

引文格式:吴卓葵,张胜. 湿法消解-火焰原子吸收光谱法测定铋精矿中银含量[J]. 中国有色冶金, 2024, 53(5): 54-59.

WU Zhuokui, ZHANG Sheng. Determination of silver in bismuth concentrate by wet digestion and flame atomic absorption spectrometric method[J]. China Nonferrous Metallurgy, 2024, 53(5): 54-59.

湿法消解-火焰原子吸收光谱法测定铋精矿中银含量

吴卓葵, 张 胜

(广东省科学院工业分析检测中心, 广东 广州 510650)

[摘 要] 由于铋精矿中含有大量的硫元素和硅元素,测定铋精矿中银的含量时,王水无法将其完全消解,导致样品溶解不完全,使得测量结果偏低。本研究采取在样品前处理加入高氯酸与氟化氢铵的方法来消解硫元素和硅酸盐化合物,然后采用火焰原子吸收光谱仪(AAS)测定铋精矿中银的含量,有效解决了铋精矿中较高的硫含量和硅含量对样品溶解及测定过程中的影响。试验过程中,采用2.0 mL高氯酸、0.2 g氟化氢铵、王水体系溶解铋精矿,在体积比20% HCl介质条件下,利用火焰原子吸收光谱仪测得铋精矿样品中的银含量,结果表明,本试验方法检出限为0.0066 $\mu\text{g}/\text{mL}$,低于测定下限0.022 $\mu\text{g}/\text{mL}$,表明本试验方法可行,能够满足铋精矿中银含量的测定要求;利用该方法测定样品中银含量,相对标准偏差(RSD, $n=7$)为0.20%~1.95%,加标回收率为97.7%~105.0%;综合元素干扰测定过程中没有产生明显的基体效应干扰。该方法适用于铋精矿中50.0~10000.0 g/t银的测定,为企业和检测机构开展铋精矿中银含量的测定提供了一种更为简便、实用性更强的分析检测方法。

[关键词] 高硫高硅铋精矿; 银含量测定; 火焰原子吸收光谱法; 氟化氢铵; 高氯酸; 消解完全

[中图分类号] TF03; TF817 [文献标志码] A [文章编号] 1672-6103(2024)05-0054-06

DOI:10.19612/j.cnki.cn11-5066/tf.2024.05.008

铋精矿是重要的有色金属基础原料,主要用于生产铋及其合金。铋具有很高的化学活性和导电性能,广泛应用于电子、化工、冶金等领域。例如,在电子行业中,铋的特殊磁性和半导体特性使其成为超导电子材料制备的关键原料;在玻璃制造中,添加金属铋能够改变其光学性质,提升其折射和透光性能。我国铋的储量居世界第一位,约占世界的75%,是世界最大的铋生产国。铋几乎没有单独的铋矿床产出,铋的矿物大都与钨、钼、铅、锡、铜等金属矿物共生,在其他金属选冶过程中可分离出铋精矿。

铋精矿中含有多种贵金属以及其他一些有价金属,选择合适的分析检测方法准确测定铋精矿中银含量,对于市场交易和生产企业冶炼提纯工艺至关重要。对于金属矿物中银含量的测定主要有火试金重量法^[1-3]、电位滴定法^[4-5]、火焰原子吸收光谱法(AAS)^[6-8]、电感耦合等离子体原子发射光谱法(ICP-AES)^[9]以及电感耦合等离子体质谱法(ICP-MS)^[10]等方法。由于铋精矿含有较高含量的基体铋,在火试金熔炼过程中容易造成银的损失;电位滴定法在测定低含量银时可能因为电极的响应不够灵敏而无法准确检测到微小的电位变化;铋精矿成分复杂,采用电感耦合等离子体原子发射光谱法需要消除大量的光谱干扰;电感耦合等离子体质谱法更多应用于高纯材料痕量杂质元素的分析检测;火焰原子吸收光谱法是测定金属矿物及精矿中银含量的主要方法,在贵金属分析检测领域具有较为广泛的应用。

