ICS 77.120.40

H 13

中华人民共和国工业和信息化部 发布

XXXX-XX-XX实施

XXXX-XX-XX发布

高镍锍化学分析方法

第7部分：银含量的测定

火焰原子吸收光谱法

Methods for chemical analysis of nickel matte—

Part 7:Determination of silver content—

Flame atomic absorption spectrometric method

(讨论稿)

YS/T XXXX.7—201X

中华人民共和国有色金属行业标准

前 言

YS/T XXXX-201X《高镍锍化学分析方法》共分为 7个部分：

——第1部分：镍含量的测定 丁二酮肟法；

——第2部分：铁含量的测定 磺基水杨酸光度法；

——第3部分：钴含量的测定 火焰原子吸收光谱法；

——第4部分：铜含量的测定 硫代硫酸钠滴定法；

——第5部分：硫含量的测定 燃烧-中和滴定法；

——第6部分：铅、锌、砷含量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法

——第7部分：银含量的测定 火焰原子吸收光谱法；

——第8部分：金、铂、钯含量的测定 火试金富集-电感耦合等离子体原子发射光谱法；

本部分为YS/T XXXX-201X的第7部分。

本部分是按照GB/T 1.1-2009给出的规则起草的。

本部分由全国有色金属标准化技术委员会（SAC/TC 243）提出并归口。

本部分起草单位：北矿检测技术有限公司

本部分参加起草单位：金川集团股份有限公司

本部分主要起草人：方迪、阮桂色、

高镍锍化学分析方法

第7部分：银含量的测定

火焰原子吸收光谱法

1 范围

 本部分规定了高镍锍中银含量的测定方法。

 本部分适用于高镍锍中银含量的测定。测定范围：20g/t～300g/t。

2 方法提要

试料用盐酸、硝酸、高氯酸分解，在稀盐酸介质中，使用空气-乙炔火焰，于原子吸收光谱仪波长328.1nm处，测量银的吸光度，按工作曲线计算银含量。

3 试剂

 除非另有说明，在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和蒸馏水或去离子水或相当纯度的水。

3.1 盐酸（ρ1.19g/mL）。

3.2 硝酸（ρ1.42g/mL）。

3.3 高氯酸（ρ1.67g/mL）。

3.4 盐酸（1+1）。

3.5 硝酸（1+1）。

3.6 银标准贮存溶液：称取1.0000g纯银（wAg≥99.99%）于250mL烧杯中，加入50mL硝酸（3.5），微热至溶解完全，取下，冷却至室温，移入1000mL棕色容量瓶中，补加50mL硝酸（3.5），用水稀释至刻度，混匀。此溶液1mL含1mg银。

3.7 银标准溶液：移取5.00mL银标准贮存溶液（3.6）于250mL容量瓶中，加入50 mL盐酸（3.4），用水稀释至刻度，混匀。此溶液1mL含20μg银。

4 仪器设备

原子吸收光谱仪，附银空心阴极灯。

在仪器最佳工作条件下，凡能达到下列指标者均可使用：

——特征浓度:在与测量试液基体相一致的溶液中，银的特征浓度应不大于0.027μg/mL。

——精密度：用最高浓度的标准溶液测量10次吸光度，其标准偏差应不超过平均吸光度的1.0%；用最低浓度的标准溶液（不是“零”浓度标准溶液）测量10次吸光度，其标准偏差应不超过最高浓度标准溶液平均吸光度的0.5%。

——工作曲线线性：将工作曲线按浓度等分成五段，最高段的吸光度差值与最低段的吸光度差值之比应不小于0.80。

5 试样

5.1 试样粒度不大于0.154mm。

5.2 样品预先在105℃±5℃烘2h，置于干燥器中冷却至室温备用。

6 试验步骤

6.1试料

 称取0.50g试样，精确至0.0001g。

6.2 平行试验

平行做两份试验。

6.3 空白试验

随同试料做空白试验。

6.4 测定

6.4.1将试料（6.1）置于250mL玻璃烧杯中，加少量水润湿，加入15mL盐酸（3.1），盖上表面皿，低温加热5min～10min后，取下冷却。沿杯壁加入5mL硝酸（3.2）、3mL高氯酸（3.3），继续低温加热至湿盐状,取下冷却。加入10mL盐酸（3.4），用少许水吹洗杯壁，低温加热溶解盐类，取下冷却。移入50mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。

6.4.2按表1分取试液并补加盐酸（3.4）于50 mL容量瓶中，，用水稀释至刻度，混匀。

表1 试液分取体积、补加酸体积及测定试液体积

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| 元素 | 含量/(g/t) | 分取试液体积/mL | 补加盐酸体积/mL |
| Ag | 20～160 | - | - |
| >160～300 | 25 | 5 |

6.4.3使用空气-乙炔火焰，于原子吸收光谱仪波长328.1nm处，以水调零，测量试液中银的吸光度，从工作曲线上得到相应银的质量浓度。

6.5 工作曲线的绘制

 移取0mL、1.00mL、2.00mL、4.00mL、6.00mL、8.00mL银标准溶液（3.7），置于一组100mL容量瓶中，加入20mL 盐酸（3.4），用水稀释至刻度，混匀。

 在与测量试液（6.4.3）相同条件下，测量系列标准溶液的吸光度，减去系列标准溶液中“零”浓度溶液的吸光度，以银的质量浓度为横坐标，吸光度为纵坐标，绘制工作曲线。

7 试验数据处理

 银含量以银的质量分数wAg计，数值以g/t表示，按公式（1）计算：

…………………………………（1）

式中：

 ρ——自工作曲线上查得的银的质量浓度，单位为微克每毫升（μg/mL）；

 ρ0——自工作曲线上查得的空白试液中银的质量浓度，单位为微克每毫升（μg/mL）；

V0——试液总体积，单位为毫升（mL）；

V1——分取试液总体积，单位为毫升（mL）；

V2——测定试液总体积，单位为毫升（mL）；

m——试料的质量，单位为克（g）。

计算结果表示至个位，银含量小于100g/t时，表示至小数点后一位。

8 精密度

8.1重复性

在重复性条件下获得的两次独立测试结果的测定值，在以下给出的平均值范围内，这两个测试结果的绝对差值不超过重复性限（*r*），超过重复性限（*r*）的情况不超过5%，重复性限（*r*）按表2数据采用线性内插法或外延法求得：

表2 重复性限

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| *w*Ag/ (g/t) | 25.6 | 72.6 | 107 | 188 | 281 |
| *r* / (g/t) | 2.5 | 3.9 | 7.4 | 12.9 | 15.4 |

8.2 再现性

在再现性条件下获得的两次独立测试结果的测定值，在以下给出的平均值范围内，这两个测试结果的绝对差值不大于再现性限（R），超过再现性限（R）的情况不超过5%，再现性限（R）按表3数据采用线性内插法或外延法求得：

表3 再现性限

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| *w*Ag/ (g/t) | 25.6 | 72.6 | 107 | 188 | 281 |
| *R* /(g/t) | 4.5 | 8.4 | 9.1 | 16.4 | 20.5 |

9 试验报告

试验报告至少给出以下几个方面的内容：

——试样；

——使用的标准（YS/TXXXX.7-201X）；

——分析结果及其表示；

——与基本分析步骤的差异；

——测定中观察到的异常现象；

——试验日期。