,使用功率不小于 0.75 kW。

## 5 试样

为避免试样表面污染,试样用 20 mL 盐酸(3.3)微沸 5 min,用水清洗至无氯离子后用酒精或丙酮冲洗两次,在 105  $^{\circ}\text{C}$ ~110  $^{\circ}\text{C}$  烘箱内烘干。

## 6 分析步骤

### 6.1 试料

按表 2 称取试样,精确至 0.000 1 g。



表 2

质量分数 %	试样量 g	抗坏血酸(3.9) mL	盐酸(3.3) mL	酒石酸(3.11) mL	盐酸(3.1) mL	定容体积 mL
0.000 3~0.003 0	2.00	20.0	16.0	0.5	5	50
>0.003 0~0.010	1.00	10.0	8.0	0.5	5	50
>0.010~0.030	1.00	10.0	8.0	1	10	100
>0.030~0.050	0.50	5.0	4.0	1	10	100

## 6.2 测定次数

独立地进行两次测定,取其平均值。

## 6.3 空白试验

随同试料做空白试验。

## 6.4 测定

6.4.1 将试料(6.1)置于 250 mL 烧杯中,加入 5 mL 硝酸-过氧化氢混合溶液(3.10),盖上表面皿,低温加热蒸至湿盐状。取下,用水吹洗表面皿及烧杯壁,控制溶液体积 30 mL 左右,置于低温电热板上,边搅拌边按表 2 缓慢滴加抗坏血酸溶液(3.9),加入 1 mL 酒石酸溶液(3.11),低温静置 10 min,摇晃数次。用慢速定量滤纸倾泻过滤,滤液用 150 mL 烧杯承接。用少量水洗涤烧杯、滤纸各 3 次。将滤液加热至微沸,缓慢滴加硝酸(3.5)至溶液呈亮黄色,置于低温电热板上浓缩至 10 mL 左右。

6.4.2 将滤纸放入原 250 mL 烧杯中,加入 2 mL 酒石酸溶液(3.11),滴加 20 mL 硝酸-过氧化氢混合溶液(3.10),置于低温电热板上,溶解沉淀至无气泡产生,加水至 50 mL,盖上表面皿,加热至微沸,取下表面皿,边搅拌边按表 2 缓慢滴加盐酸(3.3),加热至微沸,置于沸水浴中静置 1 h,用慢速定量滤纸倾泻过滤,用温热的稀盐酸(3.4)洗涤沉淀 6 次,洗涤滤纸 3 次。合并两次滤液。

6.4.3 将滤液置于低温电热板上蒸至 1 mL~2 mL,取下,按表 2 补加酒石酸溶液(3.11)和盐酸(3.1),用少量水吹洗杯壁,低温溶解盐类。取下冷却,按表 2 移入相应的容量瓶中,定容,混匀。

6.4.4 于电感耦合等离子体原子发射光谱仪上,在与工作曲线测定相同条件下,当工作曲线线性  $r \geq 0.999 8$  时,测量试液及随同试料空白中被测元素的谱线强度,扣除空白值,从工作曲线上查出被测元素的质量浓度。

## 6.5 工作曲线的绘制

6.5.1 分别移取 0 mL、1.00 mL、2.00 mL、4.00 mL、12.00 mL、20.00 mL 铜、铁、铅、钡、硒、碲、铋、锑混合标准溶液(3.20)于一组 200 mL 容量瓶中,分别加入 6.0 mL 酒石酸(3.11),用盐酸(3.3)定容,混匀。此工作液各元素的质量浓度分别为 0  $\mu\text{g/mL}$ 、0.25  $\mu\text{g/mL}$ 、0.50  $\mu\text{g/mL}$ 、1.00  $\mu\text{g/mL}$ 、3.00  $\mu\text{g/mL}$ 、5.00  $\mu\text{g/mL}$ 。

6.5.2 在推荐的仪器工作条件下,以“零”浓度溶液调零,测量标准溶液中各元素的谱线强度。以被测元素的质量浓度为横坐标,谱线强度为纵坐标,由仪器自动绘制工作曲线。

## 7 分析结果的计算

按式(1)计算铜、铁、铅、铋、锑、硒、碲和钡的质量分数  $w(X)$ ,数值以%表示:

$$w(X) = \frac{(\rho_x V_x - \rho_0 V_0) \times 10^{-6}}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中：