铋精矿中含有大量的硫元素和硅元素,王水不能将此部分的硫消解完全,未被消解的硫易使铋精

[收稿日期] 2024-03-12

[第一作者] 吴卓葵(1989—)男,硕士研究生,工程师,主要从事稀贵金属材料分析检测研究工作。

[通信作者] 张胜(1990—),男,硕士研究生,工程师,主要从事稀贵金属材料分析检测研究工作。

[基金项目] 广东省科技专项资金(“大专项+任务清单”)新型电子废弃物中贵金属短流程提取技术研究及应用示范项目(1421969001)。

矿样品溶解不完全;硅酸盐与银可能形成难溶的化合物,王水也无法将这部分难溶化合物消解完全。针对这种情况,本研究进行了大量条件试验,最终决定在样品前处理时加入一定量高氯酸与氟化氢铵来消解硫元素和硅酸盐化合物,然后采用火焰原子吸收光谱仪(AAS)测定铋精矿中银的含量,该方法可有效解决铋精矿中较高的硫含量和硅含量对样品溶解及测定过程中的影响。试验结果表明,本方法的建立能够满足企业生产过程中对铋精矿中银的质量控制要求以及检测机构的日常分析检测要求。

1 试验部分

1.1 主要仪器和试剂

除非另有说明,本试验所用试剂均采用分析纯试剂,试验用水为二级水。

1) 主要仪器。火焰原子吸收光谱仪(PerkinElmer PinAAcle 900F);附银阴极空心灯。主要相关工作参数见表1。

2) 试剂。氟化氢铵、HCl($\rho = 1.19 \text{ g/mL}$)、 HNO_3 ($\rho = 1.42 \text{ g/mL}$)、高氯酸($\rho = 1.67 \text{ g/mL}$)。

3) 银标准贮存溶液。准确称取0.1000 g的纯银(银质量分数 $\geq 99.99\%$)置于100 mL烧杯中,加入5 mL硝酸溶液(1+1),微热溶解后,加热除去氮的氧化物,冷却,移入100 mL棕色容量瓶中,以水定容,混匀。此溶液1 mL含银1 mg。

4) 银标准溶液。移取10.00 mL银标准贮存溶液,置于100 mL容量瓶中,加入2 mL硝酸溶液,以水定容至刻度线,混匀。此溶液1 mL含银100 μg 。

表1 AAS主要工作参数

Table 1 Main operation parameters of AAS

分析参数	设定值	分析参数	设定值
助燃气流量	10.00 L/min	所需电流	10 A
乙炔流量	2.50 L/min	波长	328.07 nm
灯类型	C-HCL	狭缝	0.7 nm

1.2 样品前处理

先将铋精矿样品粉碎磨匀,粒度控制在不大于0.100 mm为宜。置于100~105 $^{\circ}\text{C}$ 电热鼓风干燥箱中烘干1 h,然后移入干燥器中冷却至室温备用。试验时,按设计量称取样品(精确到0.0001 g),置于200 mL烧杯中,加入少量水润湿,加入10 mL硝酸,

0.2 g 氟化氢铵,盖上表面皿。加热溶解5 min,加入2 mL高氯酸,继续加热至冒烟,低温蒸至湿盐状,取下冷却。加入5 mL硝酸,20 mL盐酸,加热使盐类溶解,取下冷却至室温,用水冲洗表面皿,移入100 mL容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。按试验设计分取试液体积于100 mL容量瓶中,补加相应体积的盐酸,用水稀释至刻度,混匀。随同做空白试验。

1.3 标准工作溶液曲线绘制

移取0 mL、0.50 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL、5.00 mL银标准溶液,分别置于一组100 mL容量瓶中,加入20 mL盐酸,用水稀释至刻度,混匀。在与测量试液相同条件下,选择曲线方程计算方法为“非线性过原点”或“二次曲线”,以水调零,测量系列标准溶液的吸光度,以银的质量浓度为横坐标,吸光度为纵坐标,绘制标准工作曲线,如图1所示。该曲线的线性回归方程为 $y = -0.0066x^2 + 0.1788x - 0.0024$,线性相关系数为0.9999。

