

# 全国有色金属 标准化技术委员会

有色标秘[2015]19号

## 关于印发《再生锌原料化学分析方法》等25项标准 任务落实会会议纪要的通知

各相关单位：

根据工业和信息化部标准计划项目的安排要求，全国有色金属标准化技术委员会于2015年3月24日~3月27日在江苏省无锡市组织召开有色金属标准工作会议。会上对《再生锌原料化学分析方法》系列标准、《铜铟镓靶材分析方法》系列标准、《粗制氢氧化钴化学分析方法》系列标准进行了任务落实，对《锌焙砂化学分析方法》系列标准进行了预审。对任务落实项目确定了负责起草单位、起草单位及验证单位，确定了样品的制备单位，确定了各项工作时间进度要求。对预审项目在技术方面提出了修改意见，明确了需要补充的试验内容，对后续工作提出具体要求。

现将本次会议纪要印发给你们（见附件）。请各单位按照会议要求及进度安排，认真组织好该项目的后续工作，确保标准项目按时保质完成。

附件：《再生锌原料化学分析方法》等25项标准任务落实会会议纪要。



附件：

## 《再生锌原料化学分析方法》等 25 项标准任务落实会会议纪要

2015 年 3 月 24 日-2015 年 3 月 27 日，全国有色金属标准化技术委员会在江苏省无锡市召开了标准工作会议，有北京矿冶研究总院、金川集团股份有限公司、广西冶金质检站、株洲冶炼集团股份有限公司、中国检验认证集团广西有限公司、红河锌联科技发展有限公司、浙江华友钴业股份有限公司、中金岭南韶关冶炼厂、云南祥云飞龙再生科技股份有限公司、北京有色金属研究总院、上海有色金属工业技术检测中心有限公司、广州有色金属研究院、昆明冶金研究院、湖南有色金属研究院、国家有色贵金属产品质量监督检验中心、白银有色集团股份有限公司、桂林地质矿产研究院、荆门市格林美新材料有限公司、浙江盈联科技有限公司、苏州有色金属研究院有限公司、柳州百韧特先进材料有限公司、广西分析测试研究中心、广东先导稀材股份有限公司、桂林理工大学、山西太钢不锈钢股份有限公司等 25 家单位的近 40 名代表参加了重标委第二组会议。会议对《再生锌原料化学分析方法》、《粗氢氧化钴化学分析方法》、《铜铟镓硒靶材化学分析方法》、《锌焙砂化学分析方法》等 25 项行业标准进行了任务落实和预审。形成会议纪要如下。

### 一、《再生锌原料化学分析方法》系列方法标准

《再生锌原料化学分析方法》系列方法标准共 10 个部分，全部为制定项目。其中前 5 个部分已经下达计划，另有 5 个部分，为中检广西分公司根据原料进出口实际检测需求，补充申请的项目，已经向工信部申报标准计划，待批准。

本项标准制定工作由北京矿冶研究总院、红河锌联科技发展有限公司及中国检验认证集团广西有限公司负责。会议首先由负责单位提出了具体工作任务项目，经过与会人员的讨论商议，所有任务项目都得到了妥善落实，纪要如下：

1、此系列标准涉及的测定元素和测定范围，基本依照正在制定的行业标准“再生锌原料”产品技术条件进行，但该标准中涉及的废锌电池和废涂层两类样品，在国内使用较少，样品不好收集，此次拟起制定的《再生锌原料化学分析方法》系列行业标准将不考虑此两类产品，而该标准没有考虑的铜铅锌冶炼过程产生的含锌烟尘、次氧化锌等含锌物料在国内作为再生锌原料的数量较大，利用普遍，所以，此标准将涵盖这两类样品进行方法研究。

2、负责单位与参会代表一起讨论并初步确定了 10 个分标准的测定元素及测定范围，可能存在的干扰情况及拟采用测定方法，确定了每个分标准的负责起草单位及验证单位。需要

