## 高纯银锭

1、工作简况

## 1.1任务来源

根据国家标准化管理委员会国标委综合〔2014〕89号文《关于下达2015年第二批国家标准制修订计划的通知》和有色金属标准化技术委员会有色标字《关于转发2015年国家、行业标准制（修）订的通知》的要求，大冶有色金属责任公司（以下简称大冶有色）负责《高纯银锭》计划编号（20142684-T-610）国家标准的起草任务。并由有色金属技术经济研究院、云南铜业股份有限公司、山东恒邦冶炼股份有限公司、山东招金金银有限公司、西安瑞鑫科电子材料有限公司、北京达博有色金属焊料有限公司等起草，标准性质为推荐性行业标准。项目起止时间为2015年10月～2016年12月，技术归口单位为全国有色金属标准化技术委员会。

1.2编制单位简介：

大冶有色金属集团控股有限公司始建于1953年，地处美丽富饶的长江之滨——湖北省黄石市。公司发端于铜矿开采，成长于粗铜冶炼，壮大于以铜为主的多元经营。所属新冶铜矿为新中国首批有色金属矿业开发项目之一，冶炼厂为国家“一五”时期156个重点项目之一。经过几代干部职工的不懈努力，大冶有色现已形成大规模铜、金、银开采、冶炼、加工的完整产业链，铁、硫、余热与多种稀贵金属资源得到充分利用，动力、建筑、物流、机电与城市矿产、科技研发、综合服务等多种产业集群式快速发展，资本运作与战略合作成效显著。2005年至2015年，铜资源占有量由不足80万吨增至400多万吨，阴极铜产能由20万吨增至70万吨，主营业务收入由53亿元增至1000亿元，资产总额由56亿元增至300亿元，实现了“四个翻番”。2015年公司位列“中国企业500强”第148位、“湖北省百强企业”第4位。大冶有色通过了ISO-9000质量体系认证，“大江”牌商标为中国驰名商标。“大江”牌阴极铜获中国名牌产品、国家免检产品称号，并在伦敦金属交易所注册；“大江”牌标准金锭获上海期货交易所首批黄金期货注册认定；“大江”牌黄金、白银在伦敦贵金属交易所注册交易。

1.3编制时间计划及安排

|  |
| --- |
| **《高纯银锭》国标起草工作时间计划** |
|
| **序号** | **时间** | **内容** |
| **1** | 2015年11月8日 | 《高纯银锭》国标初稿。 |
| **2** | 2015年11月8日 |  厂第一次对提交的《高纯银锭》标准初稿，进行讨论。 |
| **3** | 2016年3月—4月 | 稀贵金属行业高纯银锭生产企业和用户调研及汇总。 |
| **4** | 2016年4月30日 | 修改《高纯银锭》标准讨论稿。 |
| **5** | 2016年4月15-30日 | 《高纯银锭》标准起草单位进行标准讨论。 |
| **6** | 2016年5月 | 再次起草《高纯银锭》讨论稿和调研。 |
| **7** | 2016年6月 | 讨论稿《高纯银锭》标准送有色行业进行初审。 |
| **8** | 2016年10月 | 《高纯银锭》报批稿提交标准委员会。 |
|  |  |  |

## 1.4、高纯银锭生产工艺流程简述及简图

1.4.1高纯银锭生产工艺简述：

1、电解法：

在杂质含量较低的硝酸银溶液中对国标2#银以上的银锭进行再次电解精炼，即可得到高纯银产品。根据产品需要，重复进行以上电解操作，即可得到不同级别的高纯银产品。一般在高纯银电解体系中，因电解液采用数值吸附法进行电解液净化操作。

2、氯化银转化还原法：

将80%以上纯度的单质银用硝酸溶解后过滤，滤液采用HCl沉淀氯化银，过滤后的氯化银经彻底洗涤后，在高纯氨水环境下用水合肼还原，即可制得高纯银。一般该法可制得5N高纯银，5N以上高纯银用此方法制备时，需在硝酸溶解阶段、氨-肼还原阶段对溶液进行净化操作。

3、挥发熔炼、区域熔炼法：

挥发熔炼利用银和杂质间不同的蒸汽压，实现杂质分离。区域熔炼利用杂质和银的不同凝固点和表面张力的原理实现分离。该生产系统一般用于5N以上高纯银的制备，产品质量好，但一般生产规模小，设备难以大型化。