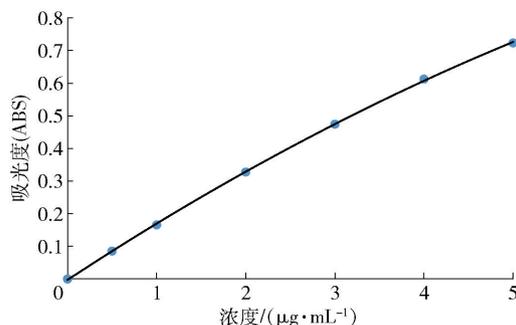


图1 Ag标准工作溶液曲线

Fig. 1 Ag standard working solution curve

2 结果与分析

2.1 称样量的选择

本试验所选取的铋精矿样品共有5个不同梯度的含银量,覆盖50.0~10000.0 g/t范围。由于不同样品之间的含银量差别较大,不宜采用相同的称样量进行试验。试验过程中,如果样品称样量较少,容易导致称样代表性差,在样品均匀性较差的情况下易造成银的测定结果偏差较大;而对于银含量较高的铋精矿样品,从试液中的基体浓度和稀释倍数等因素方面考虑,可能会造成更为严重的基体抑制效应和测定误差。因此,根据不同铋精矿的含银量样品,按表2选择相对应的称样量,可以使整个分析检测流程得到最优化。

表2 样品称样量、分取试液体积及补加盐酸体积

Table 2 The sample was weighed, the test liquid volume was divided and the hydrochloric acid volume was added

银含量/(g·t ⁻¹)	称样量/ g	分取试液 体积/mL	补加盐酸 体积/mL
50.0 ~ 1 000.0	0.500 0	—	—
> 1 000.0 ~ 2 500.0	0.200 0	—	—
> 2 500.0 ~ 10 000.0	0.200 0	20.00	16.00

2.2 高氯酸溶解样品的考察

铋精矿通常由氧化矿和硫化矿组成,因此存在大量的硫元素,王水无法将这部分的硫消解完全。未被消解的硫化物容易在烧杯底部形成一层黑渣,出现铋精矿样品溶解不完全的现象。根据经验,通过加入高氯酸加热进行冒烟,能够有效消解硫元素。本试验采取加入高氯酸处理铋精矿样品的方式进行对照试验,选择 BJK-1[#]和 BJK-4[#]样品考察高氯酸的加入对于铋精矿中低含量银和高含量银测定的影响,结果见表3。

表3 高氯酸对测定结果的影响

Table 3 Influence of perchloric acid on the results of determination

样品编号	BJK-1 [#]		BJK-4 [#]	
高氯酸用量/mL	0	2.0	0	2.0
Ag 含量/(g·t ⁻¹)	48.1	49.8	7 326.1	7 365.7

结果表明,高氯酸的强氧化性使样品中的硫产生燃烧,发生剧烈的氧化还原反应,硫被高氯酸氧化生成硫酸,能够将高含量的硫化物消解完全,避免了黑渣的残留对样品溶解产生影响,得到澄清透亮的溶液。高氯酸的加入能够有效去除样品中的硫,使样品溶解更完全,对最终银的测定结果没有较大明显影响,因此本试验选择加入 2.0 mL 高氯酸辅助溶解铋精矿样品。

2.3 氟化氢铵溶解样品的考察

铋精矿中含有一定量的硅元素,根据不同的生产工艺流程,不同品级的铋精矿中 SiO₂ 含量介于 2% ~ 10% 之间。硅酸盐与银可形成难溶化合物,在有高氯酸参与溶解的情况下,当溶液蒸至近干时,部分银可能被硅酸包裹,且易析出胶态硅酸,王水无法将这部分难溶化合物消解完全。本试验选择加入一

定量的氟化氢铵,选择 BJK-1[#]和 BJK-2[#]样品考察其对试验所产生的影响,结果如表4所示。

表4 氟化氢铵对测定结果的影响

Table 4 Influence of ammonium hydrogen fluoride on the results of determination

样品编号及 氟化氢铵用量	BJK-1 [#]		BJK-2 [#]	
	0 g	0.2 g	0 g	0.2 g
Ag 含量/(g·t ⁻¹)	47.5	50.3	473.0	474.9