特殊说明的是，第3部分：电感耦合等离子体发射光谱法测定多元素，其测定元素及测定范围，需要样品收集完全后，经过初步试验确定，由起草单位负责；第5部分：离子色谱法测定氟、氯，与会代表经过激烈讨论后，否定了滴定法和比浊法测定氯，并确定仍为原定离子色谱法，其确定测定范围待定，但因参会单位有离子色谱仪的不多，起草单位先做前期研究，其验证单位由起草单位再行商量确定；第6部分：铁的测定，关于测定方法采用重铬酸钾还是EDTA滴定法，专家们进行了讨论后考虑环保因素确定采用EDTA滴定法；第8部分：汞的测定，具体检测方法还需会后参与单位商榷。

3、经会议讨论，样品由北京矿冶研究总院、中国检验认证集团广西有限公司、株冶集团、红河锌联科技发展有限公司、中金岭南韶关冶炼厂提供，并鼓励其他参会单位踊跃提供样品。各样品提供单位，在会议结束回到单位后，尽快收集样品，并将样品的半定量数据提供给总负责单位北京矿冶研究总院，以便样品筛查，尽早确定有梯度有代表性的样品。

4、各元素精密度试验水平数最好达到5个；各起草及验证单位每个水平进行11次独立测定。

5、验证单位（特别是一验单位）要认真做好验证工作，在验证过程中如出现异常现象，及时与主起草单位沟通。

#### 6、进度安排

2015年4月底，样品准备完毕，寄往起草单位。

2015年5月底，起草单位完成起草报告，寄往各验证单位。

2015年6月底，验证单位验证报告，提出建议，与起草单位进行探讨。

2015年8月，汇总试验报告及验证报告，提出标准讨论稿，进行预审。

2015年10月份，根据预审情况，补充试验，提交送审稿，召开审定会。

#### 7、各参加起草单位及任务分配见下表

表1 再生锌原料化学分析方法任务分配表

顺序	测定方法	测定范围	起草单位	一验	二验
第1部分	锌量的测定 Na <sub>2</sub> EDTA 滴定法	10%~95%	北京矿冶研究总院	湖南有色金属研究院、中金岭南韶关冶炼厂、广州有色金属研究院	中国检验认证集团广西有限公司、昆明冶金研究院、国家有色金属重金属产品质量监督检验中心、北京有色金属研究总院、白银有色集团股份有限公司、防城港市东途矿产检测有限公司
第2部分	铅量的测定 原子吸收光谱法	0.1%~5%	湖南有色金属研究院	上海有色金属工业技术监测中心有限公司、中金岭南韶关冶炼厂	云南祥云飞龙再生科技股份有限公司、广州有色金属研究院分析测试中心、郴州金贵银业质检部、昆明冶金研究院、白银有色集团股份有限公司