$X$  ——待测元素；

$\rho_x$  ——试料溶液中被测元素的质量浓度，单位为微克每毫升( $\mu\text{g}/\text{mL}$ )；

$V_x$  ——试料溶液的体积，单位为毫升( $\text{mL}$ )；

$\rho_0$  ——空白溶液中被测元素的质量浓度，单位为微克每毫升( $\mu\text{g}/\text{mL}$ )；

$V_0$  ——空白溶液的体积，单位为毫升( $\text{mL}$ )；

$m$  ——试料质量，单位为克( $\text{g}$ )。

计算结果表示至小数点后四位。

## 8 精密度

### 8.1 重复性

在重复性条件下获得的两次独立测试结果的测定值，在表 3 给出的平均值范围内，这两个测试结果的绝对差值不大于重复性限( $r$ )，大于重复性限( $r$ )的情况不超过 5%，重复性限( $r$ )按表 3 数据采用线性内插法求得。

表 3

$w(\text{Cu})/\%$	0.000 5	0.002 3	0.007 3	0.015 2	0.044 0
$r/\%$	0.000 2	0.000 3	0.000 7	0.001 2	0.002 4
$w(\text{Bi})/\%$	0.000 7	0.001 7	0.005 6	—	—
$r/\%$	0.000 2	0.000 3	0.000 5	—	—
$w(\text{Fe})/\%$	0.001 0	0.001 6	0.002 9	—	—
$r/\%$	0.000 2	0.000 3	0.000 5	—	—
$w(\text{Pb})/\%$	0.000 8	0.005 6	0.019 5	—	—
$r/\%$	0.000 2	0.000 5	0.001 6	—	—
$w(\text{Sb})/\%$	0.000 4	0.001 1	0.003 8	—	—
$r/\%$	0.000 2	0.000 3	0.000 5	—	—
$w(\text{Pd})/\%$	0.000 9	0.002 2	0.009 4	—	—
$r/\%$	0.000 2	0.000 3	0.000 8	—	—
$w(\text{Se})/\%$	0.000 4	0.001 5	0.002 8	0.009 9	—
$r/\%$	0.000 2	0.000 3	0.000 4	0.000 8	—
$w(\text{Te})/\%$	0.000 7	0.003 5	0.008 4	—	—
$r/\%$	0.000 2	0.000 4	0.000 8	—	—

### 8.2 再现性

在再现性条件下获得的两次独立测试结果的测定值，在表 4 给出的平均值范围内，这两个测试结果

的绝对差值不大于再现性限( $R$ ),大于再现性( $R$ )的情况不超过5%,再现性( $R$ )按表4数据采用线性内插法求得。

表 4

$w(\text{Cu})/\%$	0.000 5	0.002 3	0.007 3	0.015 2	0.044 0
$R/\%$	0.000 3	0.000 5	0.001 0	0.001 6	0.003 0
$w(\text{Bi})/\%$	0.000 7	0.001 7	0.005 6	—	—
$R/\%$	0.000 3	0.000 4	0.000 8	—	—
$w(\text{Fe})/\%$	0.001 0	0.001 6	0.002 9	—	—
$R/\%$	0.000 3	0.000 4	0.000 6	—	—
$w(\text{Pb})/\%$	0.000 8	0.005 6	0.019 5	—	—
$R/\%$	0.000 3	0.001 0	0.002 3	—	—
$w(\text{Sb})/\%$	0.000 4	0.001 1	0.003 8	—	—
$R/\%$	0.000 2	0.000 3	0.000 7	—	—
$w(\text{Pd})/\%$	0.000 9	0.002 2	0.009 4	—	—
$R/\%$	0.000 3	0.000 5	0.001 0	—	—
$w(\text{Se})/\%$	0.000 4	0.001 5	0.002 8	0.009 9	—
$R/\%$	0.000 2	0.000 4	0.000 7	0.001 1	—
$w(\text{Te})/\%$	0.000 7	0.003 5	0.008 4	—	—
$R/\%$	0.000 3	0.000 6	0.001 0	—	—

## 9 试验报告

试验报告至少应给出以下几个方面的内容:

- 试样;
- 使用的标准(包括发布和出版年号);
- 分析结果及其表示;
- 与基本分析步骤的差异;
- 测定中观察到的异常现象;
- 试验日期。



附 录 A  
(资料性附录)  
推荐的仪器工作条件

推荐仪器工作参数见表 A.1,元素谱线见表 A.2。

表 A.1

功率 W	雾化室气流量 L/min	观测高度 mm	泵流量 mL/min	等离子体流量 L/min	辅助气体流量 L/min	积分时间 s	观测 方式
1 300	0.80	15	1.50	15	0.2	25	轴向