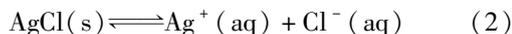
结果表明,在不加入氟化氢铵和加入 0.2 g 氟化氢铵的情况下,银含量较低的 BJK-1[#]样品所测得的结果有略微差异,而 BJK-2[#]样品则无明显影响。因此,在测定微量银的时候,选择加入 0.2 g 氟化氢铵溶解样品,可以消除难溶化合物硅酸盐对测定结果的影响;在硅含量较高的情况下,易造成溶液混浊不清亮,此时加入氟化氢铵参与溶解样品亦使得溶液能够变得澄清,有助于更好判断样品是否溶解完全。

2.4 盐酸介质浓度的选择

为了获得稳定的银络离子溶液,避免形成难溶的 AgCl 沉淀,溶液需保持一定的盐酸浓度。AgCl 在具有相同阴离子配位剂的作用下能生成配离子而发生配位溶解,此时银主要以 [AgCl₂]⁻ 型络离子存在于溶液中,发生式(1)所示反应。



同时依据难溶电解质多相离子平衡移动原理,难溶 AgCl 沉淀溶解时,发生沉淀溶解反应,如式(2)所示。



当反应商(难溶电解质的离子积) J 小于 AgCl 的溶度积常数 K_{sp}^{\ominus} 时,溶液为不饱和溶液,无 AgCl 沉淀析出,若原来系统中有沉淀,平衡向右移动,沉淀溶解。以银含量最高的 BJK-5[#]样品为例,理论上当溶液中盐酸体积比为 5% 左右时即可满足银以 [AgCl₂]⁻ 型络离子的方式存在而不形成沉淀。但由于铋精矿成分较为复杂,多种其他元素离子也会消耗一部分 Cl⁻。本试验以 BJK-5[#]样品作为试验对象,将样品消解定容后的溶液存放 24 h 后稀释测定,探究不同盐酸介质浓度对铋精矿中银离子浓度测定的影响,结果见表5。

表5 结果表明,当铋精矿中银含量较高时,较高

表5 不同盐酸介质浓度对测定结果的影响

Table 5 Influence of different concentration of hydrochloric acid on the determination results

盐酸体积比	10%	15%	20%
Ag 含量/(g·t ⁻¹)	5 352.1	10 414.2	10 335.8

浓度的银离子在盐酸介质溶液中稳定性较差,即使盐酸体积比达到10%,银离子浓度仍然会随着时间的推移而逐渐降低,银含量的测定结果偏低较多;当体积比提高到15%、20%时,银含量的测定结果基本一致。由此可知,保持待测溶液盐酸体积比较高水平更有利于溶液中银离子稳定,同时能够有效避免基体铋发生水解,影响待测元素银的测定。故本试验在样品消解完全后,选择体积比20%的盐酸介质作为溶液定容酸度。

2.5 综合干扰元素试验分析

铋精矿中除了主要元素铋之外,还可能含有铅、

铜、铁、钨、钼、铝、硫、硅、砷(Pb、Cu、Fe、W、Mo、Al、S、Si、As)等伴生元素。这些元素的含量和比例可能因矿源和开采加工方式的不同而有所差异。本试验选取的铋精矿样品中铋最大含量为60%,铅最大含量为35%,铜最大含量为25%,铁最大含量为15%,硅最大含量为10%。按照试验方法的最大称样量,分别配制含Bi、Pb、Cu、Fe、W、Mo、Al、S、Si、As的基体溶液,使得测溶液中Bi元素的浓度为3 000 μg/mL, Pb、Cu、Fe、W、Mo、Al、S、Si、As元素的浓度均为2 000 μg/mL,分别加入银标准溶液,使银的浓度为0.10 μg/mL,在选定的试验条件下进行测定,考察引入各单基体元素及共存基体元素时对待测元素银在所选波长处的干扰情况,结果见表6。由表6结果可看出,在此基体浓度范围内,引入Bi、Pb、Cu、Fe、W、Mo、Al、S、Si、As单基体元素对待测元素银的测定未产生明显的基体效应,以上基体元素共存时对待测银含量的测定并无影响。