	铅量的测定 Na <sub>2</sub> EDTA 滴定法	5%-20%	红河锌联科技发展有限公司	北京矿冶研究总院、中国检验认证集团广西有限公司	中金岭南韶关冶炼厂、广州有色金属研究院分析测试中心、白银有色集团股份有限公司
第3部分	铜、铅、铁、铟、镉、钙、铝的测定 ICP-AES法	Cd0.03%~0.3% Pb0.10%~5% Fe0.10%~5% In0.005%~0.20% Al0.10%~2% Cu、Ca 待定	北京矿冶研究院	中国检验认证集团广西有限公司、广州有色金属研究院分析测试中心	昆明冶金研究院、上海有色金属工业技术监测中心有限公司、白银有色集团股份有限公司
第4部分	氟量的测定 离子选择电极法	0.05%~1%	中金岭南韶关冶炼厂	北京矿冶研究总院	红河锌联科技发展有限公司、株冶集团、广州有色金属研究院分析测试中心
第5部分	氟、氯量的测定 离子色谱法	F 0.05%~1% Cl 0.2%~5%	北京矿冶研究总院	天津出入境检验检疫局	连云港出入境检验检疫局
第6部分	铁量的测定 EDTA 滴定法	5%~35%	中国检验认证集团广西有限公司	北京矿冶研究总院、云南祥云飞龙再生科技股份有限公司、防城港市东途矿产检测有限公司	白银有色集团股份有限公司、广州有色金属研究院分析测试中心、湖南有色金属研究院
第7部分	砷、锑量的测定 原子荧光光谱法	As 0.001%~0.1% Sb 0.001%~0.5%	桂林矿产地质研究院有限公司	广州有色金属研究院分析测试中心、云南祥云飞龙再生科技股份有限公司、防城港市东途矿产检测有限公司	昆明冶金研究院、中国检验认证集团广西有限公司
第8部分	汞量的测定 冷原子吸收光谱法	0.1~100g/t	广州有色金属研究院分析测试中心	桂林地质矿产研究院、中金岭南韶关冶炼厂	北京矿冶研究总院、昆明冶金研究院、防城港市东途矿产检测有限公司
第9部分	镉量的测定 原子吸收光谱法	0.03%~0.3%	中金岭南韶关冶炼厂	国家有色贵金属产品质量监督检验中心	北京矿冶研究总院、上海有色金属工业技术监测中心有限公司、广州有色金属研究院分析测试中心、铜铅锌质检中心、白银有色集团股份有限公司、防城港市东途矿产检测有限公司
第10部分	醋酸可溶性锌量的测定 Na <sub>2</sub> EDTA 滴定法	15%~55%	中国检验认证集团广西有限公司	中金岭南韶关冶炼厂	白银有色集团股份有限公司、桂林矿产地质研究院有限公司、广州有色金属研究院分析测试中心

## 二、《铜铟镓硒靶材化学分析方法》系列方法标准

### 1. 参与单位及分工

《铜钢镓硒靶材化学分析方法》由广西冶金质检站负责起草、柳州百韧特先进材料有限公司、广西分析测试研究中心、广州有色金属研究院、广东先导稀材股份有限公司、桂林理工大学等单位共同参与完成，具体分工如下。

序号	项目名称	起草单位	一验	二验
1	镓量的测定 ICP-AES 法	广西测试中心	百韧特	广西冶金站 桂林理工大学 广州有色院
2	硒量的测定 重量法	百韧特	广西测试中心	广东先导 广西冶金站 桂林理工大学
3	铝、铁、镍、铬、锰、铅、锌、镉、钴、钼、钽、镁量的测定 电感耦合等离子体质谱法	广西冶金站	韶关冶炼厂、百韧特	广州有色院、广西测试中心 广东先导、北京矿冶研究院

### 2. 样品准备

样品由广西冶金质检站、柳州百韧特先进材料有限公司、广东先导稀材股份有限公司、广西分析测试研究中心准备，负责人黄肇敏。

### 3. 项目进度

- 5 月底完成起草标准初稿、比对样品准备的寄送；
- 7 月中旬完成验证试验、预审稿；
- 8 月中旬预审；
- 10 月中旬终审。

### 三、《粗氢氧化钴化学分析方法》系列方法标准

《粗氢氧化钴化学分析方法》行业标准的制定工作，由金川集团股份有限公司、华友钴业股份有限公司负责完成，会议根据负责起草单位和具体起草单位的前期工作，经过与会人员的讨论商议，确定了各检测项的测定范围，并就任务进度做了安排，纪要如下：

1、根据与会代表们的建议，第 3 部分-钙、镁量的测定，方法依据含量分为两个部分，火焰原子吸收光谱法和电感耦合等离子光谱法。

2、任务进度：2015 年 5 月中旬起草单位将实验报告及试验样品交与各验证单位；2015 年 6 月各验证单位完成验证报告并发给起草单位；2015 年 7 月进行预审。

