



中华人民共和国国家标准

GB/T 18307—2001

粗银化学分析方法

Methods for chemical analysis of crude silver

2001-02-13 发布

2001-08-01 实施

国家质量技术监督局 发布

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
粗 银 化 学 分 析 方 法

GB/T 18307—2001

*

中国标准出版社出版
北京复兴门外三里河北街16号

邮政编码:100045

电话:68523946 68517548

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
新华书店北京发行所发行 各地新华书店经售

*

开本 880×1230 1/16 印张 1/2 字数 8 千字

2001 年 7 月第一版 2001 年 7 月第一次印刷

印数 1—2 000

*

书号: 155066·1-17697 定价 8.00 元

网址 www.bzcbs.com

*

科 目 573—496

版权专有 侵权必究
举报电话:(010)68533533

前 言

统一和规范粗银的化学分析方法,对白银的生产、购销是一件十分重要的事情。多年来,由于没有做这项工作,给白银冶炼事业造成了许多困难。

根据国家技术监督局 1997 年制定国家标准项目计划,在广泛查阅国内外资料、总结历年来粗银生产和验收实践的基础上,通过筛选和实验,确定了分析方法和各项工艺条件。按照科学、先进、实用的要求制定了本标准。

国内外中央银行普遍采用氯化钠滴定法测定和验收银原料,在使用简易方法对样品中的银含量进行预测之后,使用该方法可以对样品中的银进行更加准确的测定。本标准的实施,将促进我国白银生产的健康发展,是金银冶炼事业的一项重要科技进步。

本标准由中国人民银行印制总公司和国家经贸委黄金管理局共同提出。

本标准由全国金融标准化技术委员会印制分技术委员会归口。

本标准起草单位:成都印钞公司、沈阳造币厂、长春黄金研究院、上海造币厂。

本标准主要起草人:王自森、林乐琴、张焕文、鲍珠玲、杨晓东、王德雨、张勃。

1 范围

本标准规定了粗银(矿银、冶炼初级银产品、回收银)中银含量的仲裁分析方法。
本标准适用于粗银和银合金中银含量的测定。测定范围:30%~99.9%。

2 定义

本标准采用下列定义。

2.1 纯银标样

片状的精炼纯银,银含量大于 99.95%,化学成分采用国家标准化学分析方法确定,或采用准确度、精密度与国家标准相近的化学分析方法确定。

2.2 正间滴定和负间滴定

使用稀氯化钠标准溶液滴定样品溶液时,称正间滴定,滴定毫升数用“+”号标明。使用银标准溶液滴定样品溶液时,称负间滴定,滴定毫升数用“-”号标明。

3 银含量的预测定

3.1 方法原理

方法基于在硝酸介质中,银离子(Ag^+)比铁离子(Fe^{3+})对硫氰酸根有更大的亲和力,当银离子完全以硫氰酸盐沉淀后,铁离子才能与硫氰酸根反应生成特有的杏红色硫氰酸铁络合物,即为终点,根据消耗的标准硫氰酸钾毫升数计算银的含量。

3.2 试剂和材料

3.2.1 硝酸: $\rho=1.42\text{ g/mL}$,分析纯。

3.2.2 硝酸:1+1,分析纯。

3.2.3 硫酸铁铵溶液:在饱和的硫酸铁铵(分析纯)溶液中,加入硝酸(3.2.1)至溶液呈清澈的暗黄色为止。

3.2.4 硫氰酸钾标准溶液:称取 10 g 硫氰酸钾(分析纯)溶于水中,稀释至 1 000 mL。

3.2.5 纯银标样:银含量大于 99.95%的片状精炼纯银。

3.3 分析步骤

3.3.1 待测试样

称取试样 500 mg 于 300 mL 三角瓶中(每批试样带两个纯银标样作为标准)。用硝酸(3.2.2)10 mL 溶解,赶尽氮的氧化物,冷却后加水 50 mL。