表6 铋、铅、铜、铁、钨、钼、铝、硫、硅、砷基体对待测元素银的干扰影响

Table 6 Interference effect of bismuth, lead, copper, iron, tungsten, molybdenum, aluminum, sulfur, silicon and arsenic matrix on the measured element Silver

干扰元素	测得银浓度/(μg·mL ⁻¹)	干扰元素	测得银浓度/(μg·mL ⁻¹)	共存干扰元素	测得银浓度/(μg·mL ⁻¹)
Bi	0.103	Mo	0.101	Bi、Pb、Cu、Fe、W、Mo、Al、S、Si、As	0.108
Pb	0.106	Al	0.102		
Cu	0.106	S	0.108		
Fe	0.104	Si	0.100		
W	0.101	As	0.103		

2.6 方法检出限和测定下限

在选定的仪器条件下,按照试验方法,对随同试样空白溶液连续进行11次测定,以待测元素浓度标准偏差的3倍作为待测元素的检出限,以待测元素

浓度标准偏差的10倍作为待测元素的测定下限,结果见表7。可知试验方法检出限为0.006 6 μg/mL,低于测定下限0.022 μg/mL,表明本试验方法可行,能够满足铋精矿中银含量的测定要求。

表7 方法检出限和测定下限

Table 7 Methods detection limit and determination limit

测定元素	空白测定值/(μg·mL ⁻¹)	标准偏差	检出限/(μg·mL ⁻¹)	测定下限/(μg·mL ⁻¹)
Ag	0.005;0.008;0.003;0.008;0.005;0.006;0.007; 0.006;0.002;0.008;0.009	0.002 2	0.006 6	0.022

2.7 方法精密度试验

按照试验方法,对BJK-1[#]~BJK-5[#]共5个铋精矿样品开展方法精密度试验,分别平行测定7次进行分析验证,所得到的数据结果见表8。

由表8可以看出,以湿法消解进行铋精矿样品

前处理,采用火焰原子吸收光谱法测定铋精矿中银的含量,可以获得较高的稳定性和准确性,平行性良好。方法精密度RSD在0.20%~1.95%之间,表明该方法可靠性强、测定结果准确度高。

表 8 方法精密度试验结果($n=7$)
Table 8 Precisions of the method($n=7$)

试样	测定结果/($\text{g}\cdot\text{t}^{-1}$)	平均值/ ($\text{g}\cdot\text{t}^{-1}$)	RSD/ %
BJK-1 [#]	48.2、50.9、50.3、49.5、50.0、48.6、50.2	49.7	1.95
BJK-2 [#]	475.5、476.8、478.2、473.6、470.7、479.7、481.4	476.6	0.77
BJK-3 [#]	2 056.6、2 083.8、2 066.3、2 059.6、2 063.3、2 076.5、2 053.0	2 065.6	0.53
BJK-4 [#]	7 350.0、7 339.7、7 382.0、7 342.9、7 370.8、7 338.4、7 356.4	7 354.3	0.23
BJK-5 [#]	10 336.7、10 315.2、10 292.6、10 340.4、10 323.5、10 356.8、10 322.3	10 326.4	0.20

2.8 加标回收率试验

本试验通过计算加标回收率来验证方法的准确度。5个铋精矿样品各称取2份,按1.2步骤将样品进行湿法消解处理,按表9所示分别加入一定量的纯银,同时上机测定每个试样溶液中银的浓度,根据测定结果计算加标回收率。

表 9 加标回收率试验结果

Table 9 Test result of addition standard recovery

样品	本底值/ μg	加标量/ μg	测定总值/ μg	回收率/ %
BJK-1 [#]	25.3	20	46.3	105.0
BJK-2 [#]	235.5	200	430.9	97.7
BJK-3 [#]	411.3	400	823.7	103.1
BJK-4 [#]	1 475.1	1 500	2 979.6	100.3
BJK-5 [#]	2 058.8	2 000	4 050.8	99.6