3、试验样品的收集及发放：由金川集团有限公司负责第 1 至 3 部分的样品，浙江华友钴业有限公司负责第 4 部分的样品。

4、各参加起草单位及任务分配见下表

序号	项目名称	测定范围	起草单位	一验	二验
1	第 1 部分：钴量的测定 电位滴定法	20%以上	金川集团股份有限公司	浙江华友钴业股份有限公司、荆门市格林美新材料有限公司	北京矿冶研究总院、浙江盈联科技有限公司、广东英德佳纳金属科技有限公司
2	第 2 部分：镍、铜、锰、铁、铅、锌、砷、镉量的测定 电感耦合等离子体发射光谱法	Ni: 0.1%~1% Cu: 0.1%~7% Mn: 0.1%~5% Fe: 0.1%~5% Pb: 0.02%~0.2% Zn: 0.05%~1% As: 0.01%~0.2% Cd: 0.0005%~0.01%	金川集团股份有限公司	上海有色金属工业技术检测中心有限公司	浙江华友钴业有限公司、广州有色金属研究院、荆门市格林美新材料有限公司

3	第3部分：钙镁量的测定 方法1 火焰原子吸收光谱法 方法2 电感耦合等离子体发射光谱法	方法1: 0.1%~3% 方法2: 3~7%	方法1: 北京有色金属研究总院 方法2: 金川集团股份有限公司	方法1 金川集团股份有限公司、浙江盈联科技有限公司 方法2 北京有色金属研究总院、广州有色金属研究院	方法1: 湖南有色金属研究院、浙江华友钴业股份有限公司、广东英德佳纳金属科技有限公司 方法2: 浙江华友钴业股份有限公司、荆门市格林美新材料有限公司、苏州有色金属研究院有限公司、广东英德佳纳金属科技有限公司
4	第4部分：锰量的测定 电位滴定法	3%~12%	浙江华友钴业股份有限公司	荆门市格林美新材料有限公司、浙江盈联科技有限公司	金川集团股份有限公司、广东英德佳纳金属科技有限公司

#### 四、《锌焙砂化学分析方法》系列标准预审会会议纪要

2015年3月26日，在江苏无锡市召开《锌焙砂化学分析方法》系列标准预审会，中金岭南韶关冶炼厂、北京矿冶研究总院、湖南有色研究院、桂林地质矿产研究院、云南驰宏锌铬股份有限公司、河南豫光锌业有限公司、湖南水口山有色金属集团有限公司、白银有色集团股份有限公司、株洲冶炼集团公司等单位的代表参加了会议。会上对标准的起草过程、验证工作、以及预审稿进行了分析和讨论，在技术方面进行了确认，对下一阶段的工作进行了安排，现纪要如下：

##### 一）需要共同修改和注意的部分：

- 1、标准名称：由原来的“锌焙砂化学分析方法”改为“锌精矿焙砂化学分析方法”。
- 2、分析项目：第4部分由原来的“可溶硫量的测定 Na<sub>2</sub>EDTA 间接容量法”改为“可溶硫量的测定 硫酸钡重量法”。
- 3、有“EDTA 容量法、Na<sub>2</sub>EDTA 容量法”测定的统一改为“Na<sub>2</sub>EDTA 滴定法”。对应的英语部分需要修改。
- 4、预审会议提交的应该是“讨论稿”（有的是报批稿、预审稿等）。
- 5、前言部分：第1~8部分所有分析方法把后名称补上。如：第1部分：锌量的测定 Na<sub>2</sub>EDTA 滴定法。本部分为YS/T XXXX的第1~8部分，有的没加“YS/T XXXX”标准号。
- 6、起草单位、参加起草单位要准确。起草人、验证人需要单位盖章确认。
- 7、涉及测定项目 Zn、Zn<sub>酸溶</sub>；Fe、Fe<sub>酸溶</sub>；SiO<sub>2</sub>、SiO<sub>2酸溶</sub>，如果有相同试剂的，配制相同浓度，操作步骤要相应发生变化，因为体积量变化了，要保证修改后加入的物质质量不变。这样同一实验室操作起来方便，不必配多种试剂。
- 8、Na<sub>2</sub>EDTA 标准滴定溶液配制方法：称取不同量 Na<sub>2</sub>EDTA，加水微热溶解，是否需要加 NaOH（NaOH 量是 Na<sub>2</sub>EDTA 量约十分之一）。该部分按照 GB/T601-2002 的规定统一。
- 9、滴定方法中统一采用对应的氧化物为基准试剂如：ZnO、Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>。涉及测定项目 Zn<sub>酸溶</sub>，标定 EDTA 浓度时，称取 0.1000g ZnO 标定。
- 10、样品预先在 105°C±5°C 烘干 1h，置于干燥器中冷却至室温，然后用带封口的塑料袋密封保存。
- 11、酸溶部分 Zn<sub>酸溶</sub>、Fe<sub>酸溶</sub>、SiO<sub>2酸溶</sub>测定，统一加重量比 8%H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 的热酸 40mL，在温度 85°C~90°C 计时，浸出 20min，每 5min 用玻璃棒搅动 3~5S。
- 12、计算中各分量必须标明中文单位，如 C—Na<sub>2</sub>EDTA 标准滴定溶液的浓度，单位为摩尔每毫升（mol/mL）。