1.4.2高纯银锭生产工艺简图：

化学除杂浇铸工艺简图：

单质银

硝酸溶解

氯化银

HCl沉淀

除杂

氨-肼还原

除杂

高纯银

电解浇铸工艺简图：

1.4.3**大冶有色2014-2015年白银品质分析：**

银阳极板

电解精炼

银锭

洗涤浇铸

电解液

树脂吸附净化

达标硝酸银溶液

二次电解

洗涤浇铸

高纯银锭

|  |
| --- |
| 2014年（6-12月份）白银数据分析统计表 |
| 型号 | 批次 | 比例（%） | 银 | 铜 | 钯 | 硒 |
| 品位(%) | 品位(%) | 品位(%) | 品位(%) |
| Ag大于99.995 | 2355  | 79.67  | 99.9964  | 0.0007  | 0.0005  | 0.0002  |
| Ag小于99.995 | 454  | 15.36  | 99.9948  | 0.0012  | 0.0005  | 0.0002  |
| Ag等于99.994 | 147  | 4.97  | 99.9940  | 0.0011  | 0.0005  | 0.0002  |
| 合 计： | 2956  | 100.00  | — | — | — | — |
| 型号 | 碲 | 铅 | 铋 | 锑 | 铁 | 　 |
| 品位(%) | 品位(%) | 品位(%) | 品位(%) | 品位(%) | 　 |
| Ag大于99.995 | 0.0004  | 0.0005  | 0.0005  | 0.0005  | 0.0005  | 　 |
| Ag小于99.995 | 0.0056  | 0.0005  | 0.0010  | 0.0005  | 0.0005  | 　 |
| Ag等于99.994 | 0.0030  | 0.0005  | 0.0007  | 0.0005  | 0.0005  | 　 |
| 合 计： | — | — | — | — | — | 　 |

|  |
| --- |
| 2015年（1-9月份）白银数据分析统计表 |
| 型号 | 批次 | 比例（%） | 银 | 铜 | 钯 | 硒 |
| 品位(%) | 品位(%) | 品位(%) | 品位(%) |
| Ag大于99.995 | 2511  | 98  | 99.9959  | 0.00076  | 0.00050  | 0.00020  |
| Ag小于99.995 | 38  | 1  | 99.9948  | 0.00126  | 0.00054  | 0.00109  |
| Ag等于99.994 | 19  | 1  | 99.9940  | 0.00127  | 0.00057  | 0.00020  |
| 合 计： | 2568  | 100  | — | — | — | — |
| 型号 | 碲 | 铅 | 铋 | 锑 | 铁 | 　 |
| 品位(%) | 品位(%) | 品位(%) | 品位(%) | 品位(%) | 　 |
| Ag大于99.995 | 0.00024  | 0.00050  | 0.00051  | 0.00050  | 0.00050  | 　 |
| Ag小于99.995 | 0.00236  | 0.00072  | 0.00050  | 0.00050  | 0.00051  | 　 |
| Ag等于99.994 | 0.00021  | 0.00059  | 0.00050  | 0.00050  | 0.00050  | 　 |
| 合 计： | — | — | — | — | — | 　 |

## 其他生产企业的生产状况： 铜陵有色公司生产数据统计：

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| **铜陵公司2014-2015年白银数据分析统计表** |
| 2014年（6-12月份）白银数据分析统计表 |
| 型号 | 批次 | 比例（%） | 银 | 铜Cu | 钯Pd | 硒Se | 碲Te | 铅Pb | 铋Bi | 锑 | 铁Fe |
| 品位(%) | 品位(%) | 品位(%) | 品位(%) | 品位(%) | 品位(%) | 品位(%) | 品位(%) | 品位(%) |
| Ag大于99.995 | 2950 | 98.8275 | 99.9980  | 0.0011  | 0.0001  | 0.0001  | 0.0001  | 0.0001  | 0.0001  | 0.0001  | 0.0003  |
| Ag小于99.995 | 30 | 1.00503 | 99.9948  | 0.0026  | 0.0006  | 0.0002  | 0.0003  | 0.0005  | 0.0003  | 0.0003  | 0.0004  |
| Ag等于99.994 | 5 | 0.1675 | 99.9944  | 0.0027  | 0.0009  | 0.0002  | 0.0004  | 0.0004  | 0.0003  | 0.0003  | 0.0004  |
| 合 计： | 2985 | 100  |   |   |   |   |   |   |   |   |   |
|   |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
|   |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| 2015年（1-9月份）白银数据分析统计表 |
| 型号 | 批次 | 比例（%） | 银 | 铜 | 钯 | 硒 | 碲 | 铅 | 铋 | 锑 | 铁 |
| 品位(%) | 品位(%) | 品位(%) | 品位(%) | 品位(%) | 品位(%) | 品位(%) | 品位(%) | 品位(%) |
| Ag大于99.995 | 3224 | 98.533 | 99.9967  | 0.0011  | 0.0009  | 0.0001  | 0.0001  | 0.0006  | 0.0001  | 0.0001  | 0.0003  |
| Ag小于99.995 | 45 | 1.37531 | 99.9948  | 0.0023  | 0.0027  | 0.0002  | 0.0006  | 0.0068  | 0.0007  | 0.0003  | 0.0027  |
| Ag等于99.994 | 3 | 0.09169 | 99.9942  | 0.0028  | 0.0008  | 0.0002  | 0.0001  | 0.0007  | 0.0003  | 0.0001  | 0.0008  |
| 合 计： | 3272 | 100  |   |   |   |   |   |   |   |   |   |