由表9可知,试验选取的5个铋精矿样品的加标回收率在97.7%~105.0%范围内,表明所建立的分析方法准确、可靠,可满足铋精矿中银的分析检测要求。

3 结论

针对铋精矿中含有大量的硫元素和硅元素,王水无法完全消解的问题,本研究采取在样品前处理加入2.0 mL高氯酸与0.2 g氟化氢铵的方法来消解硫元素和硅酸盐化合物,然后采用火焰原子吸收光谱仪(AAS)测定铋精矿中银的含量,有效解决了铋精矿中较高的硫含量和硅含量对样品溶解及测定过程中的影响,具有较高的适用性、先进性和可操作性等特点,能够很好满足企业和检测机构对铋精矿中银含量的日常分析检测要求。

1)保持待测溶液盐酸体积比较高水平更有利

于溶液中银离子的稳定,同时有效避免基体铋发生水解。本试验选择体积比20%的盐酸介质作为溶液定容酸度。

2)本试验方法检出限为0.0066 $\mu\text{g}/\text{mL}$,低于测定下限0.022 $\mu\text{g}/\text{mL}$,表明本试验方法可行,能够满足铋精矿中银含量的测定要求。

3)试验结果表明,铋精矿样品在湿法消解前处理后,于火焰原子吸收光谱仪测定样品中银含量,相对标准偏差(RSD, $n=7$)为0.20%~1.95%,加标回收率为97.7%~105.0%,可满足分析检测要求。

4)综合元素干扰测定过程中没有产生明显的基体效应干扰,测定范围覆盖了行业内现行生产和应用的高低银含量铋精矿产品。本研究所建立的方法为企业和检测机构开展铋精矿中银含量的测定提供了一种更为简便、实用性更强的分析检测方法。

[参考文献]

- [1] 陈健,王国栋,宋蒙蒙.火试金-重量法测定锡精矿的金、银含量[J].中国资源综合利用,2022,40(5):36-39.
CHEN Jian, WANG Guodong, SONG Mengmeng. Determination of gold and silver content in tin concentrate by fire assay-gravimetric method [J]. China Resources Comprehensive Utilization, 2022, 40(5): 36-39.
- [2] 胡忠强,周宏鼎.乙酸除铋-火试金法测定粗铋中的金、银含量[J].中国无机分析化学,2021,11(3):79-83.
HU Zhongqiang, ZHOU Hongding. Determination of gold and silver in crude bismuth by fire assay for removing bismuth with acetic acid [J]. Chinese Journal of Inorganic Analytical Chemistry, 2021, 11(3): 79-83.
- [3] 王皓莹,袁玉霞,陈殿耿.火试金法测定铋渣料中高品位金银含量[J].矿冶,2012,21(3):100-102.
WANG Haoying, YUAN Yuxia, CHEN Diangeng. Determination of high content of gold and silver in bismuth slag by fire assay[J]. Mining & Metallurgy, 2012, 21(3): 100-102.
- [4] 杨琛,葛思清,颜立新等.留铅灰吹-电位滴定法测定铅精矿中高含量银的实验条件探讨与优化[J].有色矿冶,2020,

