

文章编号:1003-7837(2002)02-0072-03

# 原子吸收分光光度法测定铜阳极泥中的银

林海山,王 津

(广州有色金属研究院分析检测研究中心,广东 广州 510651)

摘 要:先用硝酸和盐酸溶解铜阳极泥,再加浓氨水使其转换成氨性溶液,最后用原子吸收分光光度法测定铜阳极泥中的银。本法测定结果与 YS/T88—1995 火试金法测定结果一致,相对标准偏差为 1.15% ( $n=6$ )。本法可快速、准确地测定铜阳极泥中的银。

关键词:铜;阳极泥;原子吸收分光光度法;银

中图分类号:TG115, O657.31 文献标识码:A

铜阳极泥是回收金、银的重要原料,也是外销的中间产品。准确、快速地测定铜阳极泥中的银具有现实的意义。目前测定铜阳极泥中的银的化学分析方法是采用中国有色金属工业的行业标准 YS/T88—1995<sup>[1]</sup>。标准中的火试金法能耗大,设备昂贵,铅蒸汽污染环境,有害于人体健康,而且对技术条件要求比较高,劳动强度大,流程长,难以在实际中推广应用。因此,我们研究了先用硝酸和盐酸溶解样品,再采用原子吸收分光光度法测定铜阳极泥中的银。

## 1 试验部分

### 1.1 主要试剂与仪器

硝酸(AR),盐酸(AR),氯化铵(AR),氨水(AR)。

0~10.0 mg/L 系列银氨性标准溶液。

PE-3030 原子吸收分光光度计(银空心阴极灯,波长 328.1 nm,灯电流 12 mA,狭缝宽度 0.7 nm,乙炔燃料流量 0.5 L/min,空气流量 4 L/min)。

### 1.2 分析方法

称取 0.2000 g 铜阳极泥样品,研磨至粒度小于 0.075 mm,放入 200 mL 烧杯中,加入 15 mL 硝酸,盖上表皿,置于电炉上加热至试样大部分溶解;冷却后,用水冲洗表皿和杯壁,加入 20 mL 盐酸,加热使试样完全溶解,蒸至体积约为 5 mL 时取下,冷却,用水冲洗表皿和杯壁,并稀释至 50 mL,煮沸,冷却后加入 1 g 氯化铵,用浓氨水中和至出现铜氨络合物颜色并过量 5 mL,煮沸,冷却后移入 100 mL 容量瓶,用体积分数  $\varphi$  为 5% 的氨水洗涤并稀释至刻度,摇匀,取

5 mL 置入 100 mL 容量瓶,用体积分数  $\varphi$  为 5% 的氨水稀释至刻度,静置使溶液澄清或干过滤,取清液与同时配制的系列标准溶液,用 PE-3030 原子吸收分光光度计测定溶液中的银。

## 2 结果与讨论

### 2.1 试样

铜阳极泥的成分主要取决于铜阳极的成分、铸造质量和电解的技术条件。它通常含有 Au, Ag, Se, Te, Pb, Cu, As, Sb, Bi, Ni, Fe, Sn, S, SiO<sub>2</sub> 和铂族金属等。铜阳极泥中的 Ag 主要有以下几种赋存状态:Ag<sub>2</sub>Se, Ag<sub>2</sub>Te, CuAgSe (AgAu)Te<sub>2</sub>, Ag 和 AgCl<sup>[2]</sup>。

### 2.2 溶样条件

分别用硝酸和硝酸+盐酸作为溶剂进行溶样试验。结果见表 1。从表 1 可知,不加盐酸,银的测定结果偏低,加入盐酸可使 Te, As, Sb 都进入溶液<sup>[3]</sup>,使被包裹的银释放出来。银的存在形态也转换成 AgCl [AgCl<sub>2</sub>]<sup>-</sup> [AgCl<sub>3</sub>]<sup>2-</sup> 和 [AgCl<sub>4</sub>]<sup>3-</sup>。试验表明,加入 20 mL 盐酸能使 0.2 g 铜阳极泥完全溶解。

表 1 溶样条件的对照

Table 1 Comparison of the sample-dissolving conditions

溶样条件	测得 Ag 含量 $w/\%$	平均值 $w/\%$
硝酸	4.36 4.28 4.32 4.40 4.20 4.25	4.30
硝酸+盐酸	4.58 4.66 4.64 4.71 4.61 4.57	4.63