## 1.5高纯银锭主要用途：

用于键合银丝、键合合金丝等产品。靶材：适合于辉光放电溅射、[射频](http://cpro.baidu.com/cpro/ui/uijs.php?adclass=0&app_id=0&c=news&cf=1001&ch=0&di=8&fv=17&is_app=0&jk=230a596062bebc3e&k=%C9%E4%C6%B5&k0=%C9%E4%C6%B5&kdi0=0&luki=1&n=10&p=baidu&q=98024009_1_cpr&rb=0&rs=1&seller_id=1&sid=3ebcbe6260590a23&ssp2=1&stid=0&t=tpclicked3_hc&td=1734922&tu=u1734922&u=http%3A%2F%2Fwww%2E51sole%2Ecom%2Fb2b%2Fcd%5F37858936%2Ehtm&urlid=0)辉光溅射、磁控溅射、离子束溅射、离子镀用的高纯银靶材。适用于工业级镀膜，在电子，光电，军用，装饰，功能薄膜等领域有广泛应用。电子光伏产业：作为基础原料，用于制备高纯硝酸银，后者为高级别电子银浆料的主要原料。医药、精细化工：银化合物能够像化疗那样有效地杀死某些癌细胞，而且潜在的不良反应相对较少。这种贵金属作为防腐杀菌剂和抗生素广泛应用在药物领域，在某些国家还能用来对水进行净化。高纯银是医药级银化合物的主要原料。

1.6**标准制定的必要性**

 目前银锭标准GB/T4135-2002进行了修改，但对于高端用户需求的超过99.99%的高纯银锭，没有标准，给生产企业和使用单位都带来了一些不利因素。因此，在行业内制定出高纯银锭标准十分必要。

**1.7与相关法律法规的关系**

本标准不存在与相关法律法规抵触之处，也不与其他标准相冲突。

**1.8标准属性**

本标准为国家推荐标准。

**二、编制原则和确定标准的主要内容：**

**1、编制原则**

《高纯银锭》产品行业标准的制定原则，包括三个方面的要求，一是力求达到先进的标准水平，满足行业的技术发展需求。二是结合我国贵金属材料实际生产水平，结合用户的需求。三是追求技术的先进性、指标的合理性和前瞻性。

 本标准在制定过程中主要遵循了以下原则：

 （1）保证标准是实用性、科学性和前瞻性。

 （2）可操作性，兼顾生产技术和用户的需求。

（3）有利于促进技术进步，提高产品质量。

**2、调研情况**

为了使新制定标准中指标数据和相关检测方法更加科学、准确、合理，全国有色金属标准化技术委员会秘书处拟组织相关人员成立标准制定工作组，对相关交易市场和规模以上生产企业及客户进行现场调研。现场调研的具体事项安排如下：

2.1依据标准修订计划安排，拟定的调研单位和时间安排见下表：

|  |  |
| --- | --- |
| 单位名称 | 时间 |
| 山东招金金银冶炼厂 、山东烟台一诺电子材料有限公司 | 2016年4月11日-13日 |
| 北京达博有色金属焊料有限公司 | 2016年4月14日-15日 |
| 西安瑞鑫科电子材料有限公司、西安诺博尔稀贵金属材料有限公司 | 2016年4月16日-18日 |
| 云南铜业股份有限公司 | 2016年4月19日-21日 |
| 山东招金金银冶炼厂 | 2016年4月22日-23日 |
| 大冶有色金属有限责任公司 | 2016年4月25日-27日 |

2.2调研小组成员由以下单位及人员组成：

|  |  |
| --- | --- |
|  | 1. 有色贵金属金属标准化分技术委员会：向 磊
 |
| 1. 云南铜业股份有限公司： 刘文权
 |
|  | 1. 招金金银精炼有限公司： 冯桂坤
 |
|  | 1. 西安瑞鑫科电子材料有限公司（西安诺博尔稀贵金属材料有限公司）：周龙海
 |
|  | 1. 山东烟台一诺电子材料有限公司：臧晓丹
 |
|  | 1. 大冶有色金属有限责任公司：侯琼英 李伟 程春喜 涂立新 周 志
 |