- 36(4): 56-59.
- YANG Chen, GE Siqing, YANG Lixin, et al. Exploration and optimization of the experimental conditions for the determination of high content silver in lead concentrate by lead retained cupellation-potentiometric titration [J]. *Non-Ferrous Mining and Metallurgy*, 2020, 36(4): 56-59.
- [5] 韩红兰, 段泽平, 李丽, 等. 硫氰酸钾-自动电位滴定法测定锡铋银系列无铅焊料产品中银含量 [J]. *湖南有色金属*, 2023, 39(6): 96-100.
- HAN Honglan, DUAN Zeping, LI Li, et al. Determination of silver content in tin-bismuth silver series lead-free solder products by potassium thiocyanate-automatic potentiometric titration [J]. *Hunan Nonferrous Metals*, 2023, 39(6): 96-100.
- [6] 吴卓葵, 邱彩淋, 周世豪. 火焰原子吸收光谱法测定铋渣中银的含量 [J]. *理化检验-化学分册*, 2023, 59(12): 1460-1462.
- WU Zhuokui, QIU Cailin, ZHOU Shihao. Determination of silver in bismuth slag by flame atomic absorption spectrophotometry [J]. *Physical Testing and Chemical Analysis (Part B: Chemical Analysis)*, 2023, 59(12): 1460-1462.
- [7] 辛文. 火焰原子吸收光度法测定矿物岩石中的高含量银 [J]. *冶金与材料*, 2023, 43(4): 44-46.
- XIN Wen. Determination of high silver content in mineral rocks by flame atomic absorption spectrophotometry [J]. *Metallurgy and Materials*, 2023, 43(4): 44-46.
- [8] 冯媛. 火焰原子吸收光谱法测定金属矿物中的高含量银 [J]. *世界有色金属*, 2022(16): 93-95.
- FENG Yuan. Determination for high content of silver in metal mineral by flame atomic absorption spectroscopy [J]. *World Nonferrous Metals*, 2022(16): 93-95.
- [9] 王成, 赵淑云, 肖丽梅. 电感耦合等离子体原子发射光谱法和火焰原子吸收光谱法测定铜钨及含铜烧结物料中银 [J]. *冶金分析*, 2011, 31(7): 61-64.
- WANG Cheng, ZHAO Shuyun, XIAO Limei. Determination of silver in copper matte and copper-bearing sintering materials by inductively coupled plasma atomic emission spectrometry and flame atomic absorption spectrometry [J]. *Metallurgical Analysis*, 2011, 31(7): 61-64.
- [10] 刘彤彤, 黄登丽. 王水溶样-电感耦合等离子体质谱法测定化探样品中痕量银 [J]. *冶金分析*, 2021, 41(7): 61-66.
- LIU Tongtong, HUANG Dengli. Determination of trace silver in geochemical samples by inductively coupled plasma mass spectrometry after sample dissolution with aqua regia [J]. *Metallurgical Analysis*, 2021, 41(7): 61-66.

Determination of silver in bismuth concentrate by wet digestion and flame atomic absorption spectrometric method

WU Zhuokui, ZHANG Sheng

(Center for Industrial Analysis and Testing, Guangdong Academy of Sciences, Guangzhou 510650, China)

Abstract: Due to the large amount of sulfur and silicon elements in bismuth concentrate, the silver content in bismuth concentrate can not be completely dissolved by aqua regis, resulting in incomplete sample dissolution, which may result in low measurement results. In this study, perchloric acid and ammonium bifluoride were added in sample pretreatment to dissolve sulfur and silicate compounds, and then the content of silver in bismuth concentrate was determined by flame atomic absorption spectrometer (AAS), which effectively solved the influence of high sulfur and silicon content in bismuth concentrate on sample dissolution and determination. During the test, bismuth concentrate was dissolved with 2.0 mL perchloric acid, 0.2 g ammonium bifluoride and aqua regis system. Under the condition of 20% HCl medium, the silver content of bismuth concentrate samples was measured by flame atomic absorption spectrometer. The results showed that the detection limit of this test method was 0.0066 $\mu\text{g/mL}$. It is lower than the lower limit of 0.022 $\mu\text{g/mL}$, which indicates that this test method is feasible and can meet the determination requirements of silver content in bismuth concentrate. The relative standard deviation (RSD, $n=7$) was 0.20% to 1.95%, and the recoveries were 97.7% to 105.0%. There is no obvious matrix effect interference in the synthetic element interference determination. The method is suitable for the determination of 50.0 g/t ~ 10 000.0 g/t silver in bismuth concentrate, which provides a more simple and practical method for enterprises and testing institutions to determine the silver content in bismuth concentrate.

Key words: high sulfur and silicon bismuth concentrate; determination of silver content; flame atomic absorption spectrometry; ammonium bifluoride; perchloric acid; complete resolution