##### 二）各方法需要修改的部分：

## 第 1 部分：锌量的测定 Na<sub>2</sub>EDTA 滴定法

1、方法原理：计算锌、镉“含量”改为计算锌、镉“含量”。2、试剂：3.1 金属锌改为 ZnO 基准试剂。3、试料：根据含量分档称样（锌精矿 0.2000g，如果要称取 0.2500g，高点会超出一管滴定液，计算一下!!）。4、测定：5.4.2 当铅量小于 4%改为铅量<4%；5.4.3 当铅量大于 4%改为铅量>4%。5、起草报告补低点 30%（或者 45%）、高点 70%（或者 65%）（中金岭南韶关还是丹霞冶炼厂提供试样）试验，对应重复性、再现性要修改。6、补二次过滤残留渣铅、锌量测定数据，看铅第二次分离效果及锌夹杂情况，数据偏高有可能是铅分离不完全，产生干扰。7、试样 3<sup>#</sup>、4<sup>#</sup>、比对方高，考虑铅夹杂？8、补充一下，铅>4%时，沉淀铅后过滤溶液中铅的残余量。9、补充：锌焙沙样品吸潮情况以及对结果测定的影响（用 5 个样品）。10、缓冲溶液采用醋酸-醋酸钠？量化。11、另寄两个样品给北京矿冶研究总院进行数据比对。

## 第 2 部分：酸溶锌量的测定 Na<sub>2</sub>EDTA 滴定法

1. 封面：第 2 部分：酸“熔”锌量的测定改为酸“溶”锌量的测定。  
2. 方法原理：要精简，去掉前面两大句话，从在 8%H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 介质中开始保留。最后加上本方法不适应 Co>0.05%、Ni>0.4%的锌精矿焙砂试样。  
3. 测定：  
3.1 简单试样与复杂试样难以鉴定，因此取消 6.4.2 操作步骤（只针对简单试样的），试剂这块要修改，因为有部分试剂用不上，还有后面操作步骤标注号码要修改。  
3.2 原有的 6.4.3.2 第 1 句表述错误，应改为沉淀用热盐酸（3.9）溶于原烧杯中，用热水洗净滤纸，以下同加入 5mL 过硫酸铵操作步骤。  
4. 株冶收到的方法只有简单试样的方法，也是按照此方法报的结果。

## 第 3 部分：硫量的测定 燃烧中和滴定法

1. 试剂：3.11. 硫酸铅基准试剂，采用市售硫酸铅小瓶试剂（5g），与锌精矿的保持一致。因此试剂这块要修改，有部分试剂用不上，还有后面操作步骤标注号码要修改。  
2. 仪器：去掉 4.2~4.6。  
3. 精密度：去掉两点 3.55%、3.62%。  
4. 补加 C、F、As（0.1%）影响试验。

## 第 4 部分：可溶硫量的测定 硫酸钡重量法

1. 范围：0.1%~5%。  
2. 精密度：去掉 1.51%这点。  
3. 寄 3<sup>#</sup>样（1.72%）给红河锌联科技发展有限公司（他们收到的 3<sup>#</sup>样与 2<sup>#</sup>样结果相同 1.51%）。  
4. 补：高点 5%试验（试样加标）。对应重复性、再现性要修改。  
5. 补：加 100g/L 乙酸钠 5mL 掩蔽铅干扰试验。  
6. 补：加 200g/L 柠檬酸 20mL 掩蔽铁、铋、锑、锡干扰试验。