3.3.2 滴定

加入 1 mL 饱和硫酸铁铵溶液,用硫氰酸钾标准溶液(对于含银量 30%~40%的样品,要将硫氰酸钾标准溶液稀释一倍后滴定)滴定至溶液呈杏红色为终点。

3.3.3 计算

银的百分含量按式(1)计算:

$$\text{Ag}(\%) = \frac{m_1 V_2}{m_2 V_1} \times 100 \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中: m_1 ——标准样品中的银的质量, mg;

m_2 ——样品的质量, mg;

V_1 ——滴定标准银时所消耗的硫氰酸钾标准溶液体积, mL;

V_2 ——滴定试样所消耗的硫氰酸钾标准溶液体积, mL。

注: 可以使用其他简易分析方法进行银含量的预测定, 如火试金法、能谱测定等。

4 银含量的测定

4.1 方法原理

本方法是以取样时使银含量在预定的范围内($1.00 \text{ g} \pm 0.01 \text{ g}$)为基础的。在硝酸介质中, 定量加入标准氯化钠溶液使大部分银生成氯化银沉淀, 经振荡澄清后, 溶液中残留的银离子(或过量的氯离子)用稀标准氯化钠溶液(或银标准溶液)滴定, 至不再形成氯化银浊度为终点。

4.2 器械及试剂

4.2.1 试银瓶: 容量 200 mL, ϕ 60 mm, 圆柱形玻璃瓶, 带橡胶塞。

4.2.2 标准移液管: 100 mL ± 0.2 mL, 上下口为锥形。

4.2.3 标准移液管: 50 mL ± 0.2 mL, 上下口为锥形。

4.2.4 振荡机: 每分钟往复 150~180 次, 起落距离约 10 cm。

4.2.5 硝酸: (1+1), 分析纯。

4.2.6 纯银标样: 银含量大于 99.95% 的片状精炼纯银。

4.2.7 银标准溶液: 称取质量相当于 1.000 0 g 银的纯银标样(4.2.6), 加硝酸(4.2.5)10 mL 溶解, 冷后稀至 1 000 mL, 此溶液银浓度为 1 mg/mL。

4.2.8 稀氯化钠标准溶液: 称取 0.542 0 g 干燥后的氯化钠(分析纯)溶于 1 000 mL 容量瓶中, 并稀至刻度。

4.2.9 饱和氯化钠溶液: 将氯化钠(化学纯)放入煮沸后的水中, 充分搅拌使其溶解至饱和, 冷却至室温后取上清饱和溶液使用。

4.2.10 氯化钠标准溶液(浓): 在 20 L 玻璃下口瓶中加入 18 L 水及 310.5 mL 饱和氯化钠溶液(4.2.9), 混匀, 静置 4 h 后校正。

校正: 准确称取纯银标样(4.2.6)1.001 0 g, 放入试银瓶中, 加入硝酸(4.2.5)10 mL 溶解, 冷却至室温后用标准移液管加入 100 mL 待校正的氯化钠标准溶液(浓), 振荡 3 min, 按分析步骤用稀氯化钠标准溶液(4.2.8)滴定至终点。氯化钠标准溶液(浓)的正确浓度为 100 mL 可沉淀 1 g 银, 若在校正滴定中, 纯银标样的含银量为 99.99%, 则 1.001 0 g 纯银标样中应含银 1.001 g, 如果氯化钠标准溶液(浓)配制正确, 则 100 mL 氯化钠标准溶液(浓)将使 1.00 g 银沉淀, 振荡后溶液中尚残留 1 mg 银, 其滴定终点应为 +1。滴定结果如超过 +1, 则氯化钠溶液浓度不足, 在超过数量不多时, (如滴定为 2, 则超过 1 mL)可不调节, 计算时加以补正即可。若超过 1.5 mL, 则按式(2)补加饱和氯化钠溶液:

$$A = (B - l) \times 0.3105 \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中: A ——应补加饱和氯化钠溶液的毫升数;