表 A.2

元素	Cu	Fe	Pb	Bi	Sb	Se	Te	Pd
波长/nm	327.393	238.204	220.353	223.061	206.836	196.026	214.281	340.458



中华人民共和国有色金属  
行业标准  
银化学分析方法  
铜、铋、铁、铅、锑、钨、硒  
和碲量的测定  
电感耦合等离子体原子发射光谱法  
YS/T 958—2014

\*

中国标准出版社出版发行  
北京市朝阳区和平里西街甲2号(100029)  
北京市西城区三里河北街16号(100045)

网址 [www.spc.net.cn](http://www.spc.net.cn)

总编室:(010)68533533 发行中心:(010)51780238

读者服务部:(010)68523946

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷  
各地新华书店经销

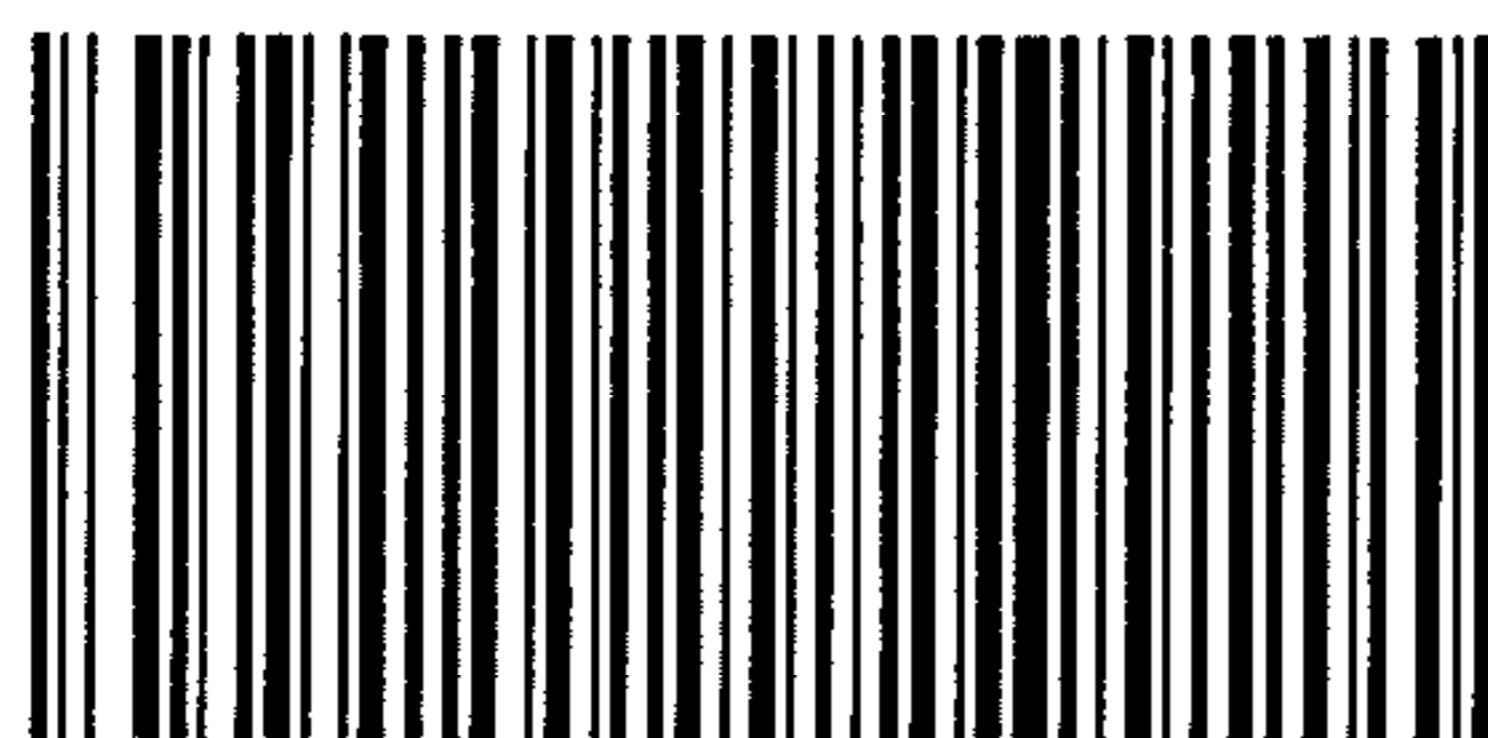
\*

开本 880×1230 1/16 印张 0.75 字数 14 千字  
2015年3月第一版 2015年3月第一次印刷

\*

书号: 155066·2-28332

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)68510107



YS/T 958-2014