## 第 5 部分：铁量的测定 火焰原子吸收法、Na<sub>2</sub>EDTA 滴定法

1、将锌精矿焙砂铁量测定的滴定温度统一为 60℃—80℃；  
2、将锌精矿焙砂铁量测定所用的铁标准溶液统一改为由三氧化二铁基准物质配制；  
3、在锌精矿焙砂铁量测定溶样过程中改为盐酸、硝酸、硫酸三酸溶样；  
4、在锌精矿焙砂铁量测定中增加用其他方法测定铁的比对试验数据（重铬酸钾滴定）；  
5、补：加硫酸溶解试样实验。  
6、补：考虑锡的影响试验。  
7、起草报告选择 20mL 王水溶解试样，而讨论稿 5.4.1 不是采用王水溶解试样，而是 10mLHCl、10mLHNO<sub>3</sub>。

## 第 6 部分：酸溶铁量的测定 火焰原子吸收光谱法和 Na<sub>2</sub>EDTA 滴定法

### 方法1 火焰原子吸收光谱法

1. 精密度：去掉 1<sup>#</sup>、2<sup>#</sup>样其中一个。

2. 补：低点 0.5% 试样试验（株冶能否提供试样）。对应重复性、再现性要修改。

由于方法测定范围为  $\omega_{\text{Fe 酸溶}}$  0.50%~3.0%，目前精密度样品最低的为 1%，会议决定株洲冶炼集团股份有限公司、中金岭南韶关冶炼厂另外寻找 0.50% 左右的样品，尽快分发给相关单位，按会议确定的方案进行精密度试验。

### 方法2 Na<sub>2</sub>EDTA 滴定法

1. 精密度：去掉 2% 这点。

2. 补：低点 3%、高点 6% 试样（株冶能否提供试样）试验或加标试验。对应重复性、再现性要修改。

1、针对统一的酸溶条件，方法负责单位重新制备试样，需要起草单位和验证单位重新做下精密度实验；

2、针对锌精矿焙砂酸溶铁的高点（5~6% 左右）没有数据，下一步需要补充高点数据，经会议商相关单位，由水口山有色金属集团公司提供酸溶铁的含量有高于 6% 的样品，尽快寄给起草单位云南驰宏锌锗股份有限公司技术监督部，王清。

3、范围：方法 2  $\omega_{\text{Fe 酸溶}}$  2.0%~6.0% 改为  $\omega_{\text{Fe 酸溶}}$  3.0%~6.0%。

### 第7部分：二氧化硅量的测定 钼蓝分光光度法

1、6.4.1 修改为：将试料（6.1）置于预先盛有 2 克氢氧化钠的 30ml 银坩埚中，再覆盖 2 克氢氧化钠，加盖，置于马弗炉中，于低温处去除水份后逐渐升温到 650℃，熔融 15min~20min，取出，冷却。

2、6.4.2 修改为：将坩埚外部用水冲洗干净，置于预先盛有 100ml 热水的 300ml 聚四氟乙烯烧杯中，加盖表面皿待浸出完全后洗出坩埚，冷却后，慢慢加入 20ml 硫酸(1+1)，边加入边搅动，冷至室温，移入 250ml 容量瓶中，以水定容，静置澄清。

3、工作曲线：2.50ml SiO<sub>2</sub> 改为 2.50ml Si 标（前后要一致）。

### 第8部分：酸溶二氧化硅量的测定 钼蓝分光光度法

1、补：高点 4% 试样试验（株冶能否提供试样）。

#### 三、下阶段工作进度要求：

请各方法负责起草单位在 4 月底前完成“讨论稿”的格式修改。6 月份完成所有补充工作，完成“报批稿”和“编制说明”的编写，7 月份进行审定。