B ——滴定所消耗的稀氯化钠标准溶液毫升数;

l ——标准银的正确滴定毫升数(当标准银含量为 99.95% 时, 此数应为 0.5)。校正滴定结果毫升数为 0 或 1/4, 也不必调正, 如果为 -1/2 以上, 则按式(3)补加水:

$$W = (B + l) \times 18 \quad \dots\dots\dots (3)$$

式中: W ——应补加水量毫升数;

B ——滴定所消耗的银标准溶液毫升数；

l ——标准银的正确滴定毫升数(当标准银含量为 99.95% 时,此数应为 0.5)。

校正后应将溶液混匀,静置 4 h 后使用。如果校正数超过 ± 3 mL 者,在校正后应混匀,静置 4 h 后再校正一次。

4.2.11 氟化氢:分析纯。

4.3 分析步骤

4.3.1 根据样品的银含量预测值,计算称取含有 $1.00\text{ g} \pm 0.01\text{ g}$ 银的样品于试银瓶中,加 10 mL ~ 15 mL 硝酸(4.2.5),低温加热溶解、冷却。

4.3.2 用标准移液管加入 100 mL 氯化钠标准溶液(浓)(4.2.10),在振荡机上振荡 3 min,待氯化银沉降瓶底后进行滴定。当氯化银沉降后溶液仍然混浊,说明存在锡离子干扰,应重新取样,加入 300 mg 氟化铵(4.2.11)后溶样测定。

4.3.3 滴定

4.3.3.1 将震荡后之溶液沿瓶壁加入 1 mL 稀氯化钠标准溶液,轻轻摇动液面,若有混浊产生,则为正间滴定,否则为负间滴定。

4.3.3.2 如果是正间滴定,而且氯化银混浊发生很快,浊度较深,加入 1 mL 稀氯化钠标准溶液,如还有氯化银混浊产生,表示未到终点,应继续滴定至不再产生氯化银混浊为终点。若溶液中含银量较多,滴定到不能再看出所产生的氯化银为止(一般不超过 6 mL),记录滴定数,振荡后再进行滴定。当在清澈溶液中加入 1 mL 稀氯化钠标准溶液,在轻轻摇动后,氯化银产生缓慢,说明已达到终点,根据目测混浊度确定终点毫升数为 1/4、1/2、3/4 或 1。记录全部滴定毫升数,不足 1/4 者不记。

4.3.3.3 如果最初加入 1 mL 稀标准氯化钠溶液后,溶液上层无氯化银混浊产生,表明为负间滴定。将溶液混和均匀后,用银标准溶液(4.2.7)按上述方法进行滴定至终点,滴定毫升数为负值,记录的滴定毫升数应扣除最初加入的 1 mL 稀氯化钠标准溶液。

4.3.3.4 每批试样应带两个纯银标样作为标准,对氯化钠标准溶液(浓)(4.2.10)进行校正。标准样品的所需正确滴定毫升数与标准样品实际滴定毫升数之差为对试样滴定数的校正值。

4.3.4 计算

按式(4)计算银的百分含量:

$$\text{Ag}(\%) = \frac{1\,000 + V_3 + V_4}{m} \times 100 \dots\dots\dots (4)$$

式中: 1 000——100 mL 氯化钠标准溶液(浓)沉淀银的质量毫克数;

V_3 ——试样滴定数(正或负毫升数);

V_4 ——校正值(正或负毫升数);

m ——试样质量毫克数。

注

1 在滴定中,若所消耗的标准溶液体积超过 6 mL,应改变试样称取量,重新进行测定。

2 对于银含量低于 50% 的样品,应将含银量配重 500 mg,用 50 mL 移液管加入标准氯化钠溶液(浓)(4.2.10),加水 50 mL,按上面同操作完成滴定,计算时将上式中的 1 000 改为 500。

5 允许差

实验室之间的分析结果的差值应不大于表 1 所列允许差。

表 1 %

银 含 量	允 许 差
30.00~90.00	0.15
>90.00~99.90	0.10



GB/T 18307-2001

版权专有 侵权必究

*

书号:155066·1-17697

定价: 8.00 元

*

科目 573—496