### 2.3 溶液介质对测定银的影响

分别在 HNO<sub>3</sub>(1+19), HCl(1+9) 及 NH<sub>3</sub>·H<sub>2</sub>O(1+19) 介质中,试验了各种介质对测定银的影响。试验表明,银在 HNO<sub>3</sub> 中,以 Ag<sup>+</sup> 存在;在 HCl 中以 AgCl<sub>2</sub><sup>-</sup> 形态存在;在 NH<sub>3</sub>·H<sub>2</sub>O 中以 Ag(NH<sub>3</sub>)<sub>2</sub><sup>+</sup> 形态存在。三种形态的原子化效果一致。在不同浓度的 NH<sub>3</sub>·H<sub>2</sub>O 介质中,测定银的含量,结果表明,在  $\varphi=2\% \sim 15\%$  的 NH<sub>3</sub>·H<sub>2</sub>O 中,银的测定结果是稳定的。

### 2.4 干扰试验

当加入氨水时, Pb, Fe, Bi, Ni, Sn, Ca, Mg 等形成氢氧化物沉淀被除去,沉淀物不吸附银。在  $\varphi$  为 5% 的 NH<sub>3</sub>·H<sub>2</sub>O 溶液中,各种形态的银都转换成稳定的银氨络合物。试验表明, Au, Cu, Cl<sup>-</sup>, NO<sub>3</sub><sup>-</sup>, Se, Te, Sb 等不干扰银的测定。

### 2.5 样品分析

样品分析结果见表 2。从表 2 可知,本法相对标准偏差小于 1.15%,精密度较高。

表 2 样品分析结果

Table 2 Analysis results of the samples

铜阳极泥样品	测得 Ag 含量 $w/\%$	平均值 $w/\%$	相对标准偏差/ $\%$
1	4.58 4.66 4.64 4.71 4.61 4.57	4.63	1.14
2	5.47 5.64 5.58 5.60 5.50 5.58	5.56	1.15
3	7.11 7.02 6.99 6.91 7.05 6.94	7.00	1.05

万方数据

## 2.6 方法对照

本法与 YS/T88—1995 火试金法测定银的结果见表 3. 由表 3 可以看出, 本法测定结果与 YS/T88—1995 火试金法测定结果一致.

表 3 本方法与标准方法测定样品结果的比较

Table 3 Comparison between results from the suggested method and YS/T88 - 1995 method

铜阳极泥样品	本方法	$w_{Ag}/\%$
		YS/T88—1995
1	4.63	4.57
2	5.56	5.64
3	7.00	7.02

## 3 结 论

先用硝酸和盐酸溶解铜阳极泥, 再加浓氨水使其转换成氨性溶液, 用原子吸收分光光度法可快速、准确地测定铜阳极泥中的银. 本法测定结果与 YS/T88—1995 火试金法测定结果一致. 相对标准偏差小于 1.15% ( $n = 6$ ).

### 参考文献:

- [1] YS/T88—1995 火试金重量法测定金量和银量[S].
- [2] 中国有色金属工业总公司鑫达金银开发中心. 金银技术监督手册[Z]. 北京: 冶金工业出版社, 1997. 41—54.
- [3] 卢宜源, 宾万达. 贵金属冶金学[M]. 湖南: 中南工业大学出版社, 1994. 218—221.

## Determination of silver in copper anode mud by atomic absorption spectrophotometry

LIN Hai-shan, WANG Jin

(Analytical & Testing Research Center, Guangzhou Research Institute of Non-ferrous Metals,  
Guangzhou 510651, China)

**Abstract:** Copper anode mud was first dissolved with nitric acid and hydrochloric acid, then concentrated ammonia water was added into the resultant to convert it into ammoniac solution in which silver from the copper anode mud was determined by atomic absorption spectrophotometry. The results from this method were in conformity with those from YS/T88 - 1995 method, with the relative standard deviation being 1.15% after 6 parallel determinations. The method is suitable for rapid and accurate determination of silver in copper anode mud.

**Key words:** copper; anode mud; atomic absorption spectrophotometry; silver