2.3调研内容

1. 了解生产企业原料变化和工艺改进对产品质量的影响。
2. 高纯银使用企业对高纯银锭产品的要求。
3. 如何在制订标准中充分反映高纯银产品自身的特点。
4. 制定的准牌号的划分是否合理，征求意见稿中对牌号进行的划分是否满足实际生产和使用要求。
5. 了解高纯银主含量测定采用的方法，此标准是否应规定牌号的测定方法。
6. 了解被调研单位根据本企业的特点，希望控制的杂质元素和具体指标要求。
7. 就征求意见稿中对规定高纯银锭外观尺寸、锭重、计量要求、高纯银锭表面标志（标志位置分布、应包含的信息）等听取多方意见。
8. 探讨高纯银锭浇铸（立模、平模或其他）方式的优劣，对不同浇铸方式进行比较（表面质量、操作效率、切头与补头两种银锭的差别等）。
9. 征求对标准中规定高纯银锭表面有机械切口痕迹即判定为不合格的合理性意见。
10. 了解生产企业白银提纯技术指标及工艺；
11. 了解生产企业生产中重点控制的杂质指标及工艺（操作）指标；
12. 了解生产企业Ag99.995产品的合格率及杂质区间；
13. 了解生产企业产品组批及检测的规范；
14. 了解生产企业高纯银产品包装规格及外包装要求；
15. 了解用户对高纯银的那些杂质有要求；
16. 了解用户对产品内杂质超标最低值的要求；
17. 了解用户产品什么杂质导致拉丝及柔韧性较差；
18. 了解用户产品什么杂质会影响工艺品及投资产品的外观光洁度；
19. 了解用户产品什么杂质会影响导电材料的性能降低；
20. 其他与标准相关的意见。

2.4主要意见处理：（见附页）

**3确定标准的主要内容**

**3.1 产品分类**

高纯银锭按化学成分分为三个牌号: IC-Ag 99.9999 、IC-Ag99.999、IC-Ag99.995。

**3.2 化学成分**

3.2.1 高纯银锭的化学成分应符合表1的规定。

3.2.2：银锭杂质要求包括但不限于表1中所列元素。根据新修订的《银锭》标准GB/T4135-2016中，只规定了Cu、Pb、Fe 、Sb 、Se 、Te 、Bi、 Pd等8个元素，高纯银锭在此基础上，另增加了10个金属元素。Cu、Pb、Fe 、Sb 、Se 、Te 、Bi、 Pd是在IC-Ag99.99的基础上，按照牌号IC-Ag 99.9999 、IC-Ag99.999、IC-Ag99.995依次提高了含量标准。另外根据用户关注的Au、Mn、 Al、Mg 、Ca等13个金属元素，同时对于用户提出的非金属元素要求，由于银原料来源不同，银锭杂质含量有所不同，需方对高纯银杂质的化学成分有特殊要求时，可由供需双方协商确定。

**3.3 物理规格**

3.3.1 高纯银锭呈长方形锭状、梯形锭状。

3.3.2 银锭外形尺寸和重量要求如表2，颗粒状、片状等特殊要求由供需双方协商确定。

**3.4 包装**

高纯银锭的包装方式由供需双方协商确定。颗粒状、小片状高纯银采用真空包装，

**4、其他应予说明的问题。**

无

（附件）

|  |
| --- |
| **标准征求意见稿意见汇总处理表** |
| 标准项目名称：高纯银 | 承办人：周志 | 共 页 |
| 标准项目负责起草单位：大冶有色金属有限责任公司 | 电话：13872124817 |  |
|  | 2016年5月4日 |
| 序号 | 标准章条编号 | 意见内容 | 提出单位 | 处理意见 | 备注 |
| 1 | 3.2 化学成分 | 提出对Si元素的关注 | 山东一偌有限公司 | 厂家合同协商 | 　 |
| 2 | 3.2 化学成分 | 关注Mo Al Ca Mg 金属元素 | 北京达博有色金属焊料有限公司 | 采纳Al Ca Mg元素 | 　 |
| 3 | 3.2 化学成分 | 含O量 C N P S含量 | 西安诺博尔稀贵金属材料有限公司 | 在合同协定 | 　 |
| 4 | 3.2 化学成分 | S P等非金属元素含量 | 广州佳博有限公司 | 在合同协定 | 　 |
| 5 | 3.2 化学成分 | 1、《高纯银锭》中化学成分杂质元素有Au、Pt、Pd、Ru，为什么不把Rh也加进去，Os、Ir是否也考虑加进去？2、既然Si已经纳入，建议加入Al、Ca、Cr、In、Mg到《高纯银锭》中。3、《高纯银锭分析方法》是否同步修订？4、《高纯银锭》的物规外观是否符合国际市场要求 | 郴州市金贵银业股份有限公司质检部 | 1、元素过多要求过高，不采纳。2、Al、Ca、Mg等纳入标准中规定。3、标准和分析方法同步修订。4、参照《银锭》标准的外观尺寸。 | 　 |
| 6 | 　 | 　 | 　 | 　 | 　 |
| 7 | 　 | 　 | 　 | 　 | 　 |
| 8 | 　 | 　 | 　 | 　 